



**ELEKTRO-EĞİRME YÖNTEMİYLE ÜRETİLEN FARKLI
NANOELYAFLARLA TAKVİYE EDİLMİŞ POLİMER
MATRİSLİ KOMPOZİTLERİN MEKANİK
ÖZELLİKLERİNİN BELİRLENMESİ**

Emin USLU

Doktora Tezi

Makine Mühendisliği Anabilim Dalı

Konstrüksiyon ve İmalat Bilim Dalı

Prof. Dr. Mehmet GAVGALI

Dr. Öğr. Üyesi Mehmet Okan ERDAL

2020

Her hakkı saklıdır

**ATATÜRK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

DOKTORA TEZİ

**ELEKTRO-EĞİRME YÖNTEMİYLE ÜRETİLEN FARKLI
NANOELYAFLARLA TAKVİYE EDİLMİŞ POLİMER MATRİSLİ
KOMPOZİTLERİN MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN
BELİRLENMESİ**

Emin USLU

**MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI
Konstrüksiyon ve İmalat Bilim Dalı**

**ERZURUM
2020**

Her hakkı saklıdır



TEZ ONAY FORMU

**ELEKTRO-EĞİRME YÖNTEMİYLE ÜRETİLEN FARKLI NANOELYAFLARLA TAKVİYE
EDİLMİŞ POLİMER MATRİSLİ KOMPOZİTLERİN MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN
BELİRLENMESİ**

Prof. Dr. Mehmet GAVGALI danışmanlığında, Emin USLU tarafından hazırlanan bu çalışma, 31/01/2020 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Makine Mühendisliği Anabilim Dalı Konstrüksiyon ve İmalat Bilim Dalı'nda Doktora tezi olarak **oybirliği** ile kabul edilmiştir.

Başkan: Prof. Dr. Hamdullah ÇUVALCI

İmza :

Üye : Prof. Dr. Mehmet GAVGALI

İmza :

Üye : Prof. Dr. Yaşar TOTİK

İmza :

Üye : Prof. Dr. Ersin ARSLAN

İmza :

Üye : Prof. Dr. Nihat TOSUN

İmza :

Üye : Prof. Dr. Recep SADELER

İmza :

Üye : Dr. Öğr. Üyesi Ruhi YEŞİLDAL

İmza :

Yukarıdaki sonuç;

Enstitü Yönetim Kurulu'nun 13.02/2020 tarih ve 07...../73..... nolu kararı ile onaylanmıştır.

Prof. Dr. Mehmet KARAKAN
Enstitü Müdürü

Bu çalışma Bayburt Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri (BAP) kapsamında desteklenmiştir.
Proje No: BAP - 2014-01-14 ve 2017/02-69001-04

Not: Bu tezde kullanılan özgün ve başka kaynaklardan yapılan bildiriş, çizelge, şekil ve fotoğrafların kaynak olarak kullanımı, 5846 sayılı Fikir ve Sanat Eserleri Kanunundaki hükümlere tabidir.

ÖZET

Doktora Tezi

ELEKTRO-EĞİRME YÖNTEMİYLE ÜRETİLEN FARKLI NANOELYAFLARLA TAKVİYE EDİLMİŞ POLİMER MATRİSLİ KOMPOZİTLERİN MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN BELİRLENMESİ

Emin USLU

Atatürk Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Makine Mühendisliği Anabilim Dalı
Konstrüksiyon ve İmalat Bilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Mehmet GAVGALI
Ortak Danışman: Dr. Öğr. Üyesi Mehmet Okan ERDAL

Nanoteknoloji, nano boyutta yapıların üretimini, karakterizasyonunu ve uygulamalarını içeren bir teknolojidir. Nanoteknolojik araştırmalarda ilgi odağı haline gelen nanoelyaflar, çapları 1 mikronun altındaki ipliksi görünüme sahip ve eşsiz bir takım özellikler sergileyen malzemelerdir. Nanoelyafların farklı üretim teknikleri olmasına rağmen, elektro-eğirme yöntemi yüksek gözeneklilik ve yüksek yüzey alanı/hacim oranına sahip nanoelyafları üretme kabiliyeti, basit ve uygun maliyetli olması nedeniyle yaygın olarak tercih edilmektedir. Elektro-eğirme, polimer çözeltisi veya eriyiğinden bir potansiyel fark ile nanoelyaf oluşturma işlemidir. Bu teknikle üretilen nanoelyaflar ilaç taşıyıcılar, membranlar, koruyucu giysiler, yara örtücüler ve sensörler gibi birçok alanda uygulama imkânı bulmaktadır. İki veya daha fazla malzemenin kombinasyonu ile elde edilen kompozitlerde de nanoelyafların kullanılmasıyla ilgili ümit vaat eden çalışmalar yapılmaktadır. Bu çalışmada nanoelyafların kompozit malzemelerde birincil takviye elemanı olarak kullanılması ile ilgili deneysel bir araştırma yapılmıştır. Bu bağlamda elektro-eğirme tekniği ile naylon 6.6 (N6.6), polivinil alkol (PVA), poliakrilonitril (PAN), polivinil klorür (PVC) ve polivinilprolidon (PVP) polimerlerinden nanoelyaflar üretilmiştir. Elde edilen bu nanoelyaflar ve epoksi reçine kullanılarak vakum infüzyon tekniği ile elyaf takviyeli polimer matrisli kompozitlerin imalatı gerçekleştirilmiştir. Kompozitlerin mekanik özellikleri çekme testleri ile belirlenmiştir. Nanoelyafların morfolojik özellikleri ile kompozitlerin çekme testleri sonucu oluşan hasarlı yüzeyleri SEM ile incelenmiştir. Numunelerin FTIR, TGA ve DSC teknikleri ile moleküler ve termal analizleri gerçekleştirilmiştir. Ayrıca mekanik özellikler kullanılarak kompozitlerin istatistiksel açıdan değerlendirmesi yapılmıştır. Çalışma sonucunda en iyi maksimum gerilme değerinin N6.6 nanoelyafli kompozitte elde edildiği ve sırasıyla PVA'lı kompozitten % 9, PAN'lı kompozitten % 37 ve PVC'li kompozitten % 76 daha fazla olduğu görülmüştür.

2020, 99 sayfa

Anahtar Kelimeler: Elektro-eğirme, N6.6, PAN, PVA, PVC, PVP, nanoelyaf, epoksi, kompozit, vakum infüzyon

ABSTRACT

Ph.D. Thesis

DETERMINATION OF THE MECHANICAL PROPERTIES OF POLYMER MATRIX COMPOSITES REINFORCED WITH DIFFERENT NANOFIBERS PRODUCED BY ELECTROSPINNING METHOD

Emin USLU

Atatürk University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Mechanical Engineering
Department of Construction and Manufacturing

Supervisor: Prof. Dr. Mehmet GAVGALI
Co-supervisor: Asst. Prof. Dr. Mehmet Okan ERDAL

Nanotechnology is a technology that includes the production, characterization and applications of nanosized structures. Nanofibres, which have become the focus of attention in nanotechnological research, are materials with a fibrous appearance less than 1 micron in diameter and exhibiting unique properties. Although nanofibres have various production techniques, the electrospinning method has been widely preferred due to its high porosity and the ability to produce nanofibres with a high surface area/volume ratio, being simple and cost effective. Electrospinning is the process of forming nanofibers with a potential difference from polymer solution or melt. The nanofibres produced with this technique find application in many areas such as drug carriers, membranes, protective clothing, dressers and sensors. Promising studies on the use of nanofibres have also been carried out in composites obtained by combining two or more materials. In this study, an experimental research was made on the use of nanofibres as the primary reinforcing element in composite materials. In this regard, nanofibres were produced from nylon 6.6 (N6.6), polyvinyl alcohol (PVA), polyacrylonitrile (PAN), polyvinyl chloride (PVC) and polyvinylprolidone (PVP) polymers by the electrospinning technique. Fiber reinforced polymer matrix composites were fabricated by vacuum infusion technique using these produced nanofibres and epoxy resin. The mechanical properties of composites were determined by tensile tests. The morphological properties of nanofibres and the damaged surfaces of the composites formed as a result of tensile tests were investigated with SEM. Molecular and thermal analysis of the samples were carried out with FTIR, TGA and DSC techniques. In addition, statistical evaluation of composites was made by using mechanical properties. As a result of the study, it was observed that the best maximum tensile value was obtained in N6.6 nanofiber composite and its value was higher than by 9%, 37%, and 76% for PVA composite, PAN composite, and PVC composite, respectively.

2020, 99 pages

Keywords: Electrospinning, N6.6, PAN, PVA, PVC, PVP, nanofiber, epoxy, composite, vacuum infusion

TEŞEKKÜR

Hazırlamış olduğum tez çalışmasının her aşamasında pek çok kişinin desteği bulunmaktadır. Öncelikle her daim yanımda olan, bilgisi ve tecrübesiyle bana yol gösteren, cesaret veren ve motive eden, akademik yönünün yanında kişilik olarak da çok şey öğrendiğim tez danışmanlarım Prof. Dr. Mehmet GAVGALI ve Dr. Öğr. Üyesi Mehmet Okan ERDAL'a teşekkürlerimi sunarım.

Tez izleme komitesi üyelerim Prof. Dr. Yaşar TOTİK ve Prof. Dr. Ersin ARSLAN'a değerli tavsiyeleri ile sağladıkları katkılardan dolayı teşekkür ederim.

Tez çalışmam boyunca bilgi ve tecrübelerini benimle paylaşan değerli hocalarım Doç. Dr. Lokman GEMİ ve Dr. Öğr. Üyesi Şakir YAZMAN'a; çalışmalarım boyunca maddi ve manevi desteklerini esirgemeyen değerli mesai arkadaşlarım Doç. Dr. Enes DERTLİ, Doç. Dr. Özkan BAYRAM, Öğr. Gör. Dr. Hasan CAN, Öğr. Gör. Dr. Süleyman TEKMEK ve Öğr. Gör. Mustafa Onur YÜZER'e teşekkürü bir borç bilirim.

Bu tez çalışmasına 2014-01-14 ve 2017/02-69001-04 numaralı bilimsel araştırma projeleri ile destek sağlayan Bayburt Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi'ne teşekkür ederim. Ayrıca deney numunelerinin hazırlık aşamasında katkıda bulunan Eraktek İnovasyon firmasına teşekkür ederim.

Son olarak bugünlere gelmemde büyük emeği geçen anneme, babama; sevgisi, sabrı ve sonsuz anlayışıyla beni bir an olsun yalnız bırakmayan sevgili eşim Rabia USLU'ya, canımın parçası oğlum Hüseyin Eren'e sonsuz teşekkür ediyorum.

Emin USLU

Şubat, 2020

İÇİNDEKİLER

ÖZET.....	i
ABSTRACT	ii
TEŞEKKÜR.....	iii
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	viii
ÇİZELGELER DİZİNİ	x
1. GİRİŞ	1
1.1. Literatür Özeti	3
1.2. Tezin Amacı ve Kapsamı	14
2. KURAMSAL TEMELLER	16
2.1. Nanoteknoloji	16
2.2. Nanoelyaf	18
2.3. Elektro-eğirme Metodu	20
2.4. Kompozit Malzemeler	27
2.5. Vakum İnfüzyon Metodu	34
3. MATERYAL ve YÖNTEM	39
3.1. Materyal	39
3.2. Yöntem	40
3.2.1. Elektro-eğirme yöntemi ile nanoelyaf üretimi	41
3.2.2. Vakum infüzyon yöntemi ile kompozit üretimi	44
3.2.3. Moleküler ve termal analizler (FTIR, DSC, TGA).....	47
3.2.4. Mekanik testler.....	48
3.2.5. SEM analizleri	50
3.2.6. İstatistiksel analizler.....	50
4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA	52
4.1. Nanoelyafların SEM Analizi	54
4.2. Nanoelyaf ve Kompozit Numunelerin FTIR Analizi	59
4.3. Nanoelyaf ve Kompozit Numunelerin DSC Analizi.....	63
4.4. Nanoelyaf ve Kompozit Numunelerin TGA Analizi	65

4.5. Üretilen Kompozitlerin Mekanik Özelliklerinin Analizi	67
4.6. Kompozit Numunelerin Kırılma Yüzeylerinin SEM Analizi	73
4.7. Kompozit Numunelerin İstatistiksel Analizi.....	81
5. SONUÇ ve ÖNERİLER	86
KAYNAKLAR	90
ÖZGEÇMİŞ	100



SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

μl	Mikrolitre
μm	Mikrometre
$^{\circ}\text{C}$	Santigrat derece
d	Devir
dk	Dakika
E	Young's modülü
g	Gram
GPa	Gigapascal
h	Saat
kV	Kilovolt
kJ	Kilojoule
ml	Mililitre
MPa	Megapaskal
M_w	Molekül ağırlığı
NaCl	Sodyum klorür
p	Olasılık
T_{di}	Bozunma başlama sıcaklığı
T_{ds}	Bozunma bitiş sıcaklığı
T_{d5}	% 5 kütle kaybının olduğu sıcaklık
T_d	Maksimum bozunma sıcaklığı
T_g	Camsı geçiş sıcaklığı
T_m	Erime sıcaklığı
W	Weibull
w	Ağırlık
ε	Birim şekil değiştirme, uzama
σ	Gerilme
ρ	Yoğunluk
ΔH	Reaksiyon entalpisi

Kısaltmalar

ASTM	Amerikan Test ve Malzeme Kurumu (<i>American Society for Testing and Materials</i>)
DCM	Diklorometan
DMF	Dimetilformamid
DSC	Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (<i>Differential Scanning Calorimetry</i>)
FA	Formik asit
FTIR	Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (<i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i>)
N6	Naylon 6
N6.6	Naylon 6.6
PA6	Poliamid 6
PA6.6	Poliamid 6.6
PAN	Poliakrilonitril
PVA	Polivinil alkol
PVC	Polivinil klorür
PVP	Polivinilpirolidon
SDS	Sodyum dodesil sülfat
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu (<i>Scanning Electron Microscope</i>)
TGA	Termogravimetrik Analiz (<i>Thermogravimetric Analysis</i>)
THF	Tetrahidrofuran

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1. Bazı niceliklerin büyüklük skalası.....	16
Şekil 2.2. Lifli yapıdaki nesnelerin boyutlarının karşılaştırılması.....	18
Şekil 2.3. Elyaf çapının yüzey alanı ve çekme mukavemeti ilişkisi.....	19
Şekil 2.4. Elektro-eğirme düzeneğinin şematik görüntüsü	20
Şekil 2.5. Taylor konisi ve jet oluşumu	21
Şekil 2.6. Jetin izlediği yol ve kararsızlık halleri.....	22
Şekil 2.7. Elektro-eğirme ile üretilen PVA nanoelyafının SEM görüntüleri.....	23
Şekil 2.8. Vakum infüzyon yönteminin şematik görünümü	36
Şekil 3.1. Çalışma kapsamında yapılan işlemler ve sıralaması	41
Şekil 3.2. Nanoelyaf üretimi için kullanılan laboratuvar tipi elektro-eğirme cihazı	42
Şekil 3.3. Elektro-eğirme ile nanoelyaf üretiminin işlem sırası	43
Şekil 3.4. Vakum infüzyon deney düzeneği	44
Şekil 3.5. Kompozit numunelerin üretim aşamaları	46
Şekil 3.6. Moleküler ve termal analizlerde kullanılan FTIR, TGA ve DSC cihazları.....	48
Şekil 3.7. Çekme deneyi numunesi ölçüleri.....	48
Şekil 3.8. Çekme testi için hazırlanan kompozit numuneler	49
Şekil 3.9. Üniversal çekme-basma test cihazı.....	49
Şekil 3.10. Taramalı elektron mikroskobu ve kaplama cihazı.....	50
Şekil 4.1. PVP'den elde edilen nanoelyafların SEM görüntüleri ve çap dağılımı.....	53
Şekil 4.2. PVP nanoelyafların ıslatma sonrası kırık yüzeylerinin SEM görüntüleri	53
Şekil 4.3. N6.6'dan elde edilen nanoelyafların SEM görüntüleri ve çap dağılımı	55
Şekil 4.4. PAN'dan elde edilen nanoelyafların SEM görüntüleri ve çap dağılımı.....	56
Şekil 4.5. PVA'dan elde edilen nanoelyafların SEM görüntüleri ve çap dağılımı.....	57
Şekil 4.6. PVC'den elde edilen nanoelyafların SEM görüntüleri ve çap dağılımı	58
Şekil 4.7. a) N6.6, EN6.6, KN6.6, b) PAN, EPAN, KPAN, c) PVA, EPVA, KPVA d) PVC, EPVC, KPVC ve saf epoksinin FTIR spektrumları	61
Şekil 4.8. a) nanoelyafların, b) kompozitlerin ve saf epoksinin DSC grafikleri.....	64
Şekil 4.9. a) nanoelyafların, b) kompozitlerin ve saf epoksinin termogram eğrileri	66

Şekil 4.10. a) KN6.6, b) KPAN, c) KPVA ve d) KPVC için yapılan tekrarlı deneyler sonucu elde edilen gerilme – birim şekil değiştirme grafikleri	68
Şekil 4.11. KN6.6, KPAN, KPVA ve KPVC numunelerin çekme testi sonrası a) gerilme – birim şekil değiştirme grafiği, b) max. gerilme, c) % uzama, d) young’s modülü ve e) statik tokluk değerlerinin karşılaştırılması.....	71
Şekil 4.12. KN6.6’ya ait çekme testi sonrası kırık yüzeylerinin SEM görüntüleri	74
Şekil 4.13. KPAN’a ait çekme testi sonrası kırık yüzeylerinin SEM görüntüleri	76
Şekil 4.14. KPVA’ya ait çekme testi sonrası kırık yüzeylerinin SEM görüntüleri	78
Şekil 4.15. KPVC’ye ait çekme testi sonrası kırık yüzeylerinin SEM görüntüleri	80
Şekil 4.16. Kompozit numunelerin maksimum gerime değerlerinin a) veri değişkenleri ve b) Weibull dağılımı grafiği	83
Şekil 4.17. Kompozit numunelerin statik tokluk değerlerinin a) veri değişkenleri ve b) Weibull dağılımı grafiği.....	84

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 3.1. Nanoelyaf üretiminde kullanılan materyaller	39
Çizelge 3.2. Kompozit üretiminde kullanılan epoksinin özellikleri	40
Çizelge 3.3. Polimerlerin ve çözücülerin ağırlıkça karışım oranları	43
Çizelge 3.4. Nanoelyaf üretimdeki işlem parametreleri ve ortam şartları	44
Çizelge 4.1. Nanoelyaf ve kompozit numune kodları.....	54
Çizelge 4.2. Her bir vakum infüzyon işleminde kullanılan nanoelyafların ve elde edilen kompozitlerin kütleleri ile nanoelyaf/kompozit oranları	54
Çizelge 4.3. Üretilen nanoelyafların çaplarındaki değişimin karşılaştırılması	59
Çizelge 4.4. Nanoelyafların, kompozitlerin ve saf epoksinin T_g , T_m ve ΔH değerleri	63
Çizelge 4.5. Nanoelyafların, kompozitlerin ve saf epoksinin T_{di} , T_{ds} , T_{d5} , T_d değerleri ve 800°C'deki kömürleşme miktarı	65
Çizelge 4.6. KN6.6, KPAN, KPVA ve KPVC kompozitlerin mekanik özellikleri.....	72
Çizelge 4.7. KN6.6, KPAN, KPVA ve KPVC numunelerinin maksimum gerilme ve tokluk değerlerinin spesifik verileri.....	82

1. GİRİŞ

Günümüzde popüler çalışma alanlarından biri olan nanoteknoloji, nano ölçekte yapılan bilim, mühendislik ve teknolojidir. Nanoteknolojik çalışmalar sayesinde nano boyutlara inildikçe yüzey alanı/hacim oranı artmakta ve malzemelere eşsiz özellikler kazandırılmaktadır. Nanoteknoloji; fizik, kimya, biyoloji gibi fen bilimleri alanlarından imalat, havacılık, elektronik, savunma, sağlık, tekstil, gıda gibi endüstri alanlarına kadar oldukça geniş bir uygulama yelpazesine sahiptir.

Nanoteknolojik çalışmaların bir ürünü olan nanoelyaflar, konvansiyonel elyaflara kıyasla son derece yüksek yüzey alanı/hacim oranı, düşük yoğunluk, yüksek gözenek hacmi, küçük gözenek boyutu, üstün sertlik ve çekme dayanımı gibi benzersiz özelliklerinden dolayı çok çeşitli uygulamalarda kullanılmaktadır. Nanoelyaflar, çekme, şablon sentezi, faz ayrımı, kendinden montaj, elektro-eğirme gibi tekniklerle üretilmektedir.

Birçok nanoelyaf üretme tekniği olmasına rağmen elektro-eğirme yöntemi, yüksek gözeneklilik ve yüksek yüzey alanına sahip, uzun, sürekli ve ultra ince elyaf üretme imkânı sağlaması bakımından yaygın olarak tercih edilmektedir. Basit, benzersiz, çok yönlü ve uygun maliyetli olan elektro-eğirme tekniği ile mikron altı (3 nm ile 1 mikron aralığında) boyutlarda nanoelyaflar üretilmektedir. Bu yöntemin geliştirilmesi ve çeşitli uygulamalara uygun hale getirilmesi için mühendislik alanında kayda değer ilerlemeler kaydedilmiştir. Elektro-eğirme, yüklü bir polimer çözeltisinden veya eriyiğinden nanoelyaflar üretmek için yüksek bir elektrik alanının uygulanmasını içermektedir.

Bu teknikle üretilen nanoelyafların morfolojisi; konsantrasyon, viskozite, moleküler ağırlık, uygulanan voltaj ve nem gibi çeşitli parametrelerden önemli ölçüde etkilenmektedir. Bu parametreleri kontrol ederek, elektro-eğirme yöntemiyle nano boyutta elyaflar kolayca imal edilmektedir. Elektro-eğirme yöntemi ile elde edilen nanoelyafların; kompozit, filtrasyon, kozmetik, sağlık, enerji, tarım ve gıda dâhil olmak üzere hemen hemen her alanda uygulama imkânı bulunmaktadır.

İmalat endüstrisindeki hızlı büyüme nedeniyle, daha dayanıklı, sağlam, yoğun, sürdürülebilir ve düşük maliyetli malzemelere ihtiyaç duyulmaktadır. Bu özelliklere sahip kompozitler, uçak ve uzay araçlarından, otomotiv ve denizcilik uygulamalarına kadar birçok alanda geleneksel malzemelerin yerine kullanılmakta ve bu malzemelere olan ilgi giderek artmaktadır. Kompozit, fiziksel ve kimyasal özellikleri farklı, iki ya da daha fazla malzemenin, bileşenlerinden daha iyi özellik gösterecek şekilde bir araya getirilmesiyle oluşan yeni malzeme olarak tanımlanmaktadır. Bu malzemeler, hafiflik, yüksek sertlik ve mukavemet, karmaşık formlara kolay kalıplanabilme, kolay yapıştırılabilme, düşük elektrik iletkenliği ve ısı genleşme, yüksek yorulma direnci gibi özelliklerinden dolayı birçok uygulama için çekici olmaktadır. Kompozitler matris malzemesine göre polimer, metalik ve seramik olmak üzere üç gruba ayrılmaktadır.

Polimer matrisli kompozitler, geniş bir uygulama yelpazesi ile temel bir kompozit malzeme kategorisi haline gelmiştir. Bu malzemelerin düşük ağırlık, yüksek mukavemet, yüksek sertlik, kolay işlenebilme ve düşük üretim maliyetleri gibi özellikleri bulunmaktadır. Bu özellikler havacılık, otomotiv, uzay, gemi, inşaat ve spor malzemeleri gibi sektörlerde polimer kompozitleri çekici hale getirmektedir. Polimer matrisli kompozitler; matris bileşeni termoset (epoksi, polyester, vinilester vb.) ve termoplastik (polietilen, polivinil klorür, polipropilen vb.) polimerlerden, takviye bileşeni ise elyaf, parçacık ve kılcal kristal gibi malzemelerden oluşmaktadır. Nihai ürün gereksinimlerine göre polimer kompozitlerin elle yatırma, filament sarım, basınçlı kalıplama, pültrüzyon ve vakum infüzyon gibi çeşitli üretim yöntemleri bulunmaktadır. Bunların arasında vakum infüzyon tekniği bu malzemelerin üretiminde popüler hale gelmiştir.

Vakum infüzyon yöntemi, 20. yüzyıldan bu yana çeşitli şekillerdeki polimer kompozitlerin üretilmesine imkân veren kompozit üretme tekniğidir. Nispeten düşük takım maliyeti ve yüksek kalitede parçalar üretme kabiliyeti nedeniyle, vakum infüzyon tekniği, üreticiler tarafından özellikle de tekne gövdeleri ve rüzgâr türbini kanatları gibi büyük ve karmaşık parçaların imalatında kullanılmaktadır. Bir kapalı kalıplama tekniği olan bu yöntemde reçine kuru elyaflara vakum altında emdirilmektedir. Bu sayede daha az reçine kullanılmakta ve yüksek elyaf/matris hacim oranı elde edilmektedir.

1.1. Literatür Özeti

Bu bölümde elektro-eğirme yöntemi ile nanoelyaf üretimi ve bu nanoelyafların polimer matrisli kompozitlerdeki kullanımı ile ilgili yapılan çalışmalar incelenmiş ve aşağıda sunulmuştur. Elektro-eğirme ile naylon 6.6 (N6.6), poliakrilonitril (PAN), polivinil alkol (PVA), polivinil klorür (PVC) ve polivinilpirolidon (PVP) polimerleri kullanılarak nanoelyaf üretilmesi ile ilgili yapılan çalışmalar:

Lee *et al.* (2002), tetrahidrofuran (THF) ve dimetilformamid (DMF) ile oluşturulan farklı çözücü karışımı oranlarında PVC polimerinden çözeltiler hazırladılar. Bu çözeltiler ile farklı işlem parametrelerinde (konsantrasyon, voltaj ve iğne ucu ile toplayıcı arası mesafe) elektro-eğirme deneyleri yaptılar ve elde ettikleri nanoelyafların morfolojik ve mekanik özelliklerini irdelediler. Hacimce 50:50 THF:DMF çözücü karışımı oranında ve % 15 konsantrasyon değerinde daha düzgün elyafların oluştuğunu gözlemlediler. Elektro-eğirme PVC nanoelyafların morfolojisinin, voltaj, konsantrasyon ve mesafe gibi diğer parametrelere göre çözücü bileşiminden kuvvetli bir şekilde etkilendiğini rapor ettiler.

Yang *et al.* (2004), elektro-eğirme tekniği ile farklı çözücüler kullanarak PVP polimerinden nanoelyaflar ürettir. PVP'yi çözmek için diklorometan (DCM), DMF ve etanol kimyasallarını kullandılar. PVP/DCM ve PVP/DMF polimer çözeltilerinden elde ettikleri elyafların boncuklu yapıda olduğunu gözlemlediler. Daha düzgün ve pürüzsüz elyafların PVP/etanol çözeltisinden elde edildiğini tespit ettiler.

Wang and Kumar (2006) çalışmalarında, elektro-eğirme yöntemiyle PAN/DMF polimer çözeltisinden nanoelyaflar ve bunların morfolojik özelliklerini incelediler. Çözelti konsantrasyonu, voltaj, besleme debisi ve çalışma mesafesi (iğne ucu ile toplayıcı arasındaki mesafe) parametrelerini kullanarak etkili bir çap kontrolünü sağlayan bir optimizasyon çalışması yaptılar. Çok düşük konsantrasyon değerlerinde mikroskobik taneciklerin oluştuğunu, yüksek konsantrasyon değerlerinde ise elyaf çapının arttığını tespit ettiler. Voltaj ve besleme hızındaki artış ile elyaf çapının arttığını buldular.

Behler *et al.* (2007), çeşitli poliamidlerin formik asit (FA) ve DCM karışımı ile çözünürlüğü ve bunlardan oluşturulan polimer çözeltilerinden elektro-eğirme ile nanoelyafların üretimi hakkında bir dizi deney yaptılar. Çalışmalarında naylon 6, 6/6, 6/9, 6/10, 6/12, 11, 12 ve 6(3)T poliamidlerini kullandılar. Besleme hızı, voltaj ve mesafe gibi işlem parametrelerinin farklı değerlerinde deneyler gerçekleştirdiler. FA ve DCM çözücülerini hacimce 1/3, 1/1 ve 3/1 olmak üzere üç farklı kombinasyonda hazırladılar. Yaptıkları incelemeler sonucunda, düşük kaynama noktalı ve ucuz bir çözücü olan FA ve DCM çözeltisinin, test edilen tüm poliamid polimerlerini çözebildiğini, nanoelyafların çaplarının ve morfolojilerinin bu çözücü karışımı ile kontrol edildiğini tespit ettiler.

Carrizales *et al.* (2008) nanoelyafların mekanik özelliklerini değerlendirmek amacıyla yaptıkları bir çalışmada, polimetil metakrilat, polivinil klorür, naylon 6 (N6) ve naylon 6.6 polimerlerini kullanarak elektro-eğirme ile nanoelyaflar ürettir. Elde ettikleri nanoelyafları çekme testine tabi tutarak young's modülü, maksimum gerilme, kopma uzaması ve tokluk değerlerini buldular. Bu nanoelyafların mekanik özelliklerini karşılaştırdıklarında young's modülü ve gerilme değerlerinin N6'da en yüksek değere sahip olduğunu, kopma uzaması ve tokluk değerlerinin ise N6.6'da en yüksek değere sahip olduğunu tespit ettiler.

Supaphol and Chuangchote (2008), elektro-eğirme ile PVA sulu çözeltisinden nanoelyaf üretiminde konsantrasyon, voltaj ve çalışma mesafesi gibi değişkenlerin elyafların morfolojik görünimleri ve çapları üzerindeki etkisini araştırdılar. Tüm konsantrasyon ve voltaj değerleri için, PVA nanoelyafların çaplarının 85 ila 647 nm aralığında olduğunu buldular. En düşük konsantrasyonda boncuklu elyafların oluştuğunu, konsantrasyonun artırılmasıyla birlikte yumuşak elyafların elde edildiğini gözlemlediler. Ayrıca konsantrasyon değerinin artırılmasıyla young's modülünün de nispeten arttığını tespit ettiler.

Guerrini *et al.* (2009), farklı molekül ağırlığına sahip poliamid 6.6 (PA6.6) polimerleri ve formik asit kullanarak elektro-eğirme ile nanoelyaflar elde ettiler. Ayrıca polimer çözeltilerinin iletkenliğini artırmak amacıyla iyonik tuz (NaCl) ilave ederek bunun elyaf

çapı üzerindeki etkisini araştırdılar. Molekül ağırlığının azalmasıyla elyaf çapının da azaldığını, iyonik tuz ilave edilmesiyle iletkenliğin ve elyaf çapının arttığını tespit ettiler.

Ding *et al.* (2010), elektro-eğirme sürecindeki değişkenler (konsantrasyon, voltaj, besleme hızı ve çalışma mesafesi) ile çözeltiye eklenen sodyum klorür (NaCl) gibi iyonik tuzların, PVA nanoelyafların morfolojisi üzerindeki etkisini değerlendirmek için bir takım deneyler gerçekleştirdiler. Bu parametrelerin elyaf morfolojisini önemli ölçüde etkilediğini belirttiler. Ayrıca polimer çözeltisine uygun miktarda iyonik tuzların ilave edilmesiyle boncuksuz, tek biçimli düşük çap değerlerine sahip PVA nanoelyafların elde edilebileceğini rapor ettiler.

Wei *et al.* (2010), FA ve DCM kimyasallarından oluşan farklı hacim oranlarında karma çözücüler ile poliamid 6 (PA6) polimer çözeltileri hazırladılar. Bu çözeltileri kullanarak elektro-eğirme ile nanoelyaflar ürettirler. Polimer çözeltilerindeki DCM oranının iletkenlik, yüzey gerilimi ve viskozite değerlerini önemli ölçüde etkilediğini ve bundan dolayı nanoelyafların morfolojik özelliklerinin değiştiğini tespit ettiler.

Yuya *et al.* (2010), 1300000 g/mol molekül ağırlığına sahip PVP ile metanol, etanol, su ve DMF gibi farklı çözücüler kullanarak nanoelyaflar ürettirler ve bunların morfolojik özelliklerini incelediler. En iyi morfolojik yapıya sahip nanoelyafların etanol ile ağırlıkça % 10 konsantrasyonda oluşturulan polimer çözeltisinden elde edildiğini tespit ettiler. Ayrıca bağıl nem parametresini incelediklerinde; % 30-40'ta düzgün pürüzsüz elyafların oluştuğunu, % 50'de boncuklu yapıların meydana geldiğini ve % 70'te ise elyaf yerine film benzeri bir yapı oluştuğunu gözlemlediler.

Faridi-Majidi *et al.* (2012), yapay sinir ağlarını kullanarak elektro-eğirme ile N6.6 nanoelyafların üretilmesinde elyaf çaplarını etkileyen öncelikli faktörleri bulmayı amaçlayan bir çalışma yaptılar. Bunun için çözelti konsantrasyonu, uygulanan voltaj, besleme hızı ve çalışma mesafesi dâhil olmak üzere dört ana parametreyi değerlendirdiler. Yapılan incelemeler sonucunda, yapay sinir ağlarının elektro-eğirme tekniğinde nanoelyaf çapını etkileyen birincil faktörlerin belirlenmesindeki yeteneğini gösterdiler ve

nanoelyaf çapını etkileyen en önemli parametrelerin çözelti konsantrasyonu ve besleme hızı olduğunu belirttiler.

Es-Saheb *et al.* (2012), elektro-eğirme yönteminin yeni bir kaplama işlemi olarak uygulanmasını araştırdılar. Buradan hareketle PVC nanoelyafları, alüminyum, çelik ve pirinç üzerinde başarıyla biriktirdiler. Yaptıkları bu kaplamaların korozyon özelliklerini belirlemek amacıyla bazı testler yaptılar ve olumlu sonuçlar elde ettiler.

Kirecci *et al.* (2012), elektro-eğirme yöntemi ile boncuksuz ve homojen nanoelyaf üretiminde, temel parametrelerin optimum değerlerini belirlemek amacıyla bir dizi deneysel çalışma gerçekleştirdiler. Bu amaçla PAN polimerini ve DMF çözücüsünü kullanarak ağırlıkça % 6 ila % 16 aralığında konsantrasyona sahip polimer çözeltileri hazırladılar. Yatay bir elektro-eğirme sisteminde, 0,5 ml/h besleme hızında, 20°C sıcaklıkta ve % 50 bağıl nem oranında deneylerini gerçekleştirdiler. Çözelti konsantrasyonunun nanoelyaf çapını etkileyen en baskın parametre olduğunu gözlemlediler. Düşük konsantrasyonda boncuklu ve daha ince nanoelyafların oluştuğunu, artan konsantrasyon değerlerinde ise elyaf çaplarının arttığını tespit ettiler. Uygulanan voltajın belli bir değere kadar artırılmasıyla elyaf çapının azaldığını daha sonra arttığını gözlemlediler. İğne ucu ile toplayıcı arasındaki mesafenin değiştirilmesiyle de benzer sonuçlar elde ettiler. 35 kV voltajda, 15 cm çalışma mesafesinde ve ağırlıkça % 10 çözelti konsantrasyonunda en ideal nanoelyafların elde edildiğini rapor ettiler.

Araujo *et al.* (2013), iyonik olmayan yüzey aktif madde olarak bilinen Triton X-100'ün nanoelyafların morfolojik yapısını nasıl etkilediği ile alakalı bir dizi deneysel çalışma yaptılar. Molekül ağırlığı 85000 - 124000 g/mol olan PVA ve su kullanarak ağırlıkça % 8'lik polimer çözeltisi hazırladılar. Bu çözeltiliye farklı oranlarda Triton X-100 eklediler. Bu maddenin yüzey gerilimini düşürdüğünü, daha az boncuklu ve daha homojen bir elyaf yapısının oluştuğunu tespit ettiler.

Phatcharasit *et al.* (2013), voltaj, çalışma mesafesi ve çözelti konsantrasyonu dâhil olmak üzere elektro-eğirme parametrelerinin, polivinil klorür (PVC) nanoelyafların morfolojik

ve fiziksel özellikleri üzerindeki etkilerini araştırdılar. Ağırlıkça % 10 ve % 15 konsantrasyona sahip PVC/THF:DMF (w:w, 50:50) polimer çözeltilerini kullanarak deneylerini gerçekleştirdiler. 12 kV voltajda, 15 cm mesafede ve % 15 konsantrasyonda daha iyi elyafların oluştuğunu gösterdiler.

Abbasi *et al.* (2014), naylon 6.6 (N6.6) çözeltilerinin reolojik özellikleri ile elektro-eğirme yöntemini kullanarak elde ettikleri nanoelyafların morfolojileri arasındaki ilişkiyi incelediler. Bunun için ilk önce ağırlıkça % 5 ile % 25 arasında değişen farklı konsantrasyonlardaki N6.6/FA polimer çözeltilerinin viskozitelerini ölçtüler ve sonra bu çözeltilerden elektro-eğirme ile sabit işlem parametrelerinde (voltaj: 20 kV, besleme hızı: 0,4 ml/h, mesafe: 10 cm, toplayıcı devri: 200 d/dk) nanoelyaflar ürettir. Konsantrasyonun; ağırlıkça % 10'dan daha az olduğu çözeltilerde, kararlı bir jetin oluşmadığını ve çoğunlukla elektrospreyleme gerçekleştiğini, ağırlıkça % 10 ile % 15 arasında olan çözeltilerde, bazı düzensizliklerin ve boncuklu çok ince nanoelyafların oluştuğunu, ağırlıkça % 15 ile % 25 arasında olan çözeltilerde ise boncuksuz tek tip nanoelyafların elde edildiğini rapor ettiler. Ayrıca ortalama elyaf çapının çözelti konsantrasyonundaki artışla birlikte arttığını belirttiler.

Alghoraibi (2014) çalışmasında, 262,35 g/mol molekül ağırlığına sahip PA6.6 polimeri ve formik asit ile farklı konsantrasyonlarda elde ettiği polimer çözeltilerinden nanoelyaflar üretti ve konsantrasyon değerinin elyaf morfolojisi üzerindeki etkisini araştırdı. Deneylerinde elektro-eğirme ile başarılı bir şekilde düzgün ve ultra ince PA6.6 nanoelyafların üretilbildiğini ve en küçük ortalama elyaf çapının ($d=125$ nm) ağırlıkça % 7'lik çözelti konsantrasyonundan elde edildiğini tespit etti. Ayrıca konsantrasyon değerinin azaltılmasıyla ortalama elyaf çapının azaldığını, çap dağılımının ise arttığını rapor etti.

Matulevicius *et al.* (2014), elektro-eğirme yöntemiyle mikron altı poliamid elyaflar ürettir ve bu elyafların hava filtrasyonu uygulamasındaki özelliklerini araştırdılar. Çalışmalarında PA6 ve PA6.6 polimerleri ile formik asit, asetik asit ve diklorometan çözücülerini kullandılar. Çözelti konsantrasyonu, çözücülerin karışım oranı, uygulanan

voltaj ve çalışma mesafesi gibi proses parametrelerinin nanoelyaf morfolojisi üzerindeki etkisini deneysel olarak belirlemeye çalıştılar. Ürettikleri nanoelyafların morfolojik yapısını taramalı elektron mikroskobu (SEM) yardımıyla görüntülediler. PA6 ve PA6.6 çözeltilerinin konsantrasyonunun ve çözücü bileşiminin, nanoelyafların çapını ve morfolojisini etkileyen iki ana faktör olduğunu belirttiler.

Vongsetskul *et al.* (2015), elektro-eğirme yöntemini kullanarak çözelti ve işleme parametrelerinin PVP ultra ince elyaflar üzerindeki etkisini araştırdılar. Çalışmalarında molekül ağırlığı 1300000 g/mol olan PVP ile etanol ve deiyonize su kullandılar. Uygulanan voltaj değerinin artırılmasıyla ortalama elyaf çapının düştüğünü, karışık çözücü içindeki artan etanol miktarı ile ortalama elyaf çapının doğru orantılı olarak arttığını rapor ettiler.

Khan *et al.* (2015), elektro-eğirme yöntemindeki işlem parametrelerinin nanoelyafların morfolojik özellikleri, yüzey özellikleri ve mekanik özellikleri üzerindeki etkisini araştırdılar. Bunun için molekül ağırlığı 150000 g/mol olan PAN polimeri ve DMF çözücüsünden ağırlıkça % 6 ila % 12 arasında konsantrasyona sahip çözeltiler hazırladılar. Konsantrasyon ve besleme hızının artırılmasıyla ortalama elyaf çapının arttığını buldular. Voltajın ise belli bir eşik değere kadar artırılmasıyla elyaf çapının azaldığını, daha fazla artırılmasıyla elyaf çapının arttığını gözlemlediler. Ayrıca çözelti konsantrasyonu ile elyafların mukavemetinin doğru orantılı olarak arttığını tespit ettiler.

Tarus *et al.* (2016), elektro-eğirme yöntemini kullanarak PVC ($M_w=80000$ g/mol) polimeri ve ağırlıkça 1:1 oranındaki THF:DMF çözücü karışımı ile farklı konsantrasyon değerlerinde oluşturulan çözeltilerden nanoelyaflar ürettirler. Elde ettikleri elyafların morfolojisini ve mekanik özelliklerini tespit ettiler. % 12 konsantrasyonda boncuklu nanoelyafların, % 14 konsantrasyonda ise pürüzsüz nanoelyafların oluştuğunu gözlemlediler. Yüksek çözelti konsantrasyonlarında elde edilen pürüzsüz ve düzgün elyafların, düşük konsantrasyonlarda elde edilen boncuklu elyaflara kıyasla daha iyi mekanik özelliklere sahip olduğunu rapor ettiler.

Zhao *et al.* (2016), elektro-eğirme yöntemini kullanarak yüksek hizalı nanoelyafların üretilmesi ile ilgili bir çalışma gerçekleştirdiler. Bunun için toplayıcı olarak paralel elektrot kullandılar ve iğne ucu ile bu elektrotlar arasına pozitif yüklü bir halka yerleştirerek sistemi modifiye ettiler. Bu yeni sistem ile PAN ($M_w=150000$ g/mol) polimerini kullanarak hazırladıkları ağırlıkça % 10'luk polimer çözeltisinden nanoelyaf ürettirler. Bu kompozisyonda nanoelyaf çapının azaldığını ve daha iyi hizalanmış elyaflar oluştuğunu tespit ettiler.

Ekrem (2017) çalışmasında, elektro-eğirme ile PVA polimerini kullanarak nano boyutta elyaflar üretti. Polimer çözeltisini 124000 g/mol molekül ağırlığına sahip PVA ve saf su ile ağırlıkça % 10 olacak şekilde hazırladı. Ayrıca yüzey gerilimini azaltmak için çözeltiye anyonik bir yüzey aktif madde olan sodyum dodesil sülfat (SDS) ekledi. Sadece PVA ile ürettiği nanoelyafların çaplarını 222 ila 403 nm arasında değiştiğini tespit etti.

Nanoelyafların takviye elemanı olarak kullanılmasıyla elde edilen polimer matrisli kompozitler ile ilgili yapılan çalışmalar:

Kelkar *et al.* (2010), cam elyaf takviyeli polimer matrisli kompozitlerde ikincil takviye elemanı olarak nanoelyaf kullanılmasının kırılma tokluğu üzerindeki etkisini araştırmak amacıyla performans değerlendirmesine dayalı bir tür imalat gerçekleştirdiler. Cam elyaf, kat arayüzlerine yerleştirilen nanoelyaf ve düşük viskoziteli epoksi reçine kombinasyonunu vakum infüzyon tekniği ile ürettirler. İki fazlı kompozit ile karşılaştırıldığında kırılma tokluğunda hafif bir düşüş olduğunu tespit ettiler ve bunun yanlış ıslanmadan kaynaklanabileceğini ifade ettiler.

Neppalli *et al.* (2010), polikaprolakton (PCL) matris fazını elektro-eğirme ile elde ettikleri N6 nanoelyaflarla güçlendirdiler. Bu işlemi sıcak pres ile ısı ve basınç uygulayarak gerçekleştirdiler. Çok düşük nanoelyaf takviyesi (% 3) ile elde ettikleri kompozitlerin sertliğinin, mukavemetinin ve aynı zamanda sünekliliğinin de arttığını rapor ettiler. N6 nanoelyafları ile PCL matrisi arasında iyi bir arayüzey yapışması olduğunu rapor ettiler.

Gliścińska *et al.* (2012), nanoelyaf takviyeli kompozitlerin mekanik özelliklerinin belirlenmesi üzerine bir araştırma yaptılar. Çalışmalarında matris olarak dokunmamış polipropilen ile takviye olarak PA6.6 nanoelyaf seçtiler ve bunları sıcak preste farklı varyasyonlarda birleştirerek kompozitler ürettirler. Bu kompozitlerin mekanik özelliklerini çekme testleri ile belirlediler. En yüksek mekanik özellikleri üç polipropilen matris katmanı ve iki nanoelyaf katmanından oluşan kompozit malzemelerde gözlemlediler.

Chen *et al.* (2013), karbon nanoelyafların yeni kompozitlerin mekanik özellikleri üzerindeki güçlendirici ve/veya sertleştirici etkilerini değerlendirmek için üç nokta eğme testi ve kısa kirişli kayma testi yaptılar. Kompozitlerin imal edilmesinde vakum infüzyon tekniğini kullandılar. Ayrıca nanoelyafların dağılımını ve kompozitlerin kırılma yüzeylerinin morfolojilerini SEM ile karakterize ettiler. Sonuç olarak elektro-eğirme karbon nanoelyaf - karbon fiber/epoksi kompozitlerin mekanik özelliklerinin, geleneksel karbon fiber/epoksi kompozitlerden oldukça yüksek olduğunu tespit ettiler.

De Schoenmaker *et al.* (2013), elektro-eğirme PA6 nanoelyaf yapıların bir cam elyaf/epoksi kompozitin mekanik özellikleri üzerindeki etkisini araştırdılar. Kompozit plakaları, epoksi reçine ve vakum destekli reçine transfer kalıplama yöntemi ile kapalı bir çelik kullanarak ürettirler. Kürleştirme işlemini, numuneleri ilk önce 24 saat oda sıcaklığında daha sonra ise 15 saat 80°C’de tutarak tamamladılar. Nanoelyaf içermeyen referans kompozitler, cam elyafların arasına nanoelyaf yerleştirilerek yapılan kompozitler ve nanoelyafların doğrudan cam elyaflara biriktirilerek takviyelendirilen kompozitler olarak üç farklı şekilde üretim gerçekleştirdiler. Her iki nanoelyaf takviyeli kompozit üretiminde de epoksi emdirilmesinde olumsuz bir etkinin olmadığını gözlemlediler. Yaptıkları bu çalışmada, poliamid 6 nanoelyafların eklenmesinin bir cam elyaf/epoksi kompozitin bazı mekanik özelliklerini geliştirdiği sonucuna vardılar.

Li *et al.* (2013), elektro-eğirme yöntemiyle naylon 6 (PA6)/grafen (Gr) ve polimetil metakrilat (PMMA) nanoelyaflarını aynı toplayıcı üzerinde biriktirerek hibrit elyaf oluşturdular ve sonrasında bunları sıcak pres yöntemiyle bir araya getirerek şeffaf

nanokompozitler oluřturdular. Yaptıkları çekme testleri sonucunda kompozitlerin mekanik özelliklerinde önemli bir artış olduğunu gözlemlediler.

Molnár *et al.* (2013) çalışmalarında, elektro-eğirme ile doğrudan karbon kumaş üzerine PAN nanoelyafları biriktirdiler ve sonrasında bunlardan vakum torbalama yöntemiyle kompozit ürettir. Nanoelyaf katkısının geleneksel karbon kumařlardan yapılan kompozitlere göre farkını belirleyebilmek için bir dizi mekanik testler uyguladılar. Yaptıkları bütün testlerde bu farkın pozitif yönde olduğunu belirttiler.

Ren (2013) çalışmasında, rastgele ve hizalı dizilmiş nanoelyaf takviyeli kompozitler üretti ve bunların mekanik özelliklerini inceledi. Nanoelyafları elektro-eğirme cihazı ile PAN ($M_w=150000$ g/mol) polimerinden, kompozitleri ise nanoelyaf ve epoksi ile sıcak pres cihazında üretti. 0° ve rastgele yönlü nanoelyaf takviyeli kompozitlerin mekanik özelliklerinin, 90° yönlü nanoelyaf takviyeli kompozitlerin mekanik özelliklerden daha iyi olduğunu tespit etti.

Dong *et al.* (2014) yaptıkları bir çalışmada, özel bir kalıp kullanarak epoksi reçineyi ağırlıkça % 3, % 5 ve % 10 oranlarında polilaktik asit (PLA) nanoelyaflar ile güçlendirdiler. Elde ettikleri polimer matrisli kompozitlerin, diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC) ile termal analizini, SEM ile morfolojik analizini ve üç nokta eğme ile eğilme testlerini gerçekleřtirdiler. En etkili PLA nanoelyaf takviyesinin ağırlıkça % 5'lik oranda olduğunu ve bu oranda en yüksek mukavemet değerlerinin elde edildiğini rapor ettiler.

Subagia *et al.* (2014), nanoelyaf ile takviye edilmiş kompozitler üzerine deneysel bir çalışma gerçekleřtirdiler. Bunun için ilk önce bazalt fiberler üzerine elektro-eğirme yöntemiyle ağırlıkça % 1, % 3 ve % 5 karbon nanotüpler içeren poliüretan nanoelyaflar biriktirdiler. Elde ettikleri bu katmanları bir epoksi reçine ile vakum infüzyon yöntemini kullanarak kompozit malzeme haline getirdiler. Üretilen kompozitleri çekme ve eğme testine tabi tuttular. Karbon nanotüp içeriğinin artırılmasıyla kompozitlerin mekanik performanslarının arttığını tespit ettiler.

Erdal vd (2015), PAN polimeri ile elektro-eğirme yöntemini kullanarak ürettikleri nanoelyaflarla polimer matrisli kompozitler elde ettiler ve bunların mekanik özelliklerini araştırdılar. Çekme numunesi kalıplarında ürettikleri bu kompozitlerin, saf epoksiye göre kopma mukavemetinin arttığını, uzama değerinin ise azaldığını tespit ettiler.

Saghafi *et al.* (2015) yaptıkları bir çalışmada, nanoelyafların takviye edilmesiyle oluşturdıkları yeni kompozitlerin mekanik özelliklerini araştırdılar. Çalışmalarında tek yönlü cam/epoksi prepreg ve naylon 6.6 nanoelyaflarını kullandılar. Nanoelyaf katkılı olanların katkısız olanlara göre daha iyi mekanik özellikler sergilediğini tespit ettiler. Ayrıca SEM ile yaptıkları incelemeler sonucunda epoksi kırıldıktan sonra bile nanoelyafların katmanları köprüleyebildiğini gözlemlediler.

Danni and Sasikumar (2016) yaptıkları bir çalışmada, ilk önce elektro-eğirme tekniğini kullanarak PVA ($M_w=85000 - 124000$ g/mol) ile üç farklı konsantrasyonda karbon nanoelyaflar elde ettiler. Daha sonra elle yatırma yöntemini kullanarak düşük viskoziteli epoksi reçine ile sekiz kat (her biri 0,09 mm kalınlığında) karbon nanoelyaf takviyeli polimer kompozit (2 mm kalınlığında) ürettirler. Elde ettikleri bu kompozitleri üç nokta eğme testine tabi tuttular ve karbon konsantrasyonunun artmasıyla eğme mukavemetinin arttığını tespit ettiler.

Beylergil *et al.* (2016), tek yönlü karbon fiber/epoksi kompozitleri, katmanlar arasına nanoelyaf ekleyerek modifiye ettiler. Elektro-eğirme tekniğini kullanarak PVA nanoelyafları doğrudan karbon fiber kumaşların üzerinde topladılar. Vakum infüzyon yöntemiyle kompozitlerin üretimini gerçekleştirdiler. Yaptıkları deneysel çalışmalar sonucunda çekme dayanımının % 12, basma dayanımının % 35, eğilme katsayısının % 21, eğilme dayanımının % 16 ve darbe dayanımının % 11 arttığını gözlemlediler.

Liao *et al.* (2016), farklı oranlarda çok cidarlı karbon nanotüp (MWNTs) ve PA6 kullanarak elektro-eğirme ile nanoelyaflar elde ettiler ve bu elyafları epoksi matrisine dâhil ettiler. Elde ettikleri bu kompozitlerin ve saf epoksinin morfolojilerini, termal kararlılıklarını, mekanik özelliklerini, ısı iletkenliklerini ve elektriksel dirençlerini

incelediler. Üniform dağılım ve iyi bir arayüzey yapışması nedeniyle PA6/MWNTs elyaflarını içeren epoksi kompozitlerin daha yüksek termal stabiliteye, depolama modülüne, cam geçiş sıcaklığına, çekme dayanımına, elastisite modülüne ve kopma uzamasına sahip olduğunu tespit ettiler.

Yapici *et al.* (2016), elektro-eğirme yöntemini kullanarak ağırlıkça % 10'luk N6.6 polimer çözeltisinden elde ettikleri nanoelyaflarla takviyelendirilmiş polimer matrisli kompozitlerin mekanik özelliklerini incelediler. Kompozit üretimini, 5, 10 ve 15 katmanlı olmak üzere 3 farklı şekilde ve özel kalıplar kullanarak gerçekleştirdiler. Katman sayısının artırılmasıyla maksimum çekme gerilmesi değerlerinin azaldığını, kopma uzaması değerlerinin ise arttığını rapor ettiler.

Beylergil *et al.* (2017), PA6.6 nanoelyaf katkılı ve katkısız karbon fiber/epoksi kompozitleri vakum infüzyon tekniği kullanarak ürettirler ve bunların mekanik özelliklerini belirlemek için bir dizi mekanik ve termal testler yaptılar. PA6.6 nanoelyaflar elektro-eğirme ile karbon kumaşlar üzerinde biriktirilmesiyle elde ettiler. Nanoelyafların kompozitlere katkısının kırılma tokluğu, eğilme katsayısı ve basınç dayanımına olumlu yönde etki ettiğini, bununla birlikte gerilme mukavemetini düşürdüğünü tespit ettiler.

Brugo *et al.* (2017), karbon/epoksi prepreg ve 40 mikron kalınlığında N6.6 nanoelyaf tabakası ile kompozit ürettirler ve bunların delaminasyon büyümesi başlangıcını ve çatlak ilerleme hızını belirlemek için statik ve dinamik çift konsol testleri yaptılar. Nano modifiye edilmiş numunelerin her iki testte de benzer koşullarda modifiye edilmeyen numunelere kıyasla önemli ölçüde daha yavaş bir çatlak yayılma hızı ve gelişmiş bir delaminasyon direnci sunduğunu gösterdiler.

Erdal *et al.* (2018), özel kalıplar kullanarak nanoelyaf takviyeli kompozit ürettirler ve bunların termal ve mekanik özelliklerini incelediler. Nanoelyafları PAN polimerinden elektro-eğirme ile elde ettiler. Yaptıkları testler sonucunda saf epoksiye göre nanoelyaf takviyesinin çekme mukavemetini arttırdığını, uzama değerini ise azalttığını tespit ettiler.

Monteserín *et al.* (2019), titanyum dioksit (TiO_2) nano partikül ile modifiye edilmiş PA6 nanoelyafların karbon fiber/epoksi kompozitlerin mekanik özellikleri üzerindeki etkisini araştırdılar. Üç farklı konfigürasyonda vakum infüzyon tekniği ile kompozit numuneler ürettiriler ve bunların mekanik performanslarını incelemek için bir dizi test uyguladılar. Nanoelyaf katkısız karbon fiber/epoksi kompozitler ile yaptıkları karşılaştırmada, modifiye edilmemiş ve TiO_2 ile modifiye edilmiş PA6 nanoelyaf katkısının karbon fiber/epoksi kompozitlerin mekanik özelliklerini arttırdığını tespit ettiler.

Uyaner ve Adem (2019), vakum infüzyon yöntemi ile nanoelyaf ve cam elyaf kumaş takviyeli kompozit malzeme ürettiriler. Nanoelyaf üretiminde PVA ve PVP polimerlerini kullandılar. Yapılan analizler sonucunda bazı nanoelyafların reçine ile birlikte eridiğini, vakum infüzyon sırasında elyaflar üzerinde tam bir ıslanma olmadığını ve buna bağlı olarak çekme gerilmesinde düşüş olduğunu tespit ettiler.

Yıldırım (2019) çalışmasında, elektro-eğirme ile farklı oranlarda çok cidarlı karbon nanotüp katkılı PVA nanoelyaf üretti ve bunları epoksi matrisi güçlendirmek için kullandı. Çekme numunesi kalıpları ile elde ettiği bu kompozitlerin mekanik özelliklerini inceledi. Yaptığı deneysel çalışmalar sonucunda kompozitlerin çekme mukavemetinin, artan nanoelyaf katmanı ile birlikte arttığını, karbon nanotüp miktarının artmasıyla da azaldığını tespit etti.

1.2. Tezin Amacı ve Kapsamı

Literatürdeki çalışmalar incelendiğinde, nano boyuttaki elyafların kompozit malzemelerde genellikle ikincil takviye elemanı olarak kullanıldığı görülmektedir. Nanoelyafların birincil takviye elemanı olarak kullanıldığı çalışma az sayıdadır. Bu çalışmalar incelendiğinde; çekme numunesi kalıplarında test numunelerinin üretildiği, elle yatırma, sıcak presleme gibi üretim yöntemlerinin kullanılarak nihai kompozitlerin elde edildiği gözlemlenmiştir. Elektro-eğirme ile üretilen nanoelyaflarla takviye edilmiş kompozitler ile ilgili çok az sayıda çalışma bulunmaktadır. Ayrıca üstün avantajlar sunan vakum infüzyon tekniği ile kompozit üretiminde benzersiz özelliklere sahip

nanoelyafların birincil takviye elemanı olarak kullanılmasıyla ilgili herhangi bir çalışmaya rastlanılmamıştır.

Bu çalışmanın temel amacı; vakum infüzyon tekniği ile nanoelyaf takviyeli polimer matrisli kompozit malzeme elde etmek ve literatüre kazandırmaktır. Bu amaçla ilk olarak elektro-eğirme tekniği ile naylon 6.6, poliakrilonitril, polivinil alkol, polivinil klorür ve polivinilpirolidon olmak üzere beş farklı polimer malzemeden nanoelyaflar elde edildi. Sonrasında elde edilen bu nanoelyaflar ile epoksi reçinenin bir kombinasyonunu oluşturmak için vakum infüzyon tekniği kullanılarak polimer kompozitler üretildi. Nano boyutlu elyafların birincil takviye elemanı olarak kullanılması ve vakum infüzyon yöntemi ile kompozit üretiminin gerçekleştirilmesi bu çalışmanın farkını göstermektedir.

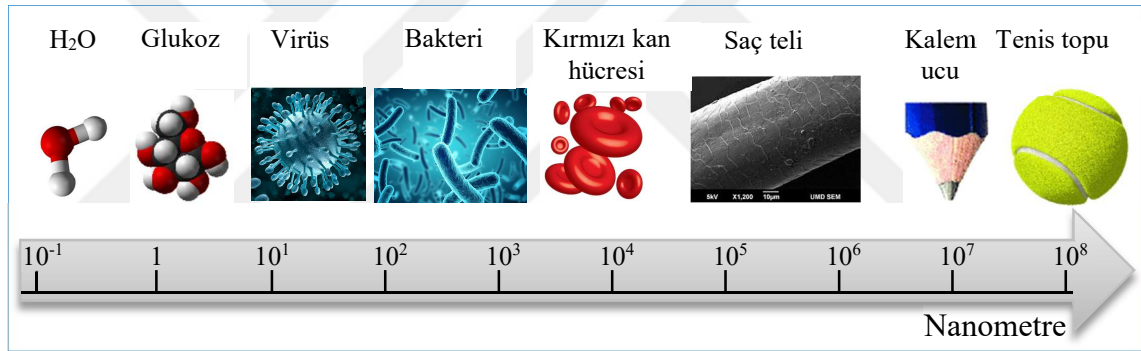
Üretilen kompozit numunelerin mekanik özelliklerini belirlemek için çekme testleri yapıldı. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile nanoelyafların morfolojik özellikleri ve kompozitlerin çekme testleri sonrasında oluşan hasarlı yüzeyleri incelendi. Numunelerin moleküler ve termal analizleri, fourier dönüşümlü kızılötesi (FTIR) spektrum, termogravimetrik analiz (TGA) ve diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC) yöntemleri ile yapıldı. Ayrıca vakum infüzyon ile elde edilen nanoelyaf takviyeli polimer kompozitlerin ne derece tekrarlanabilir, güvenilir ve tutarlı olduklarını belirlemek amacıyla çekme testi sonrası elde edilen veriler ile istatistiksel analizler gerçekleştirildi.

Yapılan bu tez çalışması beş ayrı bölümde hazırlandı. Birinci bölümde, “Giriş” başlığının altında, çalışma hakkında genel bilgiler, konuyla ilgili yapılan çalışmalar, tezin amacı ve içeriği verildi. İkinci bölümde “Kuramsal Temeller” başlığının altında, nanoteknoloji, nanoelyaf, elektro-eğirme yöntemi, kompozit malzemeler ve vakum infüzyon yöntemi konularına değinildi. Üçüncü bölüm olan “Materyal ve Yöntem” kısmında, çalışma kapsamında kullanılan malzemeler, üretim süreçleri ve elde edilen numunelerin karakterizasyon işlemlerinden bahsedildi. Dördüncü bölümde “Araştırma Bulguları ve Tartışma” başlığının altında yapılan işlemler sonucunda elde edilen bulgular verildi ve tartışıldı. Son olarak beşinci bölümde ise yapılan çalışmanın sonuçları verildi ve gelecek dönemlerde benzer çalışma yapacak araştırmacılara önerilerde bulunuldu.

2. KURAMSAL TEMELLER

2.1. Nanoteknoloji

Nano eki Yunanca cüce anlamına gelen *nanos* kelimesinden gelmektedir ve bilimde küçük parçacıklar için kullanılır. Teknik bir ölçü birimi olup herhangi bir niceliğin milyarda biri (10^{-9}) anlamına gelmektedir. Örnek vermek gerekirse uzunluk birimi olan metrenin milyarda birini ifade etmek için nanometre (nm) terimi kullanılmaktadır. Nano ölçeğin net bir şekilde anlaşılması için saç teli (80000 nm), kırmızı kan hücresi (7000 nm) ve su molekülü (0,3 nm) örnek olarak verilebilir (Şekil 2.1).



Şekil 2.1. Bazı niceliklerin büyüklük skalası

Farklı şekillerde tanımlanabilen nanoteknoloji en genel anlamda, malzemelerin nano mertebede sentezlenmesi, araştırılması, özelliklerinin kontrol edilmesi ve geliştirilmesi olarak tanımlanabilir (Tekmen and Alım 2018). Nanoteknoloji sadece küçük boyutlarda çalışmak değil, aksine, malzemelerin o boyutlarda oluşan benzersiz fiziksel, mekanik ve optik özelliklerinin kullanılmasını sağlar. Makro boyutlardan nano boyutlara inildikçe yapıların (malzemelerin) hacmine oranla yüzey alanları artmakta ve sıra dışı özellikleri ortaya çıkmaktadır. Nanoteknoloji daha az malzemeyle ve enerjiyle daha işlevsel, daha hafif, daha mukavemetli, daha düşük maliyetli ve doğaya dost yapıların imalatını ve geliştirilmesini amaçlamaktadır.

Nanoteknoloji, nano ölçekte uygulanan ve gerçek dünyada uygulamaları olan herhangi bir teknolojiyi ifade etmektedir. Maddenin atomik ve moleküler seviyelerde (yaklaşık 1 ila 100 nm arasında) kontrol edilmesi veya yeniden yapılandırılması olarak tanımlanmaktadır. Nano ölçekteki maddenin özellikleri makro ölçektekilere göre farklıdır. Bir malzemenin boyutları küçüldükçe, özellikleri ilk önce aynı kalır, sonra küçük değişiklikler meydana gelebilir. Malzemenin boyutu 100 nm'nin altına indiğinde genellikle özelliklerinde çarpıcı değişiklikler meydana gelmektedir. Benzersiz fiziksel ve kimyasal özellikleri nano malzemelerin, ticari ve topluma fayda sağlayan yeni uygulamalar için kullanılmalarını sağlar. Nano ölçekte yeni materyallerin, süreçlerin, olayların keşfi ile yeni deneysel ve teorik tekniklerin geliştirilmesi, yenilikçi nano sistemlerin ve nano malzemelerin gelişimi için yeni fırsatlar sunmaktadır. Bu alan bilim ve teknolojiye yeni yollar açmaktadır.

Nanoteknoloji, nanomalzemelerin üretimini ve elde edilen ürünlerin daha büyük sistemlere entegrasyonu gibi atom ya da molekül boyutlarından mikron altı boyutlara kadar değişebilen fiziksel, kimyasal ve biyolojik uygulamaları kapsamaktadır. 21. yüzyılda nanoteknolojinin topluma ve ekonomiye olan etkisi, 20. yüzyılda yarı iletken teknolojisinin, bilgi teknolojisinin veya hücrel ve moleküler biyolojinin topluma ve ekonomiye olan etkisiyle karşılaştırılabilir. Nanoteknolojinin daha büyük sistemlere entegrasyonu, akıllı malzemeler, nano üretim, elektronik, ilaç taşınımı, enerji ve su, biyoteknoloji, bilgi teknolojisi ve ulusal güvenlik dâhil olmak üzere mevcut birçok çevresel, tıbbi ve endüstriyel sorunlara çığır açıcı çözümler sağlamaktadır. Yakın gelecekte nanoteknolojinin ekonomi ve toplum üzerinde derin bir etki oluşturmasıyla modern bir sanayi devriminin ortaya çıkacağı düşünülmektedir. Nanoteknoloji yıkıcı yenilik getiren büyük bir akımı temsil etmektedir (Bhushan 2017).

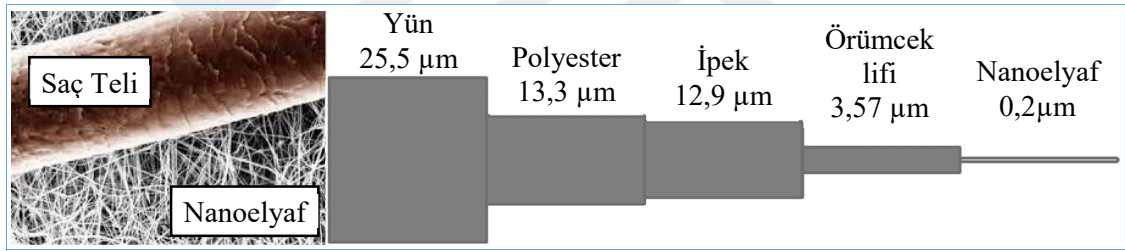
Nanoteknolojik çalışmalara aşağıdaki uygulamalar örnek olarak verilebilir (Mathew *et al.* 2018; Ceylan *et al.* 2019):

- Gıdaların nanoenkapsülasyon ile raf ömrünün ve işlevselliğinin artırılması,
- Temiz hava ve suyun elde edilmesi için nano filtrelerin üretilmesi,

- Araçlarda aşınmaya ve çizilmeye karşı kaplamaların uygulanması,
- Leke ve su tutmayan boyalar ve kumaşların elde edilmesi,
- Otomotiv ve havacılık endüstrilerinde kullanılan nanokompozitlerin üretilmesi,
- Camlara uygulanan kaplamalar ile optik özelliklerin değiştirilmesi.

2.2. Nanoelyaf

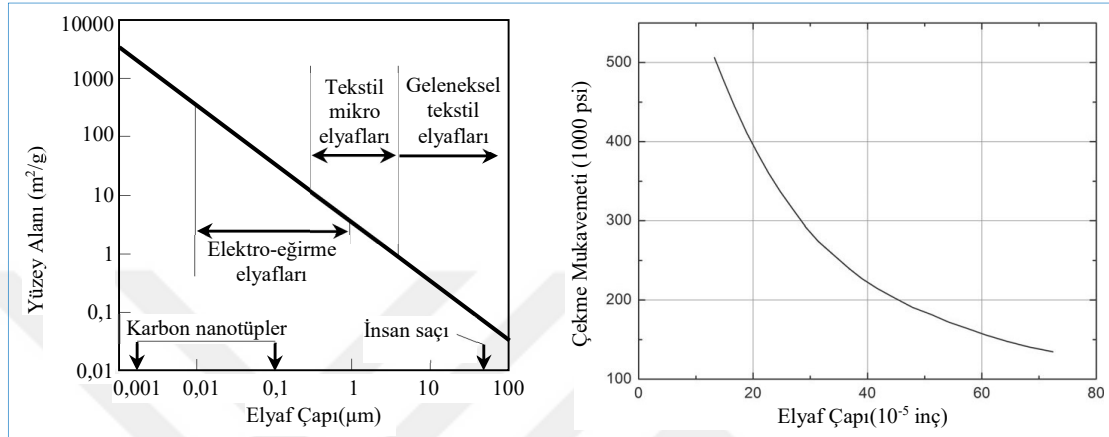
Nanoelyaf, nano boyutta ve ipliksi görünüme sahip olan tek boyutlu nanomalzeme olarak tanımlanmaktadır. Çapları bir mikrondan daha küçük olan nanoelyaflar, çıplak gözle değil bir mikroskop yardımıyla görüntülenmektedir (Kozanoğlu 2006). Şekil 2.2’de nanoelyafların doğada bulunan diğer nesneler ile karşılaştırması verilmiştir.



Şekil 2.2. Lifli yapıdaki nesnelerin boyutlarının karşılaştırılması

Elyaf boyutunun yüzey alanı, elektronik ve mekanik özellikler üzerine önemli etkileri bulunmaktadır. Nanoelyafların en önemli özelliklerinden biri, birim kütle başına çok büyük yüzey alanına sahip olmalarıdır. Şekil 2.3’te gösterildiği gibi 5 ila 500 nanometre çapa sahip elyaflar için birim kütle başına yüzey alanı, kilogram başına yaklaşık 10000 ila 1000000 metrekaredir. Nanoelyafların yüksek yüzey alanı, fonksiyonel grupların, absorbe edilmiş moleküllerin, iyonların, katalitik kısımların ve birçok türde nanometre ölçekli parçacıkların bağlanması veya bırakılması için olağanüstü bir kapasite sağlamaktadır. İletken elyafların boyutu, sistemin herhangi bir elektronik uyarıcıya olan tepki süresi ve metal kontaklar arasında akım taşıma kapasitesi üzerinde önemli etkiye sahiptir. Yapılan bir çalışmada polyethyleneoxythiothene (PEDT) iletken elyaf kullanılarak, elyaf çapının azalmasıyla iletkenliğin arttığı tespit edilmiştir. Elyaf boyutunun mekanik özellikler üzerinde de önemli bir rolü bulunmaktadır. Örneğin cam

elyafların, elyaf çapının azalmasıyla mukavemetinin iyi bir şekilde arttığı tespit edilmiştir (Ko and Yang 2008). Şekil 2.3'te cam elyaflarda, elyaf çapı ile çekme mukavemeti arasındaki ilişkiyi ifade eden grafik verilmiştir.



Şekil 2.3. Elyaf çapının yüzey alanı ve çekme mukavemeti ilişkisi (Gibson *et al.* 2001; Ko and Wan 2014)

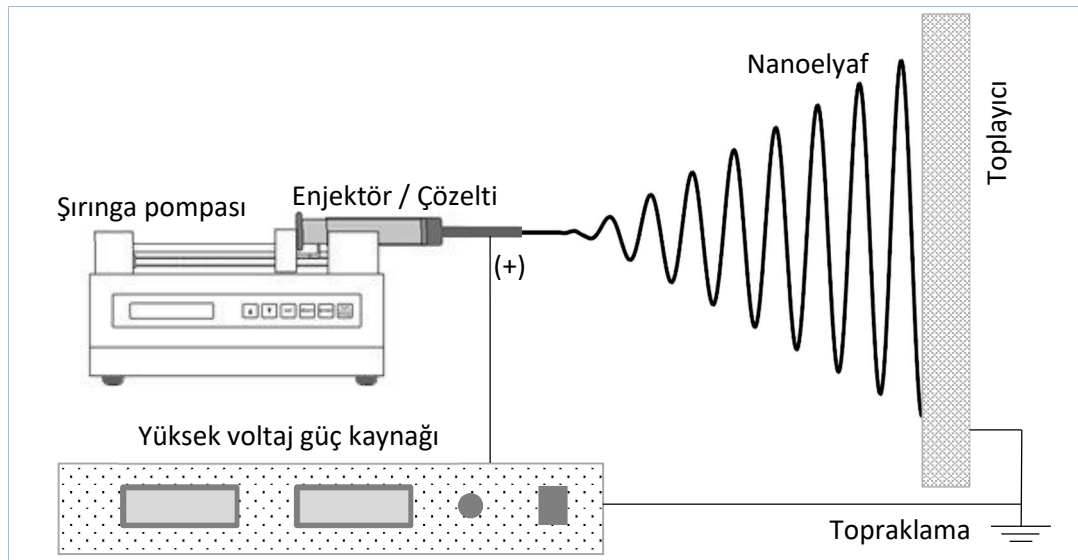
Nanoelyafların boyutları, üretim yöntemi ve bu yöntemlerdeki proses parametrelerine göre değişkenlik göstermektedir. Nanoelyaflar, kendiliğinden tutunma (self assembly) yöntemi, faz ayrımı (phase separation) yöntemi, şablon sentez (template synthesis) yöntemi, çift bileşenli ekstrüzyon (bicomponent) yöntemi, çekme (drawing) yöntemi, eriyik üfleme (meltblown) yöntemi, elektro-eğirme yöntemi gibi metotlarla elde edilebilmektedir.

Nano boyutta çok ince bir yapıya ve yüksek yüzey alanına sahip olmaları, mukavemetli ve hafif yapılar oluşturmaları, daha az malzeme ve enerji kullanılarak üretilmeleri gibi özellikler, nanoelyafları birçok uygulama için tercih edilen bir malzeme haline getirmektedir. Bunlardan bazıları, uzay uygulamaları, tarım uygulamaları, savunma uygulamaları, optik ve elektriksel uygulamalar, cilt bakım ürünleri, yara örtücüler, biyomedikal uygulamalar, filtrasyon uygulamaları, kompozit uygulamaları ve enzim taşıyıcılarıdır.

2.3. Elektro-eğirme Metodu

Elektro-eğirme yöntemi, polimer eriyiği veya çözeltisinden elektrostatik kuvvetler yardımıyla nano boyutlarda çaplara sahip sürekli elyaflar üretmek için kullanılan basit bir işlemdir (Fong *et al.* 1999; Deitzel *et al.* 2001b). Polimer esaslı nanoelyaf üretiminde yaygın olarak tercih edilen elektro-eğirme, polimer bilimi, uygulamalı fizik, akışkanlar mekaniği, elektrik, makine, kimya, malzeme mühendisliği ve reoloji alanlarını kapsayan disiplinler arası bir yöntemdir (Fong and Reneker 2001).

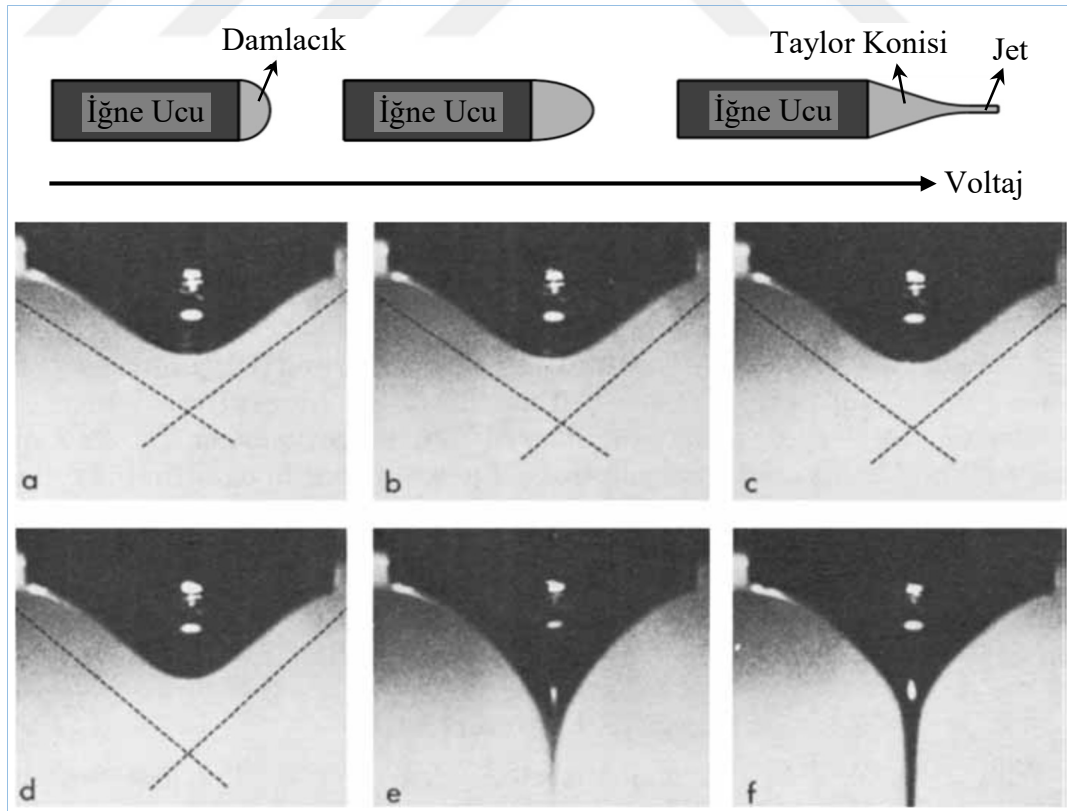
Şekil 2.4'te görüldüğü üzere standart bir elektro-eğirme düzeneği, yüksek voltaj güç kaynağı, besleme ünitesi ve toplayıcı olmak üzere üç ana elemandan oluşmaktadır (Bhardwaj and Kundu 2010; Xue *et al.* 2019). Yüksek voltaj güç kaynağı sisteme gerekli olan gerilimi sağlamaktadır. Genellikle elektronik şırınga pompası, enjektör ve metal iğneden oluşan besleme ünitesi, kontrol edilebilir ve sabit bir debide (ml/h, μ l/dk vb.) polimer çözeltisini sisteme beslemek için kullanılmaktadır. Topraklanmış metal bir parça olan toplayıcı ise elde edilen nanoelyafların üzerinde toplanmasını sağlamaktadır.



Şekil 2.4. Elektro-eğirme düzeneğinin şematik görüntüsü

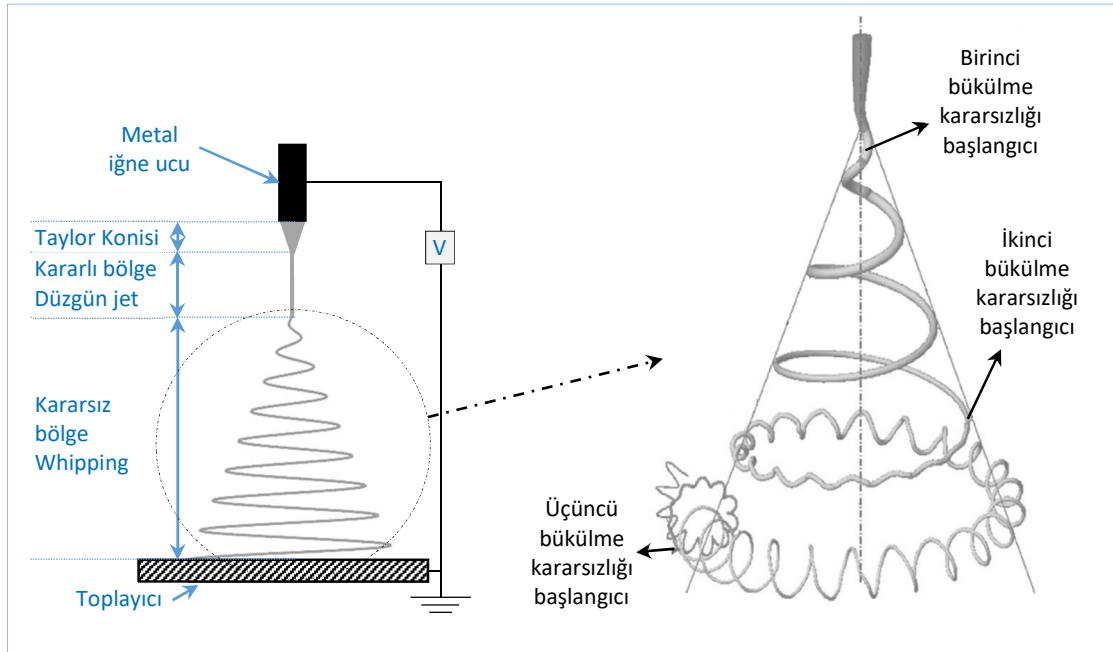
Elektro-eğirme işleminin çalışma şekli oldukça basit ve anlaşılması kolaydır. Bu yöntemde, ilk önce işlemin çözelti parametrelerine uygun bir şekilde polimer çözeltisi

veya eriyiği hazırlanmalıdır. Elde edilen çözelti enjektöre alınarak besleme ünitesinde bulunan şırınga pompasına yerleştirilmektedir. Son olarak çözeltinin çıkış noktası olan besleme ünitesindeki metal iğneye yüksek voltaj güç kaynağının pozitif ucu bağlanmakta ve sistem hazır hale gelmektedir. Pompanın çalıştırılması ile birlikte çok düşük debide (genellikle ml/h) sisteme çözelti aktarılmakta ve voltaj uygulanmadığı için iğne ucunda damla oluşmaktadır. Daha sonra yüksek voltaj güç kaynağından gerilim uygulanmaktadır. Bu esnada uygulanan gerilim kritik voltaj değerine gelinceye kadar yüzey gerilimin uyguladığı kuvvetlerden dolayı damla küresel formda bulunmaktadır. Kritik voltaj değerine ulaşıldığı anda ise elektrostatik kuvvetler ile çözeltinin yüzey gerilim kuvvetleri eşitlenerek damlanın küresel formu koni şeklini almaktadır. İğne ucunda oluşan bu forma “Taylor Konisi” adı verilmektedir (Şekil 2.5). Yapılan çalışmalarda Taylor konisinin yarı konik açısının $49,3^\circ$ olduğu tespit edilmiştir (Yarin *et al.* 2001; Huang *et al.* 2003). Şekil 2.5’te iğne ucundan çıkan polimer çözeltisi damlacığının küresel formdan Taylor Konisine ve jete dönüşüm süreci gösterilmektedir.



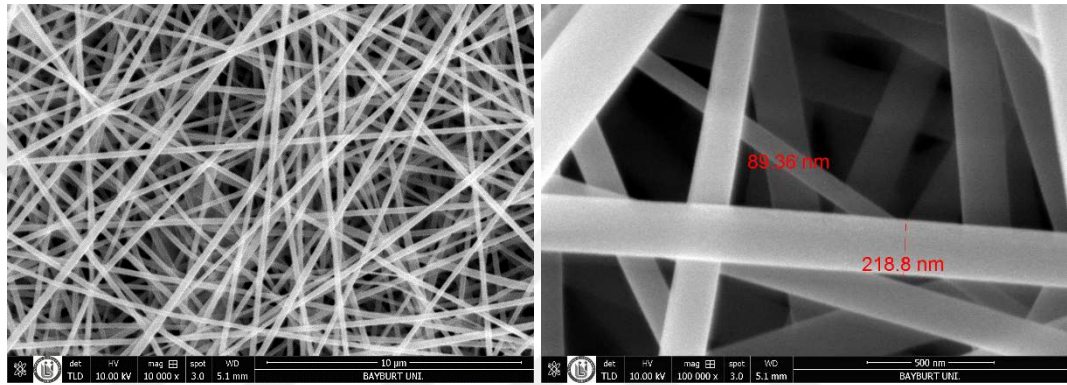
Şekil 2.5. Taylor konisi ve jet oluşumu (Larrondo and St. John Manley 1981)

Koni halindeki damlacık uygulanan voltajın arttırılmasıyla birlikte jet haline dönmekte ve kararlı bölgede bu jet belli bir süre düz bir şekilde toplayıcıya doğru uzanmaktadır. Bu uzama durumu çözeltinin viskozitesine bağlı olarak değişmektedir. Daha sonra jetteki bu lineerlik kaybolarak toplayıcıya kadar kararsızlık halleri ortaya çıkmaktadır (Şekil 2.6). Elektro-eğirme işlemini etkileyen parametrelere bağlı olarak klasik Rayleigh kararsızlığı, aksenel simetrik elektrik alan akımlanması ve whipping kararsızlığı (bükülme kararsızlığı) olmak üzere üç farklı kararsızlık halleri oluşmaktadır. Jet, bu kararsızlık durumlarından birini veya tümünü gösterebilir (Shin *et al.* 2001b; Xue *et al.* 2019). Elektro-eğirme işleminde en çok rastlanılan kararsızlık hali whippingdir. Whipping halinin oluşmasının nedeni, jet yüzeyindeki yüklerin karşılıklı olarak birbirlerini itmesi ile meydana gelen ve yüklerin bir arada olamamalarından kaynaklı jette merkezden radyal bir şekilde tork oluşmasıdır. Jet toplayıcıya doğru yaklaştığında küçük jetlere bölünür (Shin *et al.* 2001a). Jetin yeterince incilmesi ve viskoelastik kuvvetlerin yeterince sönümlenmesi sonucunda ikinci whipping kararsızlığı olarak tanımlanan yeni bir kararsızlık hali meydana gelmektedir (Kozanoğlu 2006). Şekil 2.6’da görüldüğü üzere bu whipping kararsızlıkları spiral şeklinde oluşmaktadır (Reneker and Yarin 2008).



Şekil 2.6. Jetin izlediği yol ve kararsızlık halleri

Jet kararsız bölgede ilerlerken alanının hızlı bir şekilde artmasıyla solüsyondaki çözücü buharlaşmakta ve toplayıcıda çok az kütleden yüksek yüzey alanına sahip katı halde nanoelyaflar oluşmaktadır. Elde edilen elyafların morfolojilerini, esasen kararsızlık aşaması belirlemektedir (Xue *et al.* 2019). Şekil 2.7’de hammadde olarak granül halde bulunan PVA polimerinden elde edilen nanoelyafın farklı büyütmelelerdeki SEM görüntüleri gösterilmektedir.



Şekil 2.7. Elektro-eğirme ile üretilen PVA nanoelyafının SEM görüntüleri

Elektro-eğirme yönteminde nanometre seviyelerinde kontrol edilebilir elyaf çaplarının elde edilmesi ve elyaf yüzeyinde hatasız (pürüzsüz ve boncuksuz) bir yapının oluşturulması önemli bir konudur. Elektro-eğirme tekniği ile polimerik nanoelyafların üretimini daha iyi kavramak için sisteme etki eden parametreler iyi bir şekilde anlaşılmalıdır. Bu parametrelerden herhangi birinin küçük miktarlarda bile değişmesi, üretilen elyafların morfolojik özelliklerini (elyaf çapı, yassı şerit veya silindirik elyaflar, elyaf yüzeyi gözeneklilik seviyesi ve boncuk oluşumu vb.) etkilemektedir (Hardick *et al.* 2011). Yönteme etki eden parametreler çözelti parametreleri, proses parametreleri ve ortam parametreleri olmak üzere üç grupta toplanmaktadır:

- Çözelti parametreleri: Molekül ağırlığı, viskozite, konsantrasyon, yüzey gerilimi, çözücü uçuculuğu, iletkenlik, dielektrik sabiti.
- Proses Parametreleri: Uygulanan voltaj, besleme hızı, çalışma mesafesi (metal iğne ucu ile toplayıcı arasındaki mesafe), metal iğne çapı, toplayıcı tipi.
- Ortam Parametreleri: Sıcaklık, bağıl nem.

Nanoelyafların morfolojisinin belirlenmesinde kritik parametre olan çözelti viskozitesi, konsantrasyon ve molekül ağırlığı ile ilişkilidir. Çok düşük viskozitede sıvı jet parçalanmakta, kesikli ve boncuklu bir yapı elde edilmektedir. Viskozitenin artışıyla boncuksuz sürekli elyaflar üretilebilmektedir (Deitzel *et al.* 2001a; Huang *et al.* 2001; Ryu *et al.* 2003; Li and Wang 2013). Çok yüksek viskozite değerlerinde ise çözeltinin iğne içerisinden akışı zor olmaktadır. Polimerin molekül ağırlığı, polimer zinciri karmaşıklığı (dolanması) ve dolayısıyla viskozitesi ile orantılıdır. Düşük molekül ağırlığı boncuk oluşumuna sebep olmaktadır. Molekül ağırlığının artmasıyla düz ve pürüzsüz elyaflar elde edilmektedir. Çok yüksek molekül ağırlığında ise mikro şeritler oluşabilmektedir (Koski *et al.* 2004; Gupta *et al.* 2005; Ojha *et al.* 2008). Çözelti konsantrasyonun küçükten büyüğe artmasıyla; (i) çok düşük olduğunda, elektro-eğirme yerine elektrosprey olduğundan polimerik mikro/nano partiküller elde edilir; (ii) biraz daha yüksek olduğunda, boncuk ve elyaf karışımı elde edilir; (iii) uygun olduğunda, tek tip boncuksuz nanoelyaf elde edilir; (iv) çok yüksek olduğunda ise nano ölçekli elyaflar değil, helis şeklindeki mikro-şeritler gözlenir (Deitzel *et al.* 2001a; Lee *et al.* 2003; Yang *et al.* 2004; Ahn *et al.* 2006). Elektro-eğirme yönteminde elektrostatik kuvvetlerin yüzey gerilimini aşacak kadar yüksek olması gerekir. Polimer çözeltisinin yüzey gerilimi düşürülerek boncuk konsantrasyonu azaltılabilir veya ortadan kaldırılabilir (Fong *et al.* 1999). Etanol gibi düşük yüzey gerilimine sahip çözücüler kullanılarak çözeltinin yüzey gerilimi azaltılabilmektedir (Jun *et al.* 2003). Elektro-eğirme işleminde jetin uzaması ve gerilmesi çözeltinin yük taşıma kabiliyetine bağlıdır. Elektrostatik kuvvetlerin yüzey gerilimini yenebilmesi için çözeltinin yeterli yüklere sahip olması gerekir (Ramakrishna 2005). Çözeltinin elektriksel iletkenliği iyonik tuzlar (NaCl vb.) eklenerek artırılabilir. İletkenlikteki bu artış daha az boncuk ve daha ince elyaf oluşumunu sağlamaktadır (Zong *et al.* 2002; Huang *et al.* 2006). Yük depolama kabiliyetini belirleyen dielektrik sabitinin artmasıyla boncuk oluşumu ve elyaf çapı azalmaktadır (Son *et al.* 2004). Uçuculuğu yüksek olan çözücülerin kullanılması iğne ucundaki jetin kurumasına ve iğnenin tıkanmasına sebep olmaktadır. Ayrıca çözücünün erken buharlaşmasıyla kararsızlık bölgesi erken sonlanacağı için jet yeterince uzayamamakta ve daha kalın elyaflar oluşabilmektedir. Uçuculuğu düşük olan çözücülerin kullanılması ise jetin uçuşu sırasında kurumasını engellemekte ve çözücü içeren nanoelyafların toplayıcı üzerinde birikmesi sonucu boncuklu yapı oluşmaktadır (Haider *et al.* 2018).

Elektro-eğirme yöntemiyle elyaf oluşturabilmek için polimerden polimere değişen bir kritik voltaj değerinin aşılması gerekir. Taylor (1964)'a göre elektro-eğirme işleminin başlaması için 6 kV'luk bir gerilim uygulanmalıdır (Islam *et al.* 2019). Uygulanan voltajda kritik değerin ötesinde bir artış, boncuk veya boncuklu nanoelyaf oluşumu ile sonuçlanabilmektedir (Haider *et al.* 2018). Taylor konisinin kararlı olduğu ana karşılık gelen bir çözelti besleme hızı bulunmaktadır. Besleme hızının yüksek olması elyaf çapında veya boncuk boyutlarında artışa sebep olabilmektedir. Ayrıca yüksek besleme hızında çözücü yeterli buharlaşma zamanı bulamamaktadır (Ramakrishna 2005; Zhang *et al.* 2009). Bu nedenle düşük besleme hızı önerilmektedir (Yuan *et al.* 2004). Çalışma mesafesinin kısa olması jetin toplayıcıya erken ulaşmasına ve yeterince kurumamasına sebep olmaktadır. Elektrik alan kuvvetini etkileyen bu mesafe değerinin optimum seviyede ayarlanmasıyla düzgün ve ince nanoelyaflar elde edilmektedir (Matabola and Moutloali 2013). Elektro-eğirme yönteminde elektrik alanının oluşturulabilmesi için topraklanmış iletken bir toplayıcı kullanılması gerekmektedir. Genellikle alüminyum malzemeden yapılmış toplayıcılar kullanılmaktadır. Çeşitli uygulamalar için düz plaka, paralel elektrot, dönen silindir, dönen disk ve dönen çubuklar gibi farklı tiplerde toplayıcılar kullanılmaktadır (Teo and Ramakrishna 2006). Metal iğnenin iç çapındaki değişim elyaf çapı ve dağılımını etkilemektedir. Düşük iç çap değerlerinde metal iğneler kullanılarak daha ince elyaflar üretilebilmektedir (Heikkilä and Harlin 2008; He *et al.* 2018).

Bağıl nem ve sıcaklık gibi ortam parametreleri de elyaf morfolojilerini etkilemektedir. Nem değerinin çok düşük olması, çözücünün hızlı bir şekilde buharlaşmasıyla iğne ucunun tıkanmasına sebep olabilmektedir. Yüksek nem değerlerinde ise gözenekli yapıya sahip elyaflar ortaya çıkmaktadır (Ramakrishna 2005; Pelipenko *et al.* 2013). Bir diğer ortam parametresi olan sıcaklık ile viskozite arasında ters ilişki bulunmaktadır. Sıcaklık arttıkça çözelti viskozitesindeki düşüş ile jetin uzaması kolaylaşmakta daha küçük çapa sahip elyaflar elde edilebilmektedir (Mit-uppatham *et al.* 2004; Hardick *et al.* 2011).

Elektro-eğirme yönteminin, birim ağırlıkta yüksek yüzey alanı/hacim oranına sahip çok çeşitli polimerlerden nano boyutta elyafların üretilebilmesi, kolay ve sürekli olması,

sisteme etki eden parametrelerin değiştirilmesiyle farklı morfolojik özelliklere sahip mukavemetli elyafların elde edilmesi, çeşitli modifikasyonlara uygun olması gibi birçok avantajı bulunmaktadır. Bu teknikle üretilen nanoelyaflar, mevcut teknolojiyi önemli ölçüde iyileştirme ve yeni alanlarda uygulamalar oluşturma potansiyeline sahiptir. Nanoelyaflar için bazı potansiyel uygulamalar; kompozitlerde takviye elemanları, koruyucu giysiler, filtreleme, biyomedikal cihazlar, elektriksel ve optik uygulamalar ve nanosensörleri içerir (Ko and Wan 2014). Elektro-eğirme yöntemi her ne kadar basit bir teknik olsa da üretim sürecine etki eden birçok parametrenin olması ve bazı durumlarda toksik çözücülerin kullanılması gibi dezavantajları da bulunmaktadır.

Elektro-eğirme yönteminin yaygın kullanım alanlarına örnekler aşağıda verilmektedir:

- Yüksek yüzey alanı/hacim oranı, yüksek gözeneklilik gibi özellikleri sayesinde mikron büyüklüğünde yabancı parçacıkların geçişinin engellenmesine katkıda bulunan nanoelyaflar, su arıtma ve hava filtreleme uygulamalarında kullanılmaktadır (Gopal *et al.* 2006; Ahmed *et al.* 2015).
- Nanoelyafların küçük gözenek ebatları, kimyasal zarar verici maddelerin nüfuz etmesine karşı iyi bir direnç sağlamakta ve böylece kullanıcıları nükleer, biyolojik ve kimyasal durumlardan etkili bir şekilde koruyabilmektedir. Nanoelyaf kumaşlar, hava veya su buharı geçirgenliğini etkilemeden kimyasal ajanları nötralize edebilmektedir (Ko and Wan 2014).
- Elektro-eğirme yöntemiyle üretilen nanoelyafların yara sargısı, ilaç taşınması gibi sağlık alanlarında da uygulamaları bulunmaktadır (Wei and Ma 2008).
- İyileştirme ve temizleme amacıyla kullanılan kozmetik cilt bakım maskelerinin nanoelyaflardan üretilmesiyle tıbbi özellikteki maddelerin cilde hızlı bir şekilde aktarımı sağlanmaktadır.
- Nanoelyaflı yakıt hücreleri ve güneş pilleri, kütleli muadillerine göre daha yüksek enerji dönüşümü ve depolama verimliliği sunmaktadır (Islam *et al.* 2019).
- Sensörler ve aktüatörler gibi elektronik cihazlarda nanoelyafların kullanılması potansiyel olarak bir uyarana verilen tepki süresini azaltmaktadır. İletken nanoelyaflar, elektrostatik dağılma, korozyon koruması, elektromanyetik girişim

koruması ve fotovoltaiik cihazlar gibi birçok uygulama potansiyeline sahip olmaktadır (Senecal *et al.* 2001).

- Nanoelyaflarla oluşturulan örtüler ile zararlı kimyasallara ve haşerelere karşı bitkilere koruma yapılmaktadır.
- Elyaf takviyeli polimer matrisli kompozitlerde takviye bileşeni olarak mikro boyuttaki geleneksel mühendislik elyafların (karbon, cam, aramid vb.) yerine, nanoelyafların kullanılması ile ilgili çalışmalar gerçekleştirilmektedir. Bu sayede daha iyi mekanik özelliklere sahip yeni malzemeler elde edilmeye çalışılmaktadır (Li and Wang 2013; Wang *et al.* 2017).

2.4. Kompozit Malzemeler

Modern teknolojik gereksinimleri karşılamak için yüksek performans verimliliği ve güvenilirliği olan yeni malzemelerin geliştirmesine ihtiyaç duyulmaktadır. Bu malzemelerin hafif ve aynı zamanda yüksek sıcaklık, yüksek basınç, düşük sıcaklık, düşük basınç ve çok aşındırıcı gibi zorlu ortamlarda dayanıklı olması gerekmektedir. Bazı durumlarda, tek bir malzeme türü kullanarak istenilen bu özellikleri karşılamak mümkün olmamaktadır. Bu nedenle, malzemelerin kombinasyonu düşünülmüş ve kompozit malzemeler geliştirilmiştir. Kompozit malzeme, özellikleri ve performansları farklı iki veya daha fazla malzemenin bir araya getirilmesi ile elde edilen üstün özelliklere sahip malzemeler olarak tanımlanmaktadır (Balasubramanian 2014).

Kompozitlerin, yüksek mukavemet, yüksek sertlik, iyi bir yorulma ve korozyon direnci, hafiflik, estetik görünüm, enerji tasarrufu, karmaşık şekilli parçalarda kolay şekillendirme gibi avantajları bulunmaktadır (Adrian and Gheorghe 2010). Diğer yandan bu malzemelerin daha yüksek maliyet, geri dönüşüm zorluğu, üretim oranının düşük olması, üretimlerinin ve işlenmelerinin zor olması, iç kısımlarında oluşan hasarların tam olarak belirlenememesi, raf ömürleri ve çalışma sıcaklıklarındaki kısıtlamalar gibi dezavantajları da bulunmaktadır (Balasubramanian 2014). Kompozit malzemeler, çeşitli uygulamalarda, performans gereksinimlerinin karşılanması ve bazı durumlarda toplam proje maliyetlerinin düşürülmesi amacıyla kullanılan çok yönlü bir malzeme olarak

tanımlanmaktadır (Lee *et al.* 2012). Kompozit teknolojisi, nano takviyelerin ve yeni matris malzemelerin geliştirilmesi, üretim yöntemleri, tasarım yazılımları vb. çalışmalar ile gelişmektedir. Kompozit malzemelerin eşsiz özelliklerinden dolayı havacılık, deniz araçları, uzay, spor aletleri, otomotiv, savunma, inşaat, mobilya, elektronik gibi birçok sektörde kullanım alanı bulunmaktadır (Gay 2015).

Bir kompozitin yapısı genel olarak matris ve takviye elemanı olmak üzere iki ana bileşenden oluşmaktadır. Kompozitlerin özelliklerini; bileşenlerin özellikleri, miktarları, dağılımları ve geometrileri belirlemektedir (Brigante 2014). Malzemelerin kombinasyonlarını doğru oranda seçerek nihai kompozitte istenen özelliklerin elde edilmesi mümkün olmaktadır. Kompozitin doğrudan çevreye maruz kalan ve sürekli fazı olan matrisin başlıca rolü yapıya şekil vermektir. Uygulanan kuvvetleri ilk olarak matris bileşeni karşılamakta ve bu yükleri takviye elemanlara aktarmaktadır. Matris ayrıca tokluk gibi özelliklere de katkıda bulunmaktadır. Takviye elemanları çevreleyerek kapsaması ve koruma sağlaması matrisin diğer bir görevi olarak gösterilmektedir (Mallick 2007). Polimerler, metaller ve seramikler matris malzemelere örnek olarak verilmektedir. Takviye elemanların görevi ise, kompozitlere mekanik dayanım ve sağlamlık kazandırmaktır. Matris seçimi kimyasal, termal, elektrik, yanıcılık, çevre, maliyet, performans ve üretim gereksinimlerine göre yapılır. Matris, bir kompozitin servis çalışma sıcaklığının yanı sıra parça üretimi için işlem parametrelerini belirlemektedir (Mazumdar 2002).

Kompozit malzemelerin sınıflandırılmasında net bir ifade olmamakla birlikte genel olarak matris bileşenine göre sınıflandırılmaktadır. Buna göre kompozitler, polimer matrisli, metal matrisli ve seramik matrisli olmak üç kategoride toplanmaktadır.

Son yıllarda önemli bir mühendislik malzemesi olan polimer matrisli kompozitlere ilgi giderek artmaktadır. Bu malzemeler eşsiz özellikler sunmakla birlikte kolay imalat avantajı sağlamaktadırlar. Genellikle polimerik malzemelerin işlenmesinde yüksek sıcaklık ve basınç gereksinimi olmadığından karmaşık şekilli polimer matrisli kompozit parçaların kolay bir şekilde imalatı gerçekleştirilmektedir. Bu malzemelerin işlem

sıcaklıkları düşük olduğundan takviye bileşenler imalat sırasında zarar görmemektedir. Matris bileşenin polimer olması daha hafif kompozitlerin üretilmesine imkan sağlamaktadır. Bu da uçak, otomobil ve yat gibi araçlarda toplam ağırlığı azaltarak yakıt verimini artırmaktadır. Polimer kompozitlerin işlem sıcaklığının düşük olmasıyla çok daha az enerji harcanmaktadır. İmalat sırasında kullanılan teçhizatın basit olması da üretim maliyetlerini düşürmektedir. Polimer matrisli kompozitlerin hava koşullarına karşı diğer malzemelere göre daha dayanıklı olması da ayrı bir avantaj sağlamaktadır. Bu sebeplerle polimer matrisli kompozitler yaygın olarak tercih edilmekte ve üretim teknolojilerinde çarpıcı gelişmeler kaydedilmektedir (Balasubramanian 2014).

Polimer matrisli kompozitlerde matris bileşeni olarak polimer, takviye bileşeni olarak da genellikle elyaflar kullanılmaktadır. Matrisin fonksiyonları, elyafları birbirine bağlamayı, uygun pozisyonlarda tutmayı, kimyasal saldırılardan ve mekanik bozulmalardan (aşınma vb.) korumayı ve yükü elyaflara dağıtmayı içermektedir. Ayrıca matrislerin nihai ürüne iyi bir yüzey kalitesi sağlama, şekil ve renk verme özellikleri de bulunmaktadır. Genel olarak elyaflar ana yük taşıma elemanlarıdır ve kompozitlere yüksek sertlik ve yüksek mukavemet kazandırmaktadırlar (Mallick 2007). Bu şekilde elde edilen kompozit, polimer matrisinden üstün, takviye edilen elyaftan daha düşük bir ara mekanik performansa sahip olmaktadır (Gay 2015). Uygun matris ve elyaf konfigürasyonu seçimi ile özel gereksinimlere uyarlanabilen çok çekici özelliklere sahip kompozitler üretilmektedir (Sharma *et al.* 2017).

Polimerik kompozitlerin matrisi termoset veya termoplastik polimer gruplarından oluşmaktadır. Uygulama alanlarına ve işlevlerine göre bu gruplardaki polimerlerden biri seçilmektedir. Bir reçine matrisi belirlenmesinde raf ömrü, viskozite, kürleşme zamanı gibi faktörler rol oynamaktadır. Termosetlerin ve termoplastiklerin işleme, maliyet, geri dönüştürülebilirlik, depolama ve performans açısından kendilerine özgü avantajları ve dezavantajları bulunmaktadır (Campbell 2004).

Bugün yapılan polimer kompozitlerin çoğu, termoset polimerlere dayanmaktadır. Bu polimerler uygulamadan önce düşük moleküler ağırlıklı ve düşük viskoziteli sıvı (reçine)

halinde bulunmaktadır. Viskozitelerinin düşük olması nedeniyle, normal atmosfer koşullarında matris tarafından elyaflar iyi bir şekilde ısıtılmaktadır. Elyafaların termosetlerle daha kolay ısıtılmasından dolayı reçine elyaf yüzeyine daha düzgün yayılmakta, nihai üründe daha az boşluk ve gözeneklilik oluşmaktadır. Ayrıca termosetler daha yüksek termal ve boyutsal stabilite, daha iyi sertlik ve daha yüksek elektriksel, kimyasal ve korozyon direnci sunmaktadır. Termosetler kırılmandır ve genellikle takviye bir bileşen ile birlikte kullanılmaktadır. Termoset reçineleri çoğunlukla sıvı bir reçineden ve uyumlu bir sertleştirici maddeden oluşmaktadır. Kürleşme sırasında viskozitesi artarak bir jele dönüşmekte ve daha sonra sertleşerek katılaşmaktadır. Termosetler, kürleşme yani polimerizasyon işleminden sonra tekrar sıvı hale gelmemekte ve yeniden şekil verilememektedir. Bu yüzden termoset kompozitlerin tamiri, yapıştırıcılar ve dikkatli yüzey hazırlığı gerektiren zor ve karmaşık bir işlemdir. Bu malzemelerle kompozit üretimi uzun bir kürleme süresi gerektirmekte ve bu nedenle daha düşük üretim oranları ortaya çıkmaktadır. Termoset kompozitlerin geri dönüşümü oldukça zor olmaktadır. Termoset reçineleri oda sıcaklığında (nispeten düşük sıcaklıklarda) basit ve düşük maliyetli takım sistemi ile kolay işlenebilmektedir. Diğer polimer gruplarına göre bu malzemelerin işlenmesinde ısı ve basınç gereksinimleri daha az olmasından dolayı enerji tasarrufu sağlanmaktadır. İşleme avantajları nedeniyle termoset polimerleri daha çok tercih edilmektedir. Yaygın olarak kullanılan termoset polimerlere epoksi, fenolik, polyeater ve vinilester gibi reçineler verilebilir (Mazumdar 2002).

Termoplastikler yüksek molekül ağırlığına, yüksek viskoziteye ve yüksek darbe dayanımına sahip olan polimer malzemelerdir. Dolgu veya takviye malzemeler olmadan da çok çeşitli yapısal olmayan uygulamalar için kullanılmaktadırlar. Termoplastikler işlem sırasında kimyasal reaksiyonlara girmediğinden kompozitlerin üretimi daha basit ve hızlı yapılmaktadır. Bu da yüksek hacimli üretime imkân sağlamaktadır. Termoplastikler ısıtılarak eritilebilmekte ve tekrar soğutularak katılaşmasıyla şekillendirilmekte ve yeniden biçimlendirilmektedir. Termoplastik kompozitlere, ısı ve basınç uygulanarak yeniden şekillendirme ve düzeltme işlemleri uygulanabilmektedir. Termoplastik kompozitlerin geri dönüşümü kolay bir şekilde yapılmaktadır. Termoplastikler kalıplamadan sonra bile, yeniden ısıtılarak eriyebildikleri için termal

ortamlarda kullanımına dikkat edilmesi gerekmektedir. Termoplastiklerin işlenebilmesi için yüksek sıcaklıklara (erime noktalarına yakın sıcaklıklar) çıkılması enerji kullanımını arttırmaktadır. Basınç uygulanmadan elyafların iyi bir şekilde ıslatılması oldukça zor olmaktadır. Termoplastik kompozitlerin işlenmesi için ağır, güçlü ve karmaşık ekipmanlar ile basınçlı sistemler gerekmektedir. Bu da imalat işlemlerinde maliyeti arttırmaktadır. Polietilen, polipropilen, nylon, polikarbonat, polivinil klorür vb. ürünler termoplastik reçinelere örnek olarak verilebilir (Mazumdar 2002).

Epoksi reçineleri, kompozitler için en yaygın kullanılan matris malzemeleridir. İyi özellikler ve makul maliyet arasındaki mükemmel denge epoksilerle sağlanmaktadır. Gelişmiş kompozitlerin kullanıldığı ve özelliklerin birinci sınıf olduğu alanlarda, epoksi reçineler en başta gelmektedir. Epoksi reçineler iyi mekanik ve ısı özellikleri ile kimyasallara ve korozyona karşı yüksek direnç göstermektedirler (Yashas Gowda *et al.* 2018). Epoksilerin kürleşmesi sırasında uçucu madde bulunmamaktadır. Ayrıca düşük sertleşme büzülmesi özelliklerinin yanı sıra çok çeşitli dolgu, elyaf ve diğer yüzeylere mükemmel yapışma sağlamaktadırlar. Elyaflarla takviye edilmesi sonucu eşsiz özelliklere sahip kompozit malzemeler elde edilebilmektedir. Bir epoksi sistemi, tipik olarak iki parça halinde tedarik edilen ve sertleşme reaksiyonuna (çapraz bağlanmaya) yardımcı olan bir sertleştirici ile belirli oranlarda karıştırılan bir epoksi reçine içermektedir (Lee *et al.* 2012). Farklı uygulama ihtiyaçlarını karşılamak için çeşitli performans seviyelerine sahip birçok epoksi sistemi bulunmaktadır. Belirli bir performans ihtiyacını karşılamak için başka malzemelerle formüle edilebilmekte veya diğer epoksilerle karıştırılabilmektedirler. Formülasyonunda değişiklikler yapılarak sertleşme hızı, işlem sıcaklığı, viskozite, yapışkanlık, tokluk gibi özellikleri değiştirilebilmektedir. Çoğu epoksiler, su ve ısıdan diğer polimer matrislerinden daha az etkilenecek şekilde formüle edilmektedir (Barbero 2018). Genellikle kırılğan bir yapıya sahip olan epoksilerin, yüksek maliyeti ve uzun kürleme sürelerinden dolayı spesifik performansa ihtiyaç duyulmadıkça maliyete duyarlı pazarlarda kullanılmamaktadır. Bu reçineler bir termoset polimer olduğu için sertleştirme işleminden sonra geri dönüşümü olmamaktadır (Dang *et al.* 2002). Epoksi reçineler temel olarak uzay, havacılık ve elektronik gibi teknoloji bazlı alanlarda kullanılmaktadır.

Polimer matrisli kompozitlerin takviye bileşeni elyaf, parçacık, kılcal kristaller, pullar ve tabakalar olabilir. Bu yapılar arasında, elyaflar üstün mekanik ve yük taşıma özellikleri nedeniyle kompozitlerde yaygın olarak kullanılmaktadır. Cam, karbon, aramid ve bor olmak üzere temelde dört tip elyaf kompozit endüstrilerinde takviye malzemesi olarak kullanılmaktadır. Ayrıca elyafların kısa, uzun, düz, dokuma kumaş ve örgülü gibi çeşitli formları bulunmaktadır. Elyafların matris içine yerleştirilme şekli kompozitin özelliklerini önemli ölçüde değiştirmektedir. Tek yönlü elyaf içeren bir kompozitte, elyafların uzunlamasına yerleştirilmesi ile en yüksek mukavemet sağlanmaktadır. Fakat bu da kompozitleri anizotropik yapmakta ve enlemesine doğrultuda mukavemet değerleri çok düşmektedir. Çift yönlü elyaf içeren bir kompozit için mukavemet, uzunlamasına ve enine doğrultulardaki farklı miktarlarda elyaflar kullanılarak değiştirilebilmektedir. Bununla birlikte kısa elyafların takviye olarak kullanıldığı durumlarda kompozitler çoğu zaman izotropik olmaktadır. Fakat kısa elyaflar, sürekli elyaflardan daha düşük mekanik özellikler sergilemektedir. Uygulama tipine ve üretim yöntemine bağlı olarak elyaf formu seçilir. Yapısal uygulamalar için sürekli veya uzun elyaflar, yapısal olmayan uygulamalar için kısa elyaflar önerilmektedir. Sürekli elyaflar, tek yönlü hizalanmış bant veya dokuma kumaş formunda kullanılabilir. Epoksi, polyester ve vinilester gibi termoset polimerler, çoğunlukla düşük viskozitelerinden dolayı işlem kolaylığı nedeniyle sürekli veya uzun elyaf takviyeli kompozitlerde matris malzemesi olarak kullanılmaktadır (Mallick 2007; Chung 2010; Prashanth *et al.* 2017).

Parçacık takviye elemanları, tercih edilen bir yönetime sahip değildir ve mekanik özelliklerde minimum iyileştirmeler sağlamaktadırlar. Malzemenin maliyetini azaltmak için sıklıkla dolgu maddesi olarak kullanılmaktadırlar. Kılcal kristaller, elyaflara kıyasla hem uzunluk hem de çap olarak küçük boyutlara sahip takviye elemanlarıdır. Son derece güçlü olan bu malzemelerin matris fazı içerisinde homojen bir şekilde dağıtılması oldukça zor olmaktadır (Campbell 2004).

Kompozit teknolojisinin artmasıyla birlikte takviye elemanların boyutu da giderek azalmaktadır (Gibson 2016). Nano boyuttaki nanoelyaf, nanotüp ve nanopartiküllerin matris fazına düşük miktarlarda takviye edilmesiyle malzemelerin özellikleri önemli

ölçüde değişmektedir. Düşük miktarlarda yüksek mekanik özellikler elde edilmesi nano boyuttaki bu takviye elemanlarının yüksek yüzey/hacim oranından kaynaklanmaktadır (Balasubramanian 2014).

Son yıllarda mikro boyutlardaki geleneksel elyafların yerine nano boyutlardaki elyafların takviye elemanı olarak kullanılmasıyla kompozit malzemelere farklı bir bakış açısı getirilmiştir. Nano malzemelerin benzerlerine kıyasla daha iyi mekanik özelliklere sahip olduğu bilinmektedir. Şüphesiz nanoelyaflarla üretilen kompozitlerden de bu üstün özelliklere sahip olması beklenmektedir (Huang *et al.* 2003). Çalışmalar, nanoelyafların mekanik performanslarını geliştirme yeteneklerine dayanarak birçok yapısal uygulamada büyük potansiyele sahip olduğunu göstermektedir. Nanoelyafların üstün mekanik özelliklerinden dolayı, bunları kurşun geçirmez yelekler ve güvenlik kaskları gibi koruyucu kompozit donanımların tasarımına dâhil etmek performansı artırma ve ağırlığı önemli ölçüde azaltma vaadinde bulunmaktadır (Ko and Wan 2014).

Endüstriyel ürün tasarımındaki önemi gittikçe artan ve iyi bir ürün performansı sergileyen polimer matrisli kompozitlerin, küresel pazarda tenis raketlerinden uzay mekiğine kadar oldukça geniş uygulama alanı bulunmaktadır. Uçak endüstrisi temel olarak polimer kompozit malzemelerin kullanımına öncülük etmektedir. Metal parçalara göre ağırlığı oldukça hafifleten polimer kompozitler, düşük maliyetli üretim, yakıt tasarrufu sağlama, yüksek performans, uzun ömürlü kullanım gibi özelliklerinden dolayı uçak parçalarında (uçak panelleri, zeminleri, kanatları, iniş takımı kapıları) sıklıkla kullanılmaktadır. Ayrıca yüksek özgül dayanım, yakıt tasarrufu, hafiflik ve uzaydaki büyük hava sıcaklıklarında boyutsal kararlılıkları sayesinde uzay mekiği parçalarında da tercih edilmektedir. Düşük ağırlık, ani darbe yüklemelerine karşı yüksek direnç, iyi korozyon direnci ve titreşim sönümleme özellikleri sayesinde otomotiv ve deniz endüstrisinde kullanılmaktadır. Ürün çerçevelerinin tek parçadan oluşmasına imkân veren ve bu sayede yorulma ömrünü iyileştiren, iyi darbe direnci sergileyen, hafifliği sayesinde hızın artışı olumlu yönde etkileyen, titreşim sönümleyebilen polimer kompozitler bisiklet gövdeleri, tekerlekleri, raketler, buz hokeyi çubukları gibi pek çok spor ürünlerinde kullanılmaktadır. Ayrıca radyasyon korunumunu artırması gibi üstün özellikleri

sayesinde tıbbi cihazlar ve pek çok ticari uygulamalı ürün imalatında tercih edilmektedir (Kaw 2006). Polimer matrisli kompozitlere, koruma amaçlı yapılan sert kasklar ve yumuşak vücut zırh yelekleri, alt yapı ve tesisat ürünlerinde kullanılan borular ve yel değirmeni kanatları örnekleri de verilebilir.

Tasarım ve imalat mühendislerinin bir parçanın üretimi için doğru üretim sürecini seçmeleri büyük bir zorluktur. Bunun nedeni tasarım ve üretim mühendislerinin parçayı imal etmek için hammadde ve işleme teknikleri açısından çok fazla seçeneğe sahip olmalarıdır. Bir işlemin seçimi başvuru ihtiyacına bağlıdır. Polimer matrisli kompozitlerin üretim tekniği, nihai parçanın üretim hızı, maliyeti, performansı, şekli ve boyutu gibi kriterlere bağlıdır (Mazumdar 2002). Örneğin; küçük ila orta ölçekli kompozitler için kapalı kalıplar tercih edilirken tekne gövdesi gibi büyük yapılar için açık kalıplama işlemi, basınçlı kapların ve silindirik şekillerin imalatı için filament sarım yöntemi kullanılmaktadır. Elle yatırma tekniği, yüksek hacimli üretim için kullanılamazken, bu ihtiyacı karşılamak için basınçlı kalıplama ve enjeksiyon kalıplama yöntemleri tercih edilmektedir. Kapalı veya açık kalıp, sürekli veya süreksiz ve elle veya otomatik olma durumlarına göre polimer matrisli kompozitlerin farklı üretim teknikleri bulunmaktadır. Elle yatırma, vakum torba kalıplama, basınçlı torba kalıplama (otoklav), filament sarım, pultrüzyon, sıkıştırma kalıplama, reçine transfer kalıplama, vakum infüzyon gibi güncel imalat yöntemleri kullanılarak bu malzemelerin üretimi gerçekleştirilmektedir (Sharma *et al.* 2017).

2.5. Vakum İnfüzyon Metodu

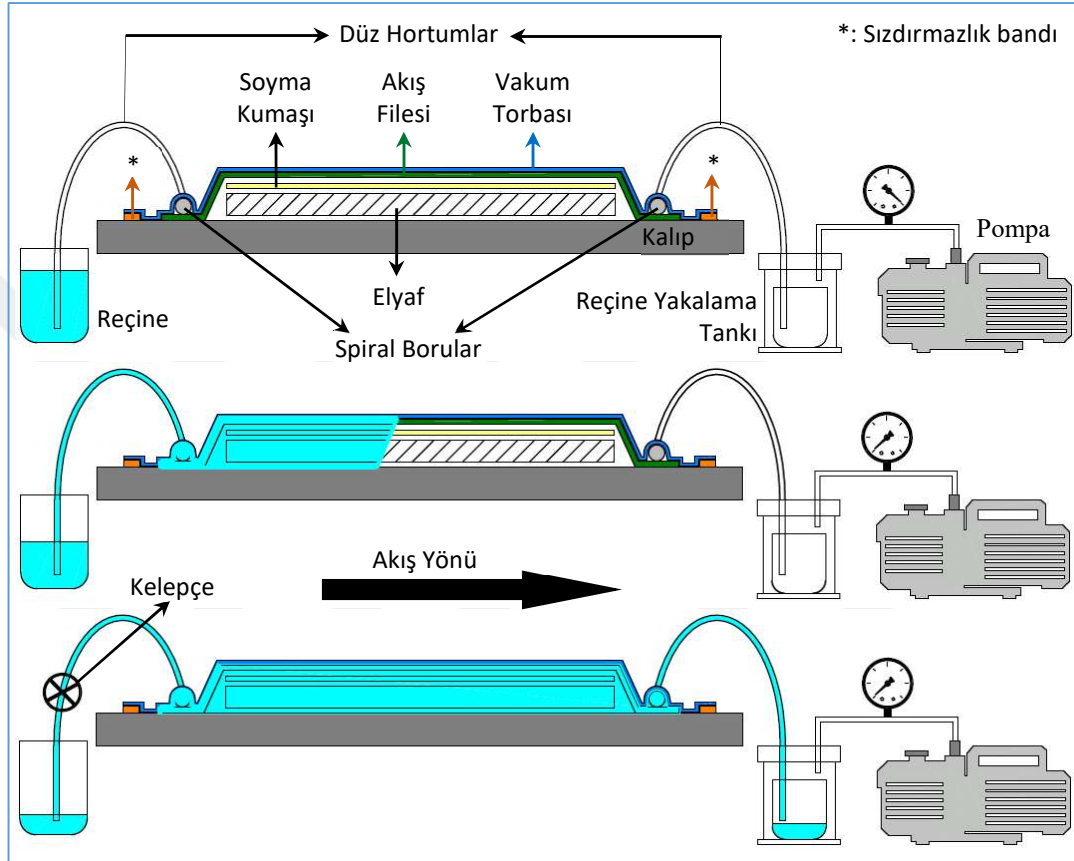
Son yıllarda geliştirilen ve birçok işlem varyantına sahip olan vakum infüzyon yöntemi, polimer matrisli kompozitlerin üretiminde yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu teknik, düşük takım maliyetine sahip, yüksek performanslı ve büyük ölçekli karmaşık şekilli kompozit parçalar üretebilen kapalı bir kalıp işlemi olarak tanımlanmaktadır. Bu yöntemde, elyafları sıkıştırarak kalıba sabitlenmesinde ve reçineyi elyafların içine nüfuz ettirilmesinde vakum basıncı kullanılmaktadır. Denizcilik, enerji, altyapı, havacılık ve savunma sanayilerinde, tekne gövdeleri, rüzgâr türbini kanatları, köprü kirişleri ve bina

kaplama panelleri gibi büyük, yüksek mukavemetli, hafif ve tek parçalı kompozitlerin yapımı için pratik ve uygun maliyetli bir üretim yöntemidir. Vakum infüzyon tekniği kuru bir takviyenin vakum altında sıvı reçine ile emdirilmesine dayanmaktadır. Bu yöntemde çok yüksek elyaf içeriğine sahip, asgari ağırlıkta çok yüksek mukavemet ve yüksek sertlik özellikleri olan kompozitler elde edilmektedir (Campbell 2010; Hsiao and Heider 2012; Van Oosterom *et al.* 2019).

Vakum infüzyon yönteminde en önemli parametre matris malzemesinin özellikleridir. Bu yöntemde seçilen reçinenin viskozitesi elyafların hızlı bir şekilde ıslanmasını sağlayacak kadar düşük olması gerekmektedir. Ayrıca matrisin jelleşme süresi de elyafların tamamen ıslanmasına yetecek kadar olmalıdır. Bu sürenin kısa olması reçine akışının durmasına ve ıslanmayan kuru alanların kalmasına sebep olmaktadır. Uzun olması halinde ise gereksiz yere işlem süresi uzamaktadır (Strong 2008). Vakum infüzyon yönteminde genellikle epoksi, polyester ve vinilester gibi termoset bazlı polimer matrisler kullanılmaktadır (Barbero 2018). Bu reçineler yüksek sertliğe ve dayanıklılığa, boyutsal stabiliteye ve düşük viskoziteye sahiptir. Ayrıca kimyasal ve termal olarak kararlıdır. Vakum infüzyon tekniğinde bu reçinelerle birlikte elyaf takviye malzemesi olarak genellikle dokuma, dikişli, örme, örgülü gibi çeşitli konfigürasyonlardaki cam, karbon ve aramid elyaflar tercih edilmektedir (Glancey 2010).

Şekil 2.8’de görüldüğü üzere tipik bir vakum infüzyon düzeneği vakum pompası, kalıp ve reçine yakalama tankı olmak üzere 3 ana parçadan oluşmaktadır. Pompa sistem için gerekli olan vakumu, reçine yakalama tankı da fazla matrisin toplanmasını sağlamaktadır. Kalıp ise nihai ürünün şeklini vermektedir. Bunların yanında besleme ve vakum hattının kapatılmasında kelepçeler kullanılmaktadır. Kalıp ayırıcı, akış filesi, soyma kumaşı, vakum torbası, sızdırmazlık bandı, spiral borular ve düz hortumlar bu yöntemin sarf malzemelerini oluşturmaktadır (Goren and Atas 2008). Esnek, şeffaf ve plastik olan vakum torbası kapalı bir sistem oluşturmak için kullanılmaktadır. Vakum torbası ile kalıp arasındaki bağlantı sızdırmazlık bandı ile gerçekleştirilmektedir. Matrisin tüm kalıp içerisinde yayılması amacıyla akış filesi kullanılmaktadır. Kalıp ayırıcı (jel veya ince teflon film) ve soyma kumaşı ile nihai ürünün zarar vermeden çıkarılmasını

sağlamaktadır. Düz hortumlar besleme ve vakum hattının oluşturulmasında kullanılmaktadır. Spiral hortumlar ise sistem içerisinde eşit bir şekilde birçok noktadan reçinenin dağıtılmasını ve fazla reçinenin toplanmasını sağlamaktadır.



Şekil 2.8. Vakum infüzyon yönteminin şematik görünümü

Tipik bir vakum infüzyon yönteminin işlem adımları şunları içerir (Hsiao and Heider 2012; Hindersmann 2019):

- İlk olarak üretimin yapılacağı kalıp yüzeyi iyice temizlenir.
- Vakum ortamının sağlanabilmesi için sızdırmazlık bandı (sealant tape) üretim alanının etrafına yapıştırılır.
- Reçinenin kalıba yapışmaması ve nihai ürünün kalıptan kolay bir şekilde çıkarılabilmesi için kalıp yüzeyine ayırıcı film (realese film) yerleştirilir veya vaks sürülür.

- Tasarımda istenen boyutlarda kesilen elyaflar kalıba yerleştirilir.
- Nihai kompoziti diğer elemanlardan rahat bir şekilde ayırabilmek için elyafların üzeri soyma kumaşı ile örtülür.
- Reçinenin kalıp içerisinde yayılmasını sağlamak için akış filesi (flow mesh) serilir.
- Akış filesinin üzerine spiral borular yerleştirilir. Burada reçinenin düzgün ilerlemesi için spiral borular iyi bir şekilde konumlandırılmış olması gerekmektedir. Daha sonra reçine besleme ve vakum hattının hortumları ile spiral borular bir konnektör yardımıyla bağlanır.
- Sızdırmazlık bantları ile vakum torbası yapıştırılır. Burada herhangi bir vakum kaçağı olmayacak şekilde sistemin kapatılmasına dikkat edilmelidir. Ayrıca bu torbanın vakum esnasında oluşacak gerilmelerden zarar görmeyecek şekilde yapıştırılması gerekmektedir.
- Vakum hattı hortumu reçine yakalama tankına bağlanır. Besleme hattının hortumu ise bir kelepçe yardımıyla kapatılır.
- Vakum pompası çalıştırılarak sistem içerisindeki hava alınır. Pompa belli bir süre çalıştırdıktan sonra kapatılır ve sistemde kaçak olup olmadığı kontrol edilir.
- Kalıbın hazır hale gelmesinden sonra besleme hattındaki hortum hazırlanan reçine içerisine daldırılarak kelepçe çıkarılır ve sisteme reçine akışı gerçekleşir.
- Reçine elyafları tamamen kaplayıp ıslatıncaya ve ayrıca reçine akışı önündeki küçük hava kabarcıkları bitene kadar besleme işlemine devam edilir. Bu işlem tamamlandıktan sonra hortum reçine içerisinden çıkarılmadan besleme hattına tekrar kelepçe takılarak reçine akışı durdurulur ve sisteme hava girmesi önlenir.
- Pompa birkaç saat daha çalıştırılır ve sonra kapatılır. Kütleme işlemi tamamlanıncaya kadar sistem vakum altında tutulur.
- Kütleme işlemi tamamlandıktan sonra elde edilen kompozit malzeme dikkatli bir şekilde kalıptan çıkarılır.

Vakum infüzyon yöntemi esnek kalıp tasarımı, kalıp malzemelerinin seçimi, temiz kullanım gibi avantajlar sunmaktadır. Ayrıca tek taraflı kalıp kullanımı yeterli olmakta ve basınç unsuru olmadığı için çok mukavemetli ve ağır çelik gibi kalıplara ihtiyaç

duyulmamaktadır. Bu sayede düşük kalıp maliyetleri ortaya çıkmaktadır. Kapalı bir kalıplama tekniği olan bu yöntem sayesinde kürleşme sırasında oluşabilecek zararlı gazların çıkışı engellenmektedir (Barbero 2018). Büyük ve karmaşık kompozit parçalar bu yöntemle yüksek kalitede ve kolay bir şekilde üretilmektedir. Şeffaf bir vakum torbası kullanılmasından dolayı vakum infüzyon işlemi sırasında reçinenin ulaşmadığı ıslanmayan bölgeler kolaylıkla görülmektedir. Ayrıca bu bölgelere bir vakum iğnesiyle müdahale edilebilmektedir. Vakum infüzyon tekniğinde kuru elyafların kullanılması raf ömrü problemini ortadan kaldırmaktadır. Bu yöntemin düşük üretim hızı gibi bazı dezavantajları da bulunmaktadır. Vakum infüzyon yönteminde düşük viskoziteli ürünler kullanılması üretilen kompozitlerin mekanik özelliklerini olumsuz yönde etkilemektedir. Bu yöntemin hazırlık aşaması zaman almaktadır. Vakum torbası, akış filesi ve sızdırmazlık bandı gibi malzemelerin tekrar kullanımı bulunmadığından her bir vakum infüzyon sürecinde bu malzemelerin yeniden hazırlanması gerekmektedir. Başarılı bir vakum infüzyon işleminin anahtarlarından biri tüm süreç boyunca herhangi bir kaçak olmadan sistemin çok iyi bir şekilde vakum altında tutulmasıdır. Hava kaçağı ihtimali, çalışanın beceri, deneyim ve hazırlık aşamasında kullanılan sarf malzemelerin (sızdırmazlık bandı, vakum torbası vb.) kalitesine bağlıdır (Hsiao and Heider 2012). Hava kaçaqları kuru bölgelere ve eksik reçine infüzyonuna neden olmaktadır. Vakum bölgesinin yanlış tasarlanması ve dolayısıyla reçinenin elyaflara tam olarak emdirilememesi hatalı parçalara sebep olmaktadır. Ayrıca bu hatalı parçaların geri dönüşümünün olmaması da üretim maliyetlerini artırmaktadır. Vakum infüzyon yönteminde üniform bir basınç dağılımı olmadığından parça kalınlığında değişiklikler oluşabilmektedir (Yenilmez *et al.* 2009).

3. MATERYAL ve YÖNTEM

3.1. Materyal

Elektro-eğirme ile nanoelyaf üretiminde gerekli olan polimer çözeltisi için temelde polimer ve çözücü olmak üzere iki malzeme kullanılır. Ayrıca polimer çözeltisine çeşitli kimyasallar eklenerek üretilen nanoelyafın farklı özellikleri de geliştirilebilir. Bu çalışmada naylon 6.6 (N6.6), poliakrilonitril (PAN), polivinil alkol (PVA), polivinil klorür (PVC) ve polivinilpirolidon (PVP) olmak üzere beş farklı polimer malzeme seçildi. Bu polimerleri çözmek için diklorometan (DCM), dimetilformamid (DMF), etanol, formik asit (FA), saf su ve tetrahidrofuran (THF) kullanıldı. Ayrıca yüzey gerilimini düşürmek için aniyonik yüzey aktif madde olan sodyum dodesil sülfat (SDS) kullanıldı. Elektro-eğirme ile nanoelyaf üretiminde kullanılan materyallere ait bilgiler Çizelge 3.1’de verildi.

Çizelge 3.1. Nanoelyaf üretiminde kullanılan materyaller

Adı	Cas numarası	Formülü	Molekül ağırlığı (g/mol)	Yoğunluğu (g/ml)	Üretici Firma
N6.6	32131-17-2	$(C_{12}H_{26}N_2O_4)_n$	262,35	1,14	Sigma-Aldrich
PAN	25014-41-9	$(C_3H_3N)_n$	150000	1,184	Sigma-Aldrich
PVA	9002-89-5	$(C_2H_4O)_n$	85000 - 124000	1,269	Sigma-Aldrich
PVC	9002-86-2	$(C_2H_3Cl)_n$	80000	1,4	Sigma-Aldrich
PVP	9003-39-8	$(C_6H_9NO)_n$	1300000	-	Alfa Aesar
DMF	68-12-2	C_3H_7NO	73,09	0,944	Sigma-Aldrich
DCM	75-09-2	CH_2Cl_2	84,93	1,33	Merck
Etanol	64-17-5	C_2H_6O	46,07	0,79	J.T. Baker
FA	64-18-6	CH_2O_2	46,03	1,22	Sigma-Aldrich
THF	109-99-9	C_4H_8O	72,11	0,89	Merck
SDS	151-21-3	$C_{12}H_{25}NaO_4S$	288,37	1,10	Merck

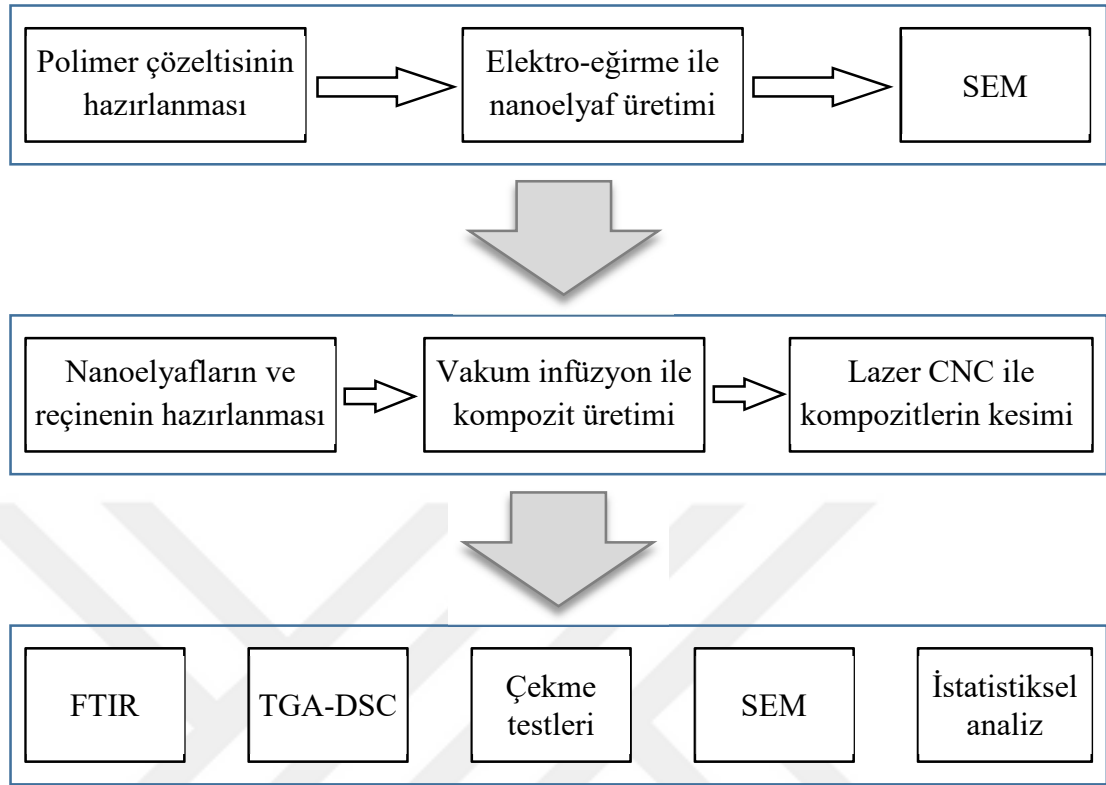
Vakum infüzyon yöntemi ile nanoelyaf takviyeli polimer kompozit üretiminde matris malzemesi olarak termoset bir polimer olan epoksi reçine kullanıldı. Özellikle elyaf yüzeylere mükemmel bir yapışma sağlaması ve düşük viskoziteli olmasından dolayı bu reçine seçildi. Bu çalışmada epoksi seti olarak Hexion firması tarafından üretilen MGS L160 laminasyon reçinesi ile MGS H160 sertleştiricisi kullanıldı. Çizelge 3.2’de kullanılan epoksi setin bazı teknik özellikleri sunuldu. Vakum infüzyon yönteminin kalıp hazırlama safhasında vaks, sızdırmazlık bandı, soyma kumaşı, akış filesi, spiral boru, düz hortum ve vakum torbası sarf malzemeleri kullanıldı.

Çizelge 3.2. Kompozit üretiminde kullanılan epoksinin özellikleri

Özellik	L160	H160
Yoğunluk	1,13 - 1,17 g/cm ³	0,96 - 1,00 g/cm ³
Viskozite	700 - 900 mPas	10 - 50 mPas
Refraktör indeksi	1,5480 - 1,5530	1,5200 - 1,5210
Çalışma süresi (Jel time)	20 - 25°C için; 3 - 4 h 40 - 45°C için; 1 h	
Karışım Oranları	Ağırlıkça; 100:25 Hacimce ; 100:30	

3.2. Yöntem

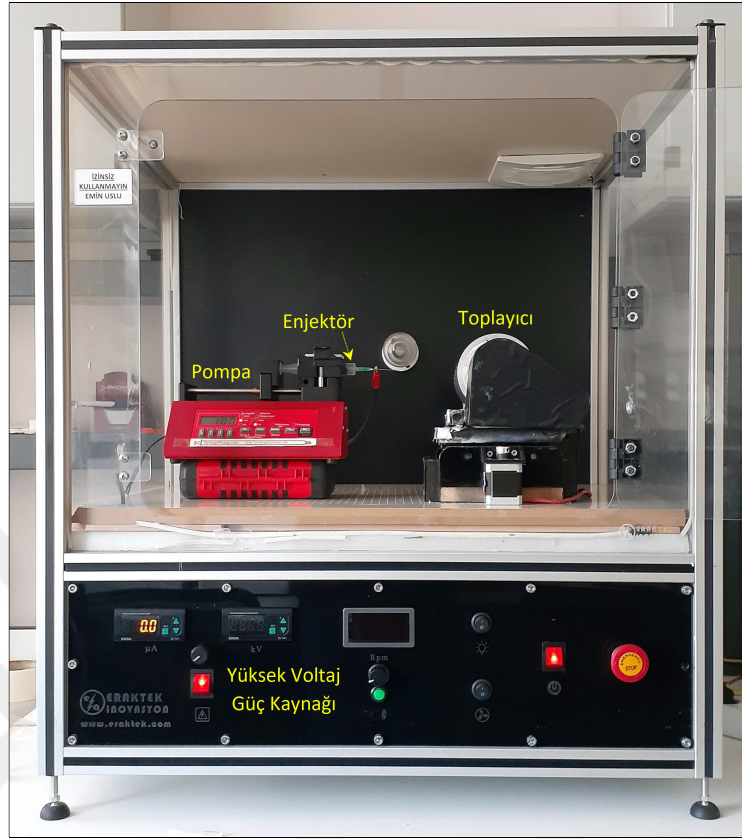
Bu tez çalışması kapsamında elektro-eğirme ve vakum infüzyon olmak üzere iki üretim yöntemi kullanıldı. Nanoelyafların ve kompozitlerin mikro boyutta incelemeleri taramalı elektron mikroskobunda (SEM) gerçekleştirildi. Elde edilen numunelerin fiziksel ve kimyasal özelliklerini belirlemek amacıyla fourier dönüşümlü kızılötesi (FTIR) spektrum analizi, termogravimetrik (TGA) analiz ve diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) analizi yöntemleri kullanıldı. Kompozitler çekme testine tabi tutularak mekanik özellikleri belirlendi. Ayrıca bu mekanik özellikler kullanılarak kompozit yapılar istatistiksel olarak analiz edildi. Bu yöntemlerin ve yapılan diğer ara işlemlerin tez aşamasındaki uygulama sırası Şekil 3.1’de verildi.



Şekil 3.1. Çalışma kapsamında yapılan işlemler ve sıralaması

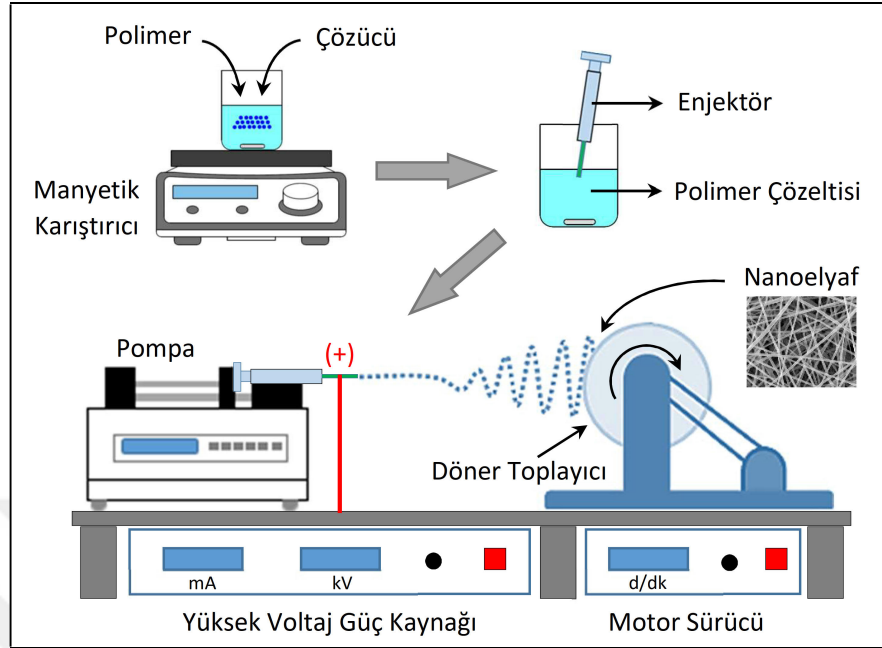
3.2.1. Elektro-eğirme yöntemi ile nanoelyaf üretimi

Çalışmanın temelini oluşturan nanoelyaf yüzeylerin üretimi elektro-eğirme tekniği kullanılarak gerçekleştirildi. Bunun için Bayburt Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı'nda bulunan laboratuvar ölçekli elektro-eğirme deney düzeneği kullanıldı. Yatay sistemde çalışan bu cihazın resmi ve parçalarının gösterimi Şekil 3.2'de verildi. Cihazda 50 kV'a kadar voltaj uygulayabilen ve kademesiz olarak voltaj ayarlama imkânı sunan yüksek voltaj güç kaynağı, belirli sürede ve miktarda polimer çözeltisi akışını sağlayan şırınga pompası ve alüminyum malzemeden üretilmiş tek eksenli hareket mekanizmasına sahip döner tip bir silindir toplayıcı bulunmaktadır. Elyafların daha kuru ve daha homojen toplanmasını sağladığı için bu tip bir toplayıcı tercih edildi. Toplayıcının üzerinden nanoelyaf yüzeylerin kolay bir şekilde çıkartılması için yağlı kâğıt kullanıldı. Güç kaynağından gelen pozitif uç, metal iğne ucuna; topraklama hattı ise toplayıcıya bağlanarak sistem hazır hale getirildi.



Şekil 3.2. Nanoelyaf üretimi için kullanılan laboratuvar tipi elektro-eğirme cihazı

Şekil 3.3'te gösterildiği gibi elektro-eğirme yöntemin ilk aşaması polimer çözeltisinin hazırlanmasıdır. Bu çalışmada kullanılan polimerlerin ve çözücülerin ağırlıkça karışım oranları Çizelge 3.3'te verildi. Bütün polimer çözeltileri manyetik karıştırıcı kullanılarak hazırlandı. Ç01, Ç02, Ç04 ve Ç05 kodlu çözelti Çizelge 3.3'teki parametrelere göre belirtilen oranlarda ve karıştırma esnasında ısıtma işlemi uygulanmadan homojen bir çözelti olana kadar karıştırılarak hazırlandı. Ç03 kodlu çözelti ise 90°C'de 3 saat karıştırılarak homojen hale getirildi ve soğumaya bırakıldı. Sonrasında ağırlıkça % 1 oranında SDS sulu çözeltisi hazırlandı. Soğuyan Ç03 kodlu çözeltiye ağırlığının % 10'u kadar SDS solüsyonu eklendi ve homojenlik sağlanana kadar tekrar karıştırıldı. Hazırlanan çözelti 1 saat dinlendirildikten sonra enjektör içerisine alındı. Bu çalışmada 10 ml'lik, contasız ve 0,8x38 mm (21Gx1½") ölçülerindeki paslanmaz çelik iğneye sahip enjektör kullanıldı.



Şekil 3.3. Elektro-eğirme ile nanoelyaf üretiminin işlem sırası

Çizelge 3.3. Polimerlerin ve çözücülerin ağırlıkça karışım oranları

Çözelti Kodu	Polimer	Çözücü Grubu	
Ç01	N6.6 - % 10	FA - % 45	DCM - % 45
Ç02	PAN - % 10	DMF - % 90	
Ç03	PVA - % 10	Saf su - % 90	
Ç04	PVC - % 15	DMF - % 42,5	THF - % 42,5
Ç05	PVP - % 12	Etanol - % 88	

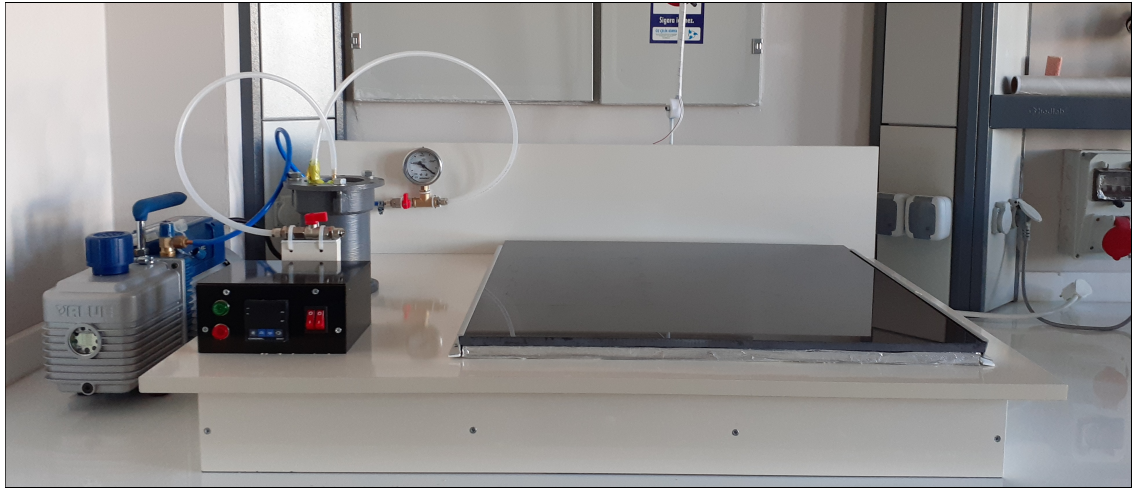
İçerisinde polimer çözeltisi bulunan enjektör elektro-eğirme deney düzeneğindeki pompaya yerleştirilerek metal iğne ucuna güç kaynağından gelen pozitif uç bağlandı. Sonrasında proses parametreleri olan çalışma mesafesi, besleme hızı ve toplayıcının devri ayarlandı. Son olarak yüksek voltaj güç kaynağından potansiyel fark uygulanmasıyla nanoelyaf üretimi gerçekleştirildi. Literatürdeki araştırmalar baz alınarak yapılan ön denemeler sonucunda elektro-eğirme yönteminin optimum işlem parametreleri ve ortam şartları belirlendi ve Çizelge 3.4’te verildi. Bu parametreler dikkate alınarak yapılan elektro-eğirme işlemiyle her bir polimerden 0,5 g olacak şekilde 10’ar adet nanoelyaf yüzeylerin üretimi gerçekleştirildi.

Çizelge 3.4. Nanoelyaf üretimdeki işlem parametreleri ve ortam şartları

Polimer	Çözelti Kodu	İşlem Parametreleri				Ortam Şartları	
		Besleme hızı (ml/h)	Voltaj (kV)	Çalışma mesafesi (cm)	Toplayıcı devri (d/dk)	Bağıl Nem (%)	Sıcaklık (°C)
N6.6	Ç01	0,9	22	10	500	35 – 40	18 – 20
PAN	Ç02	1,0	15	11	500	35 – 40	18 – 20
PVA	Ç03	0,8	20	11	500	35 – 40	18 – 20
PVC	Ç04	1,5	12	15	500	35 – 40	18 – 20
PVP	Ç05	1,5	11	13	500	35 – 40	18 – 20

3.2.2. Vakum infüzyon yöntemi ile kompozit üretimi

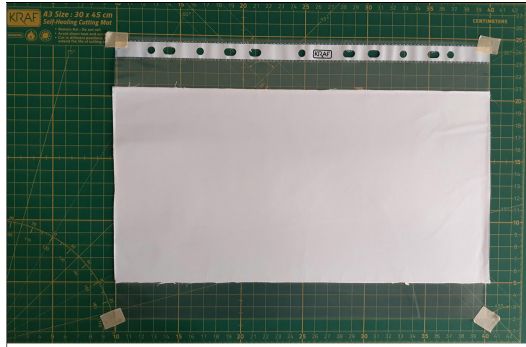
Nanoelyaf takviyeli polimer matrisli kompozitlerin üretimi kolay ve pratik bir yöntem olan vakum infüzyon yöntemi ile gerçekleştirildi. Bunun için Şekil 3.4’te gösterildiği gibi vakum pompası, cam kalıp ve reçine yakalama tankı olmak üzere üç ana elemandan oluşan vakum infüzyon düzeneği kuruldu.

**Şekil 3.4.** Vakum infüzyon deney düzeneği

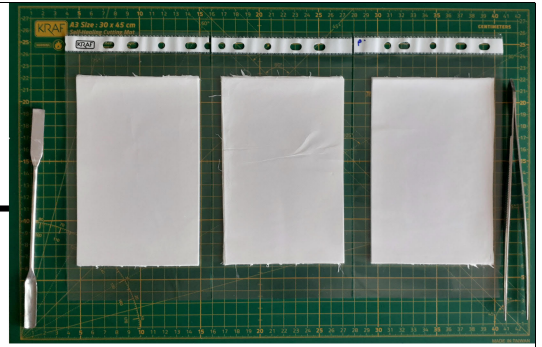
Vakum infüzyon yöntemiyle nanoelyaf takviyeli kompozitlerin üretiminin tekrarlanabilirliğini kontrol etmek amacıyla her bir polimer için nanoelyaflar üç eşit

parçaya bölündü ve üç ayrı ıslatma işlemi gerçekleştirildi. Bu amaçla elyaf, reçine ve kalıp hazırlama ile ıslatma safhalarını içeren bir kompozit üretimi yapıldı. Şekil 3.5'te bu üretim safhaları gösterildi.

Çalışmanın bu basamağında ilk önce elektro-eğirme ile üretilen 15x30 cm ölçülerindeki nanoelyaf yüzeyler üst üste 10 kat serilerek 10x15 cm ebatlarında kesildi ve üretime hazır hale getirildi. Kalıp hazırlama aşamasında ilk önce cam kalıp yüzeyi detaylı bir şekilde temizlendi ve üretimin gerçekleştirileceği alan kâğıt bantla sınırlandırılıp kalıp ayırıcı vaks sürüldü. Vaks kuruduktan sonra kâğıt bantlar sökülerek yerlerine sızdırmazlık bantları çekildi. Daha önceden hazırlanan 10 katmanlı nanoelyaf yüzeyler sınırlandırılan alanın merkezine yerleştirildi. Elyafın üzerine soyma kumaşı ve akış filesi serildi. Kalıp içerisinde belirlenen akış yönünün ilk ve son kısımlarına spiral borular ve bunlara T bağlantılı düz hortumlar yerleştirildi. Daha sonra vakum torbası sızdırmazlık bandına yapıştırıldı ve kapalı bir kalıp oluşturuldu. Son olarak reçine kaynağı tarafındaki hortuma kelepçe takıldı, vakum tarafındaki hortum ise reçine yakalama tankına bağlandı. Vakum pompasının çalıştırılmasıyla sistemde kaçak olup olmadığı kontrol edilerek kalıp hazırlama aşaması tamamlandı. Reçine hazırlama aşamasında ilk önce epoksi reçine ve sertleştiricisi üretici firmanın belirttiği ağırlıkça 100:25 oranında tartılıp mekanik karıştırıcıda 5 dk ve 500 d/dk'da karıştırıldı. Bu işlem sırasında reçine içerisinde oluşan hava kabarcıklarını infüze etmek için vakum pompası ve vakum çemberinden oluşan bir düzenekte 15 dk gaz giderme (degassing) işlemi yapıldı. Hazır hale getirilen reçine içerisine düz hortum daldırıldı ve kelepçe açılarak reçine akışı sağlandı. Elyafın tamamen ıslanıncaya kadar reçine beslemesi yapıldı. Islatma işlemi gerçekleştirildikten sonra kelepçe tekrar takılarak 2 saat vakum pompası çalıştırıldı. Son olarak herhangi bir ısıtma işlemi uygulanmadan 24 saat kürleşmeye bırakıldı. Vakum infüzyon işlemlerinin tümü 25°C sıcaklıkta ve % 30 bağıl nemde gerçekleştirildi.



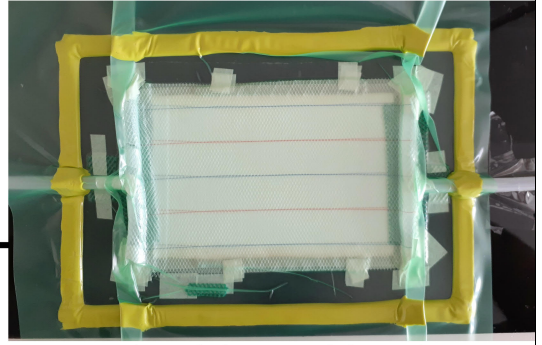
15x30 cm ebatlarında nanoelyaflar



10x15 cm ebatlarında kesilen nanoelyaflar

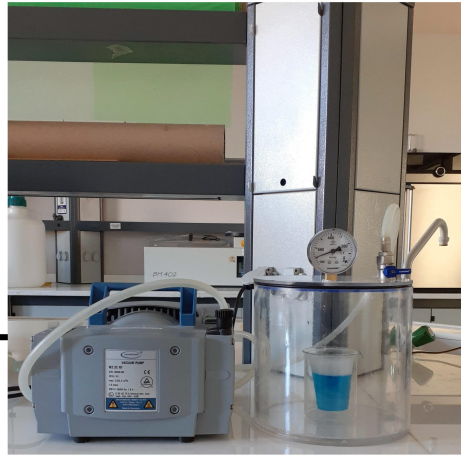


Cam kalıp üzerine yerleştirilen nanoelyaflar

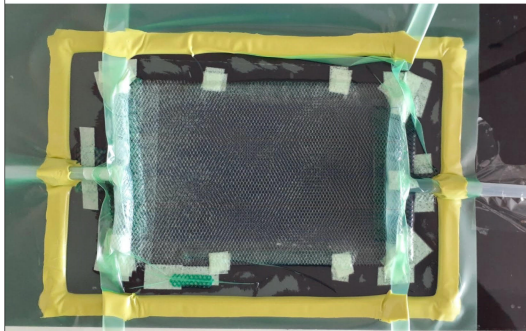


Hazırlanan kalıp - Kaçak kontrolü

Mekanik karıştırma (5 dk, 500 d/dk)



Gaz giderme (15 dk)



Islatma işlemi (Reçine emdirme)



Kalıptan çıkarılan kompozit numune

Şekil 3.5. Kompozit numunelerin üretim aşamaları

3.2.3. Moleküler ve termal analizler (FTIR, DSC, TGA)

Moleküler karakterizasyonda, Fourier dönüşümlü kızılötesi (FTIR) spektrum analizleri ile numunelerin kimyasal özellikleri incelendi. FTIR spektrum analizleri, cihaz tarafından numuneye gönderilen kızıl ötesi (IR) ışınların numuneyi oluşturan moleküller tarafından soğurulması esasına dayanmaktadır. Bu analizler, 2 cm^{-1} dalga sayısı hassasiyetinde FTIR spektrometre (PerkinElmer Spectrum Two) cihazı ile $400 - 4000\text{ cm}^{-1}$ dalga sayısı aralığında ve oda sıcaklığı koşullarında yapıldı.

Sıcaklığın bir fonksiyonu olarak numunelerin fiziksel özelliklerinde meydana gelen değişiklikler, termal analiz teknikleri olan termogravimetrik analiz (TGA) ve diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC) yöntemleri ile belirlendi. TGA, sıcaklık artışına karşılık bir numunenin kütlesinde meydana gelen değişikliklerin ölçüldüğü analiz tekniğidir. Zamana bağlı olarak numune sıcaklığı, doğrusal bir şekilde artırılırken bununla beraber kütlesindeki değişim ölçülür. Elde edilen veriler ile termogram (termal bozunma) eğrisi adı verilen kütle ve/veya kütle yüzdesi – sıcaklık grafiği oluşturulur. TGA analizleri, PerkinElmer STA 8000 cihazı ile azot ortamında, $30 - 800^{\circ}\text{C}$ sıcaklık aralığında ve 10°C/dk ısıtma hızında gerçekleştirildi.

Günümüzde termal analiz yöntemleri arasında yaygın olarak kullanılan diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC) yöntemi, kontrollü bir sıcaklık programı ile numune ve referansa ait ısı akışı arasındaki farkın, sıcaklığın fonksiyonu olarak ölçülmesidir. Analiz sırasında numune ile referansın sıcaklıkları arasında bir fark olması halinde, numuneye veya referansa ısı eklenerek her ikisinin sıcaklıklarının eşitlenmesi sağlanır. Eklenen bu ısının sıcaklığa karşı grafiğinin çizilmesiyle DSC termal eğrileri elde edilir. Bu analizler, $30 - 350^{\circ}\text{C}$ sıcaklık aralığında, 10°C/dk ısıtma hızında ve 30 ml/dk azot akışı şartlarında DSC (PerkinElmer DSC 8000) cihazında yapıldı.

Moleküler ve termal analizler, Bayburt Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı'nda Şekil 3.6'da verilen cihazlar ile gerçekleştirildi.



Şekil 3.6. Moleküler ve termal analizlerde kullanılan FTIR, TGA ve DSC cihazları

3.2.4. Mekanik testler

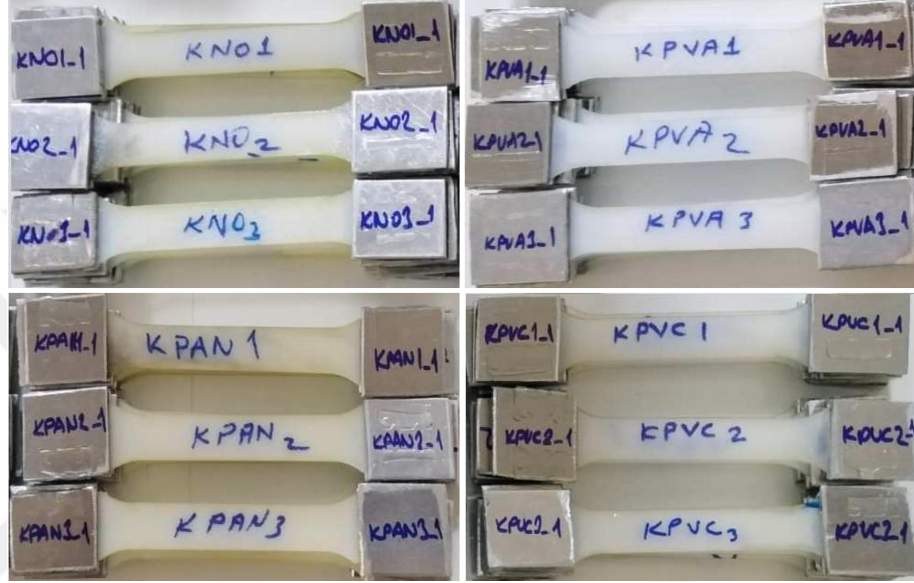
Vakum infüzyon ile elde edilen kompozitlerin mekanik özelliklerinin belirlenmesi amacıyla çekme testleri yapıldı. Bu testlerde numune boyutları Şekil 3.7’de gösterildiği gibi ASTM D638-14 (Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics) standardına uygun olarak ölçülendirildi. 10x15 cm ebatlarında üretilen kompozitlerin her birinden dört adet çekme testi numunesi elde edilecek şekilde CNC lazer kesim tezgâhı ile kesimi yapıldı.



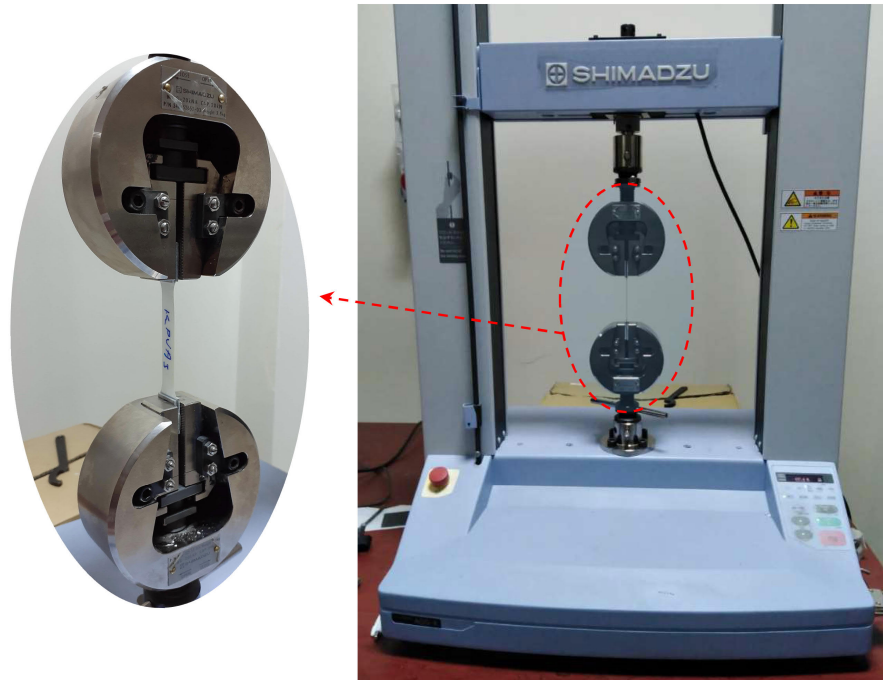
Şekil 3.7. Çekme deneyi numunesi ölçüleri

Deney numunelerinin çekme cihazının çenelerinden sıyrılmasını önlemek amacıyla her iki baş kısımlarına arkalı önlü olmak üzere 2 mm kalınlığında alüminyum plakalar epoksi ile yapıştırıldı. Çekme testleri için hazır hale getirilen kompozit numuneler Şekil 3.8’de gösterildi. Çekme testleri Necmettin Erbakan Üniversitesi, Mühendislik ve Mimarlık Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü Laboratuvarı’nda bulunan 1 kN kapasiteli

Shimadzu marka üniversal çekme-basma cihazında, ASTM D638-14 standardına uygun olarak 2 mm/dk çekme hızında ve oda sıcaklığında gerçekleştirildi (Şekil 3.9). Bu deneyler sonucunda elde edilen veriler ile kompozit numunelerin maksimum gerilme, yüzde uzama, young's modülü ve statik tokluk değerleri belirlendi.



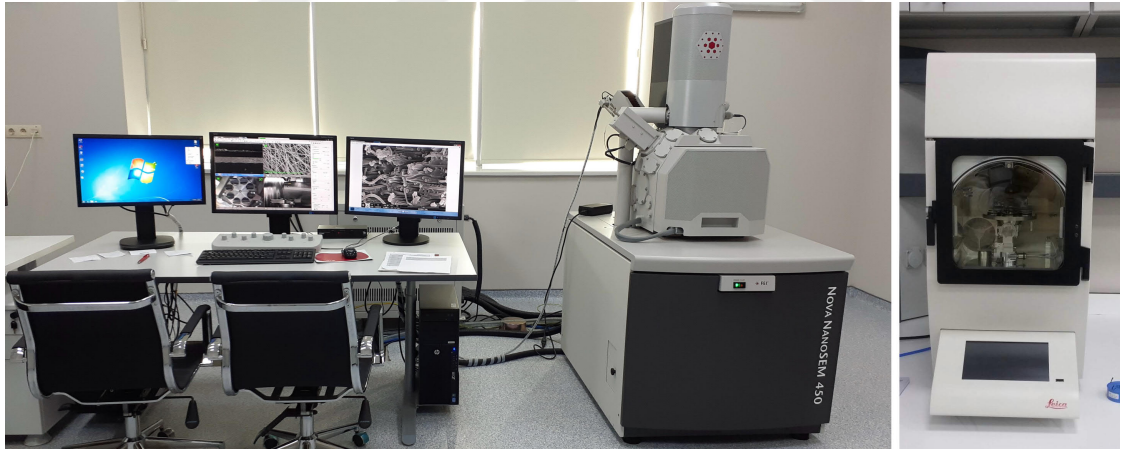
Şekil 3.8. Çekme testi için hazırlanan kompozit numuneler



Şekil 3.9. Üniversal çekme-basma test cihazı

3.2.5. SEM analizleri

Elektro-eğirme ile üretilen nanoelyafların morfolojik özelliklerinin ve çekme testleri sonrasında numunelerde oluşan kırık yüzeylerin incelemeleri Bayburt Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı'nda bulunan Nova NanoSEM 450 marka/model taramalı elektron mikroskobunda (SEM) gerçekleştirildi. İncelenen numuneler yalıtkan oldukları için elektriksel iletkenliği sağlamak ve dolayısıyla yüklenmeyi önlemek amacıyla analiz öncesi yüzeyleri 5 nm kalınlıkta altın/paladyum alaşımı ile kaplandı. Şekil 3.10'da taramalı elektron mikroskobu ve kaplama cihazının resmi verildi. Nanoelyafların SEM analizlerinde her bir polimer için 5000x, 10000x ve 25000x büyütme yapılarak fotoğrafları çekildi ve 50 noktadan çap ölçümü yapıldı. Çekme testleri sonrasında oluşan kırık yüzeylerin hasar incelemeleri için de farklı büyütme oranlarında SEM görüntüleri alındı.



Şekil 3.10. Taramalı elektron mikroskobu ve kaplama cihazı

3.2.6. İstatistiksel analizler

Vakum infüzyon yöntemi ile elde edilen nanoelyaf takviyeli polimer matrisli kompozitlerin güvenilirliklerini, tutarlılıklarını ve tekrar üretilebilirliklerini kontrol etmek amacıyla istatistiksel analizler gerçekleştirildi. Bu amaçla çekme testleri sonucunda elde edilen veriler (maksimum gerilme ve statik tokluk) kullanılarak veri

değişkenleri ve Weibull dağılımı grafikleri çıkarıldı ve yorumlandı. Bu grafikler bilgisayar yazılımları kullanılarak elde edildi. Weibull dağılımındaki grafikler oluşturulurken ilk önce analizi yapılacak veriler küçükten büyüğe doğru sıralandı ve numaralandırıldı. Grafiğin “x” eksenini için $\ln(\text{maksimum gerilme})$ ve $\ln(\text{statik tokluk})$ değerleri bulundu. Grafiğin “y” eksenini için ise ilk olarak Hazen metodunda belirtilen ve Eşitlik 3.1’de verilen denklem ile p olasılık değerleri hesaplandı ve bu değerler kullanılarak Eşitlik 3.2’de verilen denklem ile Weibull değerleri elde edildi.

$$p=(i-0,5)/n \quad (3.1)$$

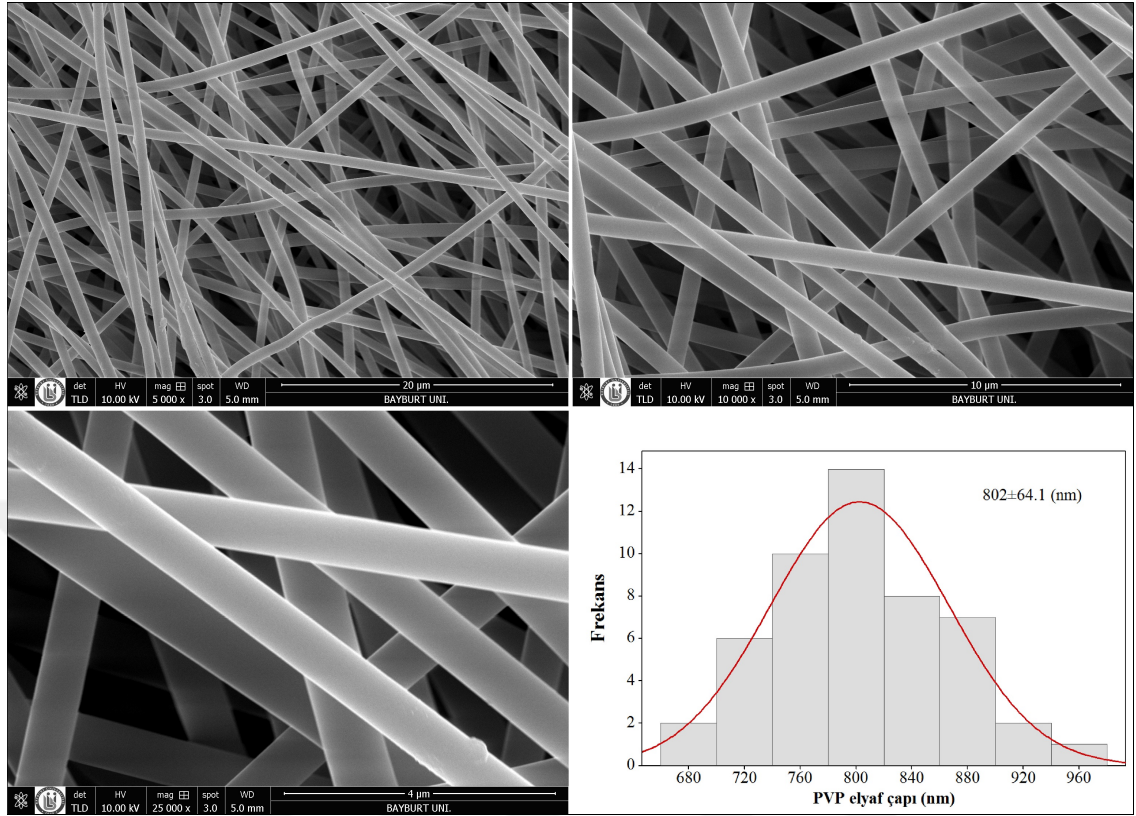
$$W=\ln(\ln(1/(1-p))) \quad (3.2)$$

Burada i , veri sıra sayısını; n , toplam veri adedini ifade etmektedir. Elde edilen “x” ve “y” eksenini değerleri ile grafik oluşturuldu ve bu grafiğe lineer bir eğilim doğrusu çizildi. Weibull dağılımında önemli bir parametre olan Weibull modülü, bu doğrunun eğimine eşittir.

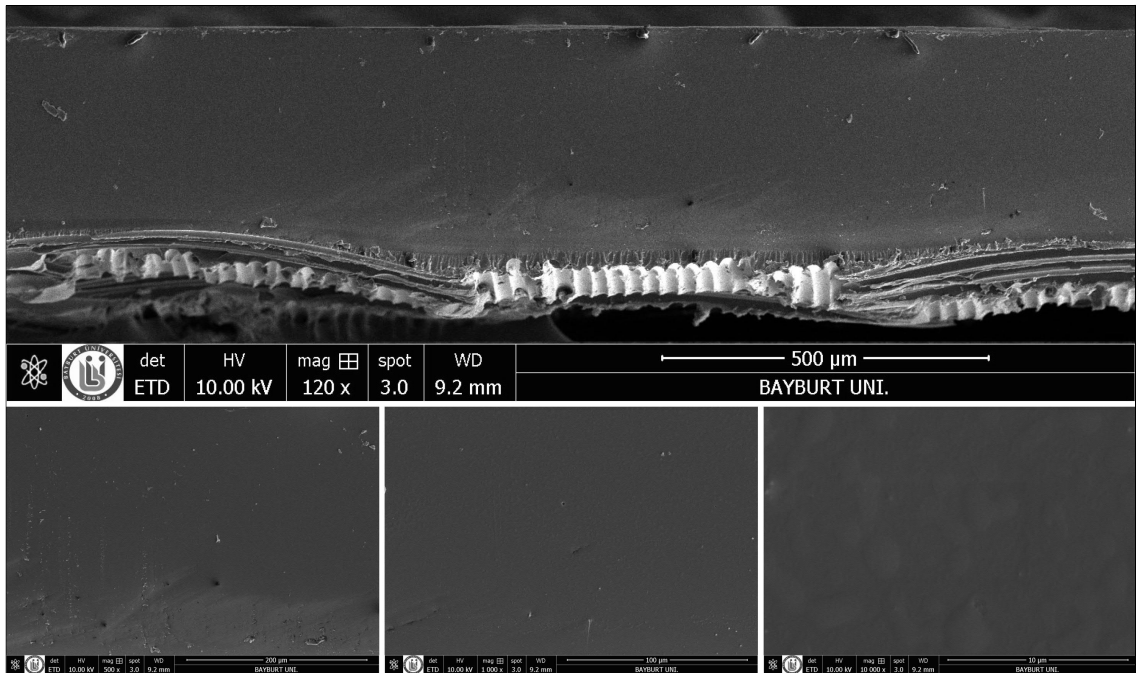
4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA

Bu çalışma kapsamında nanoelyaflarla takviyelendirilen polimer matrisli kompozit üretimi gerçekleştirildi. Çalışmanın ilk aşamasında elektro-eğirme ile N6.6, PAN, PVA, PVC ve PVP polimerlerinden nanoelyaflar elde edildi. Daha sonra bu nanoelyaflar vakum infüzyon tekniği kullanılarak epoksi ile ıslatıldı. Deneysel çalışmalar ile N6.6, PAN, PVA ve PVC polimerlerinden elde edilen numunelere karakterizasyon işlemleri ve mekanik testler uygulanarak değerlendirmeler yapıldı. PVP polimerinden üretilen numunelerin ise sadece SEM analizleri gerçekleştirildi. Bu numunelere sadece SEM analizi yapılmasının sebebi aşağıda belirtilmiştir.

PVP/etanol polimer çözeltisinden elektro-eğirme ile (1,5 ml/h besleme hızı, 11 kV gerilim, 13 cm mesafe ve 500 d/dk toplaç dönme hızı) silindirik kesitli, düzgün, sürekli, pürüzsüz ve boncuksuz yapıya sahip nanoelyaflar üretildi. Şekil 4.1’de SEM görüntüleri verilen PVP nanoelyaflar, bir sonraki işlem olan vakum infüzyon yöntemi kullanılarak epoksi ile ıslatıldı. Kürleşme işleminden sonra yapılan makro incelemelerde oluşan yapının epoksinin şeffaf görüntüsü ile aynı olduğu tespit edildi ve PVP nanoelyafların yapı içerisinde bulunmadığı sonucuna varıldı. Yapılan üç ayrı ıslatma işleminde de aynı durumla karşılaşıldı. Ayrıca oluşan bu yapının çok ince ve gevrek olduğu tespit edildi. Yapı içerisinde detaylı bir şekilde mikro incelemeler yapmak amacıyla SEM görüntülerine bakıldı. Şekil 4.2’deki kırık yüzeylerden elde edilen SEM görüntüleri incelendiğinde yapıda nanoelyaf katmanlarının olmadığı açıkça görüldü. Yapılan bu analizlerde, epoksi ile PVP nanoelyafların kimyasal bir etkileşime girdiği yani PVP nanoelyafların epoksi matris içinde çözündüğü sonucuna varıldı. PVP polimeri ile çalışmanın amacına uygun bir şekilde nanoelyaf takviyeli kompozit yapı oluşmadığı için diğer mekanik testler ve analiz işlemleri bu numuneye uygulanmadı.



Şekil 4.1. PVP'den elde edilen nanoelyafların SEM görüntüleri ve çap dağılımı



Şekil 4.2. PVP nanoelyafların ıslatma sonrası kırık yüzeylerinin SEM görüntüleri

Deneysel çalışmalar ile üretilen numunelerin karakterizasyon işlemleri ve mekanik analizleri gerçekleştirildi. Elde edilen verilerin grafikleri ve tabloları oluşturularak değerlendirildi. Ayrıca mekanik testler sonucunda elde edilen veriler istatistiksel olarak analiz edildi. Deneysel çalışmalar sırasında N6.6, PAN, PVA ve PVC polimeri kullanılarak üretilen nanoelyaf ve kompozit numuneler Çizelge 4.1'deki gibi kodlandı.

Çizelge 4.1. Nanoelyaf ve kompozit numune kodları

	N6.6	PAN	PVA	PVC
Nanoelyaf	EN6.6	EPAN	EPVA	EPVC
Kompozit	KN6.6	KPAN	KPVA	KPVC

Vakum infüzyon ile kompozit üretiminde her bir polimer nanoelyaf için üç ayrı ıslatma işlemi gerçekleştirildi. Vakum infüzyon işlemlerinde kullanılan nanoelyafın ve elde edilen kompozit numunelerin kütleleri hassas terazide tartılarak belirlendi ve ayrıca ağırlıkça nanoelyaf/kompozit oranları hesaplandı (Çizelge 4.2).

Çizelge 4.2. Her bir vakum infüzyon işleminde kullanılan nanoelyafın ve elde edilen kompozitlerin kütleleri ile nanoelyaf/kompozit oranları

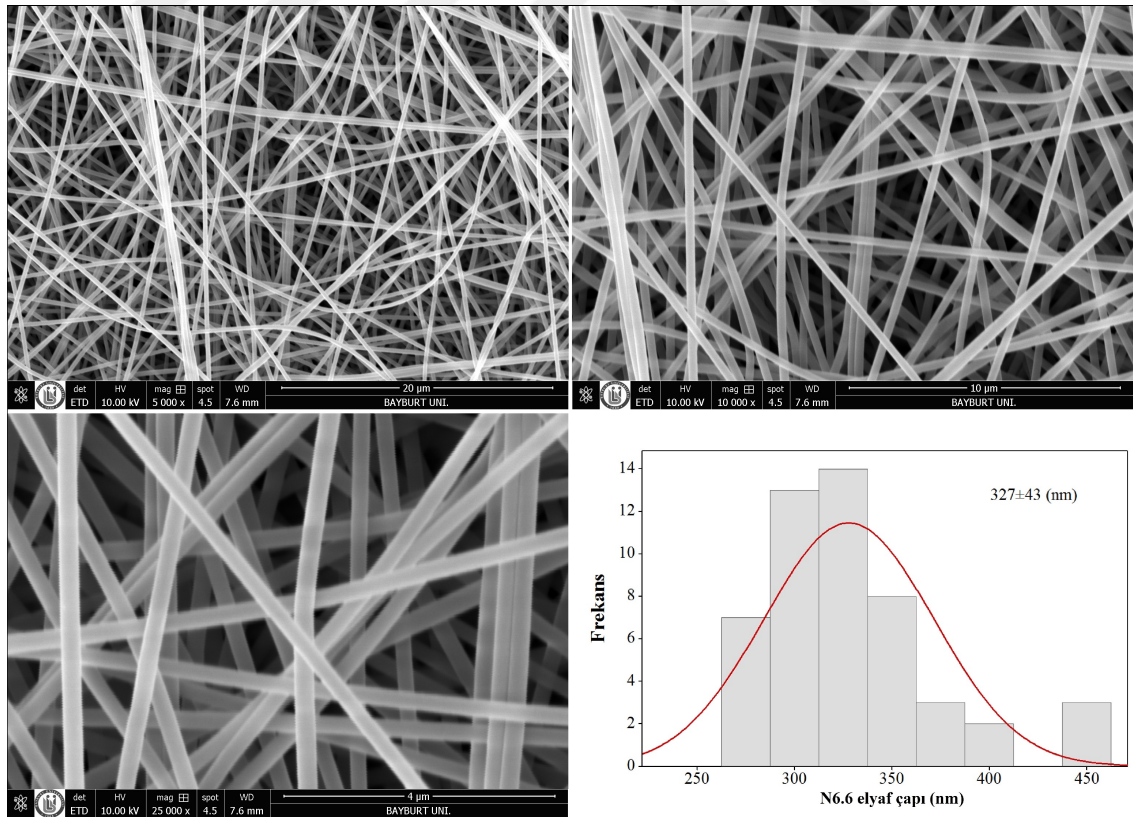
Numune	<i>1. Yapıştırma</i>			<i>2. Yapıştırma</i>			<i>3. Yapıştırma</i>		
	Elyaf (g)	Kompozit (g)	Oran (%)	Elyaf (g)	Kompozit (g)	Oran (%)	Elyaf (g)	Kompozit (g)	Oran (%)
N6.6	1,90	12,03	16	1,92	11,84	16	1,80	11,53	16
PAN	1,72	11,19	15	1,72	11,00	16	1,68	11,50	15
PVA	1,75	7,00	25	1,76	6,80	26	1,75	7,01	25
PVC	1,72	5,70	30	1,68	5,53	30	1,72	5,81	30

4.1. Nanoelyafın SEM Analizi

Elektro-eğirme yöntemiyle N6.6, PAN, PVA ve PVC polimeri kullanılarak elde edilen nanoelyafın çapları ve morfolojik özellikleri taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile vakum altında ve 10 kV gerilimde incelendi. 5000x, 10000x ve 25000x büyütme oranlarında her bir numunenin SEM görüntüleri alındı. Ayrıca alınan bu görüntüler

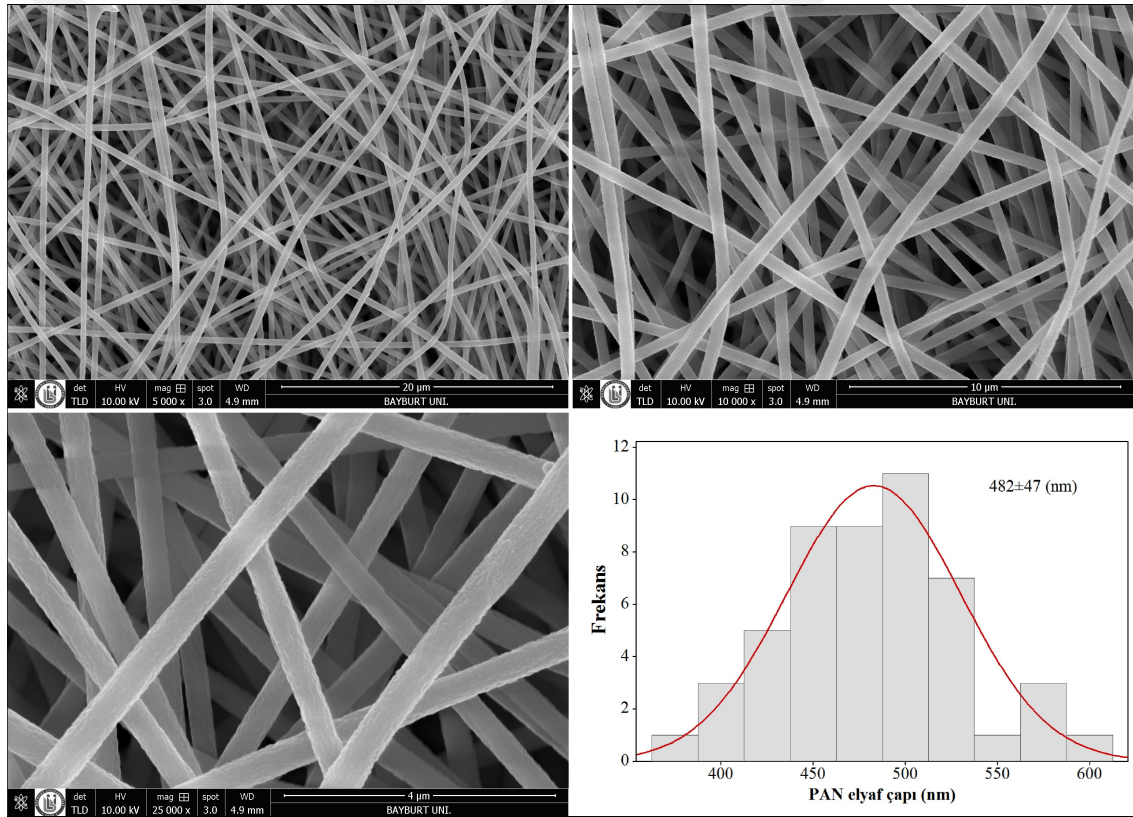
üzerinden 50 farklı noktadan elyaf çaplarının ölçümü yapılarak aritmetik ortalaması hesaplandı ve çap dağılım grafikleri çıkarıldı.

Şekil 4.3'te ağırlıkça % 10 N6.6/FA:DCM polimer çözeltisinden, 0,9 ml/h besleme hızı, 22 kV gerilim değeri, 10 cm mesafe ve 500 d/dk toplaç dönme hızı işlem parametrelerinde elde edilen nanoelyafların SEM görüntüleri ve elyaf çap dağılımları verildi. SEM görüntüleri incelendiğinde tek biçimli, silindirik kesitli, düzgün, pürüzsüz ve boncuksuz yapıya sahip elyafların üretildiği görüldü. Görüntüler üzerinden alınan ölçümler sonucunda elyaf çaplarının 265-459 nm aralığında olduğu tespit edildi. Ortalama çap değeri 327 ± 43 nm olarak hesaplandı. Alghoraibi (2014), PA6.6 polimeri ile farklı konsantrasyon değerlerinde elektro-eğirme yöntemini kullanarak gerçekleştirdiği çalışmasında, ağırlıkça % 10 konsantrasyonda nanoelyaf çaplarını ortalama 273 nm olarak tespit etmiştir.



Şekil 4.3. N6.6'dan elde edilen nanoelyafların SEM görüntüleri ve çap dağılımı

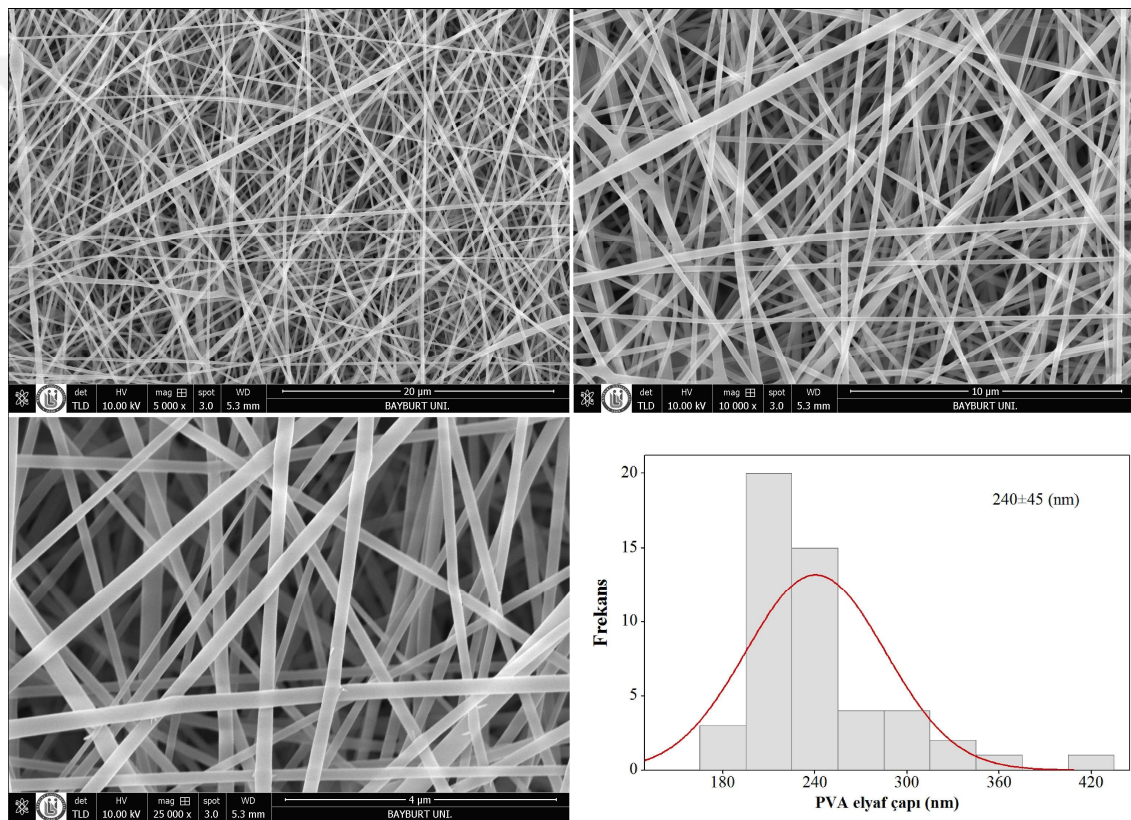
Elektro-eğirme yöntemiyle ağırlıkça % 10 PAN/DMF polimer çözeltisinden, 1 ml/h besleme hızı, 15 kV gerilim değerinde, 11 cm mesafede ve 500 d/dk toplaç dönme hızı işlem parametrelerinde elde edilen nanoelyafların SEM görüntüleri ve elyaf çap dağılımları Şekil 4.4'te verilmiştir. SEM görüntüleri incelendiğinde silindirik kesitli, sürekli, pürüzlü ve boncuksuz yapıya sahip elyafların üretildiği görüldü. Yapılan ölçümler sonucunda 378 nm ile 592 nm aralığında elyaf çaplarının değiştiği ve ortalama çap değerinin 482 ± 47 nm olduğu belirlendi. Yapılan çalışmalarda elektro-eğirme tekniği kullanılarak benzer morfolojik yapıya sahip nanoelyafların üretildiği rapor edilmiştir (Wu *et al.* 2012; Khan *et al.* 2015; Jin *et al.* 2017).



Şekil 4.4. PAN'dan elde edilen nanoelyafların SEM görüntüleri ve çap dağılımı

Şekil 4.5'te ağırlıkça % 10 PVA/saf su karışımına % 1'lik SDS solüsyonu eklenerek hazırlanan polimer çözeltisinden elde edilen nanoelyafların SEM görüntüleri ve elyaf çap dağılımları verilmiştir. Bu nanoelyaflar 0,8 ml/h besleme hızında, 20 kV gerilim değerinde, 11 cm mesafede ve 500 d/dk toplaç dönme hızında elektro-eğirme yöntemiyle

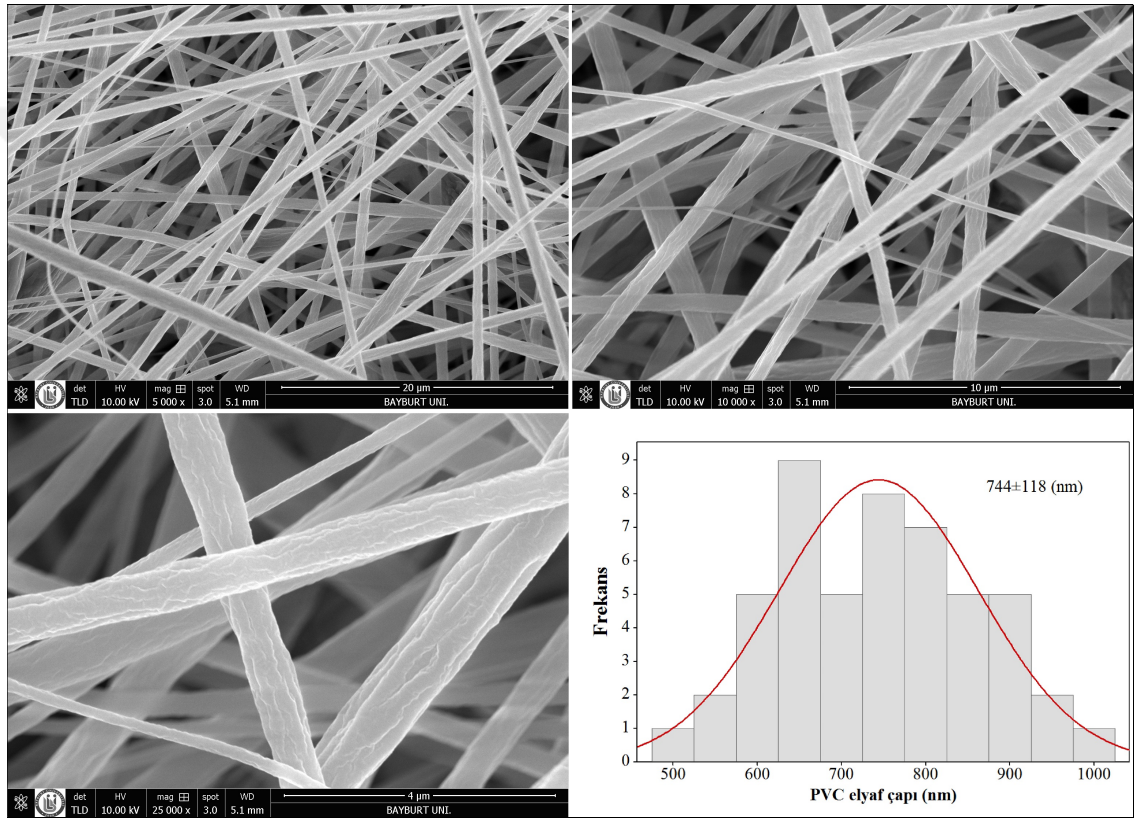
üretildi. Şekil 4.5'teki SEM görüntüleri incelendiğinde silindirik kesitli, düz, sürekli ve nano boyutta EPVA elyafların üretildiği görüldü. Ayrıca bazı EPVA nanoelyaf yüzeylerin SEM analizinde eser miktarda boncuk oluşumu gözlemlendi. Bu görüntüler üzerinden alınan ölçümler sonucunda elyaf çaplarının 183-421 nm aralığında olduğu tespit edildi. Ortalama çap değeri 240 ± 45 nm olarak hesaplandı. Zhang *et al.* (2005) ve Ding *et al.* (2002) yaptıkları çalışmalarında, elektro-eğirme ile PVA polimerini kullanarak çapları 500 nm'nin altında nanoelyaflar ürettiklerini rapor etmişlerdir.



Şekil 4.5. PVA'dan elde edilen nanoelyafların SEM görüntüleri ve çap dağılımı

Elektro-eğirme yöntemiyle ağırlıkça % 15 PVC/DMF:THF polimer çözeltisinden 1,5 ml/h besleme hızı, 12 kV gerilim değerinde, 15 cm mesafede ve 500 d/dk toplam dönme hızı işlem parametrelerinde elde edilen nanoelyafların SEM görüntüleri ve elyaf çap dağılımları Şekil 4.6'da verilmiştir. SEM görüntüleri incelendiğinde silindirik kesitli, sürekli ve pürüzlü bir yüzeye sahip nanoelyafların üretildiği görüldü. Ayrıca bu elyafların SEM analizleri sırasında bazı bölgelerde boncuklu yapıların oluştuğu gözlemlendi. SEM

görüntüleri üzerinden alınan ölçümler sonucunda 504 nm ila 982 nm aralığında elyaf çaplarının değiştiği ve ortalama çap değerinin 744 ± 118 nm olduğu belirlendi. Şekil 4.6'daki grafik incelendiğinde üretilen elyafların oldukça geniş aralıkta çap dağılımının olduğu görüldü. PVC/DMF:THF polimer çözeltisinden üretilen nanoelyafların morfolojileri daha önceki yapılan çalışmalar ile benzerlik göstermektedir (Lee *et al.* 2002; Phatcharasit *et al.* 2013; Tarus *et al.* 2016).



Şekil 4.6. PVC'den elde edilen nanoelyafların SEM görüntüleri ve çap dağılımı

Elektro-eğirme yöntemi ile N6.6, PAN, PVA ve PVC polimerlerinden elde edilen nanoelyafların çaplarındaki değişim karşılaştırmalı olarak Çizelge 4.3'te verilmiştir. Bu çizelgeye göre en düşük çapa sahip elyafların PVA polimerinden, en yüksek çapa sahip elyafların ise PVC polimerinden elde edildiği görüldü. Ortalama çap değeri 327 ± 43 nm olan EN6.6 nanoelyafının diğer elyaflara göre daha dar bir çap dağılımına sahip olduğu tespit edildi. Elde edilen nanoelyaflar içerisinde en geniş çap dağılımı ve en yüksek standart sapma değeri EPVC nanoelyaflarda görüldü. EN6.6, EPAN ve EPVA

nanoelyaflarının ap daėılımları ve standart sapma deėerlerinin birbirine yakın olduėu tespit edildi.

izelge 4.3. retilen nanoelyafların aplarındaki deėişimin karşılaştırılması

	EN6.6	EPAN	EPVA	EPVC
Minimum	265	378	183	504
Maksimum	459	592	421	982
Ortalama	327	482	240	744
Standart sapma	43	47	45	118

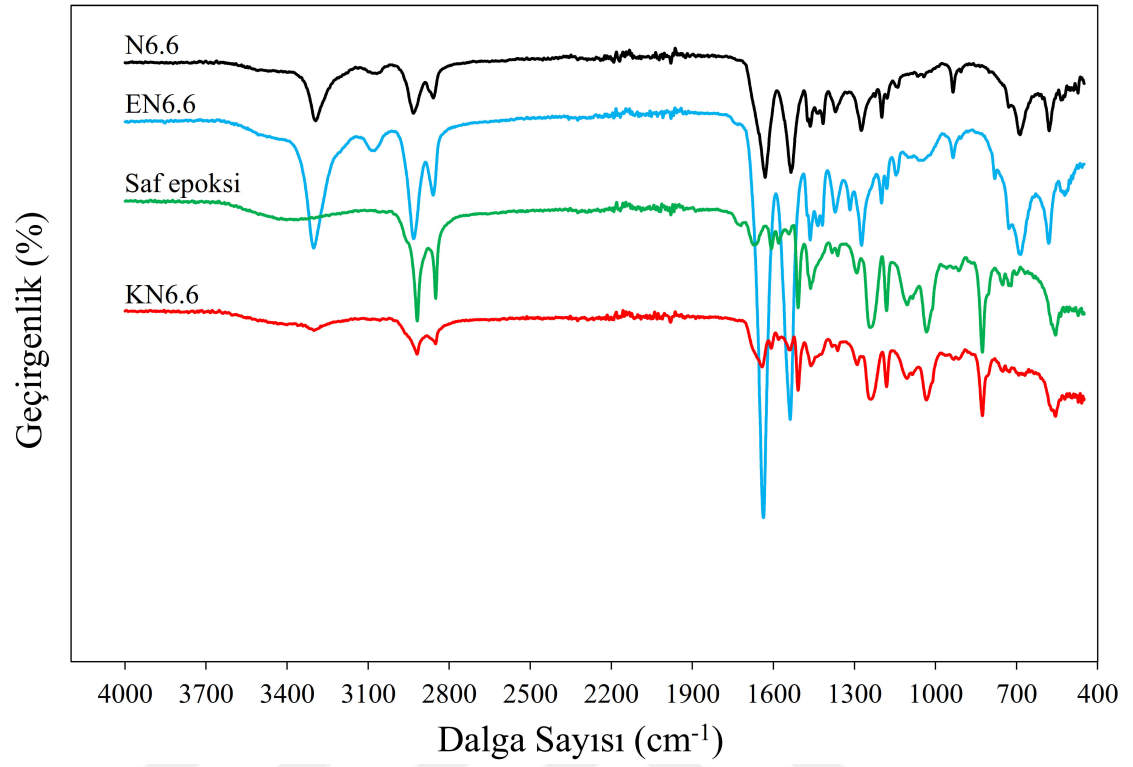
4.2. Nanoelyaf ve Kompozit Numunelerin FTIR Analizi

Nanoelyafların ve kompozitlerin retimleri sırasında numunelerin kimyasal yapılarında bir deėişimin veya etkileşimin olup olmadığını belirlemek amacıyla FTIR analizleri yapıldı. Analizler sonucu elde edilen spektrum eėrileri Şekil 4.7’de verilmiştir. Bu spektrum eėrileri kullanılarak fonksiyonel gruplar tespit edildi.

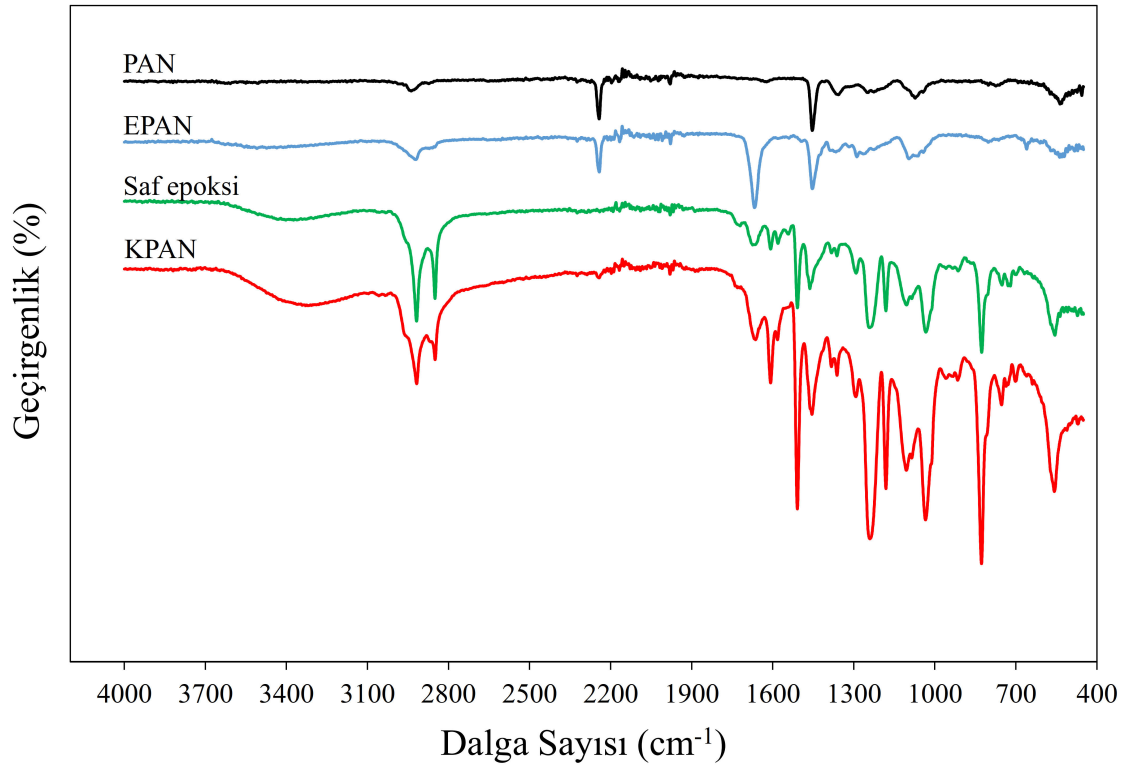
N6.6 ve EN6.6’nın FTIR spektrumları Şekil 4.7a’da verilmiştir. N6.6 polimerine ait spektrumda, 3300 cm^{-1} ’deki keskin pik N-H gerilmesini, 2855 cm^{-1} ve 2938 cm^{-1} ’deki pikler ise C-H gerilmelerini göstermektedir (Haggenmueller *et al.* 2006). Amid I ve amid II pikleri sırasıyla 1630 cm^{-1} ve 1535 cm^{-1} bandında görüldü (Linggawati *et al.* 2009). Yaklaşık 938 cm^{-1} ve 1198 cm^{-1} bandında N6.6’ya ait karakteristik kristalin piklerin olduėu gözlemlendi (Navarro-Pardo *et al.* 2013). N6.6 polimerinden elektro-eėirme ile elde edilen EN6.6 nanoelyafının spektrumu incelendiğinde N6.6 spektrumundan farklı bir pik tespit edilmedi. Bu durum elektro-eėirme işlemi sırasında yapıda kimyasal bir deėişimin olmadığını ve EN6.6 nanoelyafının N6.6 polimerinden üretildiğini destekler niteliktedir. Şekil 4.7b’de PAN polimerine ve EPAN nanoelyafına ait FTIR spektrumları verilmiştir. PAN’nın spektrumu incelendiğinde 2937 cm^{-1} ’de C-H gerilmelerine ve 2240 cm^{-1} ’de $\text{C}\equiv\text{N}$ (nitril) gerilmelerine ait pikler tespit edildi. Bununla birlikte CH gruplarının gerilme titreşiminden kaynaklı 1480 cm^{-1} , 1360 cm^{-1} , 1246 cm^{-1} ve 1225 cm^{-1} ’de karakteristik pikler gözlemlendi (Parlayıcı *et al.* 2019). PAN polimeri ile EPAN nanoelyafının spektrumu karşılaştırıldığında yaklaşık 3500 cm^{-1} civarında düşük

yoğunlukta OH (hidroksil) grubuna ait yayvan bir pik ve 1635 cm^{-1} 'de C=O gerilmesine ait keskin bir pik oluştuğu görüldü. C=O gerilme titreşiminin çözücü olarak kullanılan DMF'den (Chou *et al.* 2013), O-H gerilmesinin ise havanın neminden kaynaklandığı düşünülmektedir. PVA polimerinin ve EPVA nanoelyafının FTIR spektrumları Şekil 4.7c'de verilmiştir. PVA'nın spektrumu incelendiğinde 3300 cm^{-1} , $2935\text{--}2900\text{ cm}^{-1}$, $1410\text{--}1316\text{ cm}^{-1}$ ve 1083 cm^{-1} 'de karakteristik pikler görüldü. Bunlar sırasıyla O-H gerilme, asimetrik-simetrik C-H gerilme, C-H eğilme ve C-O gerilme titreşimlerine atfedilmektedir (Estevez-Areco *et al.* 2018). EPVA'nın spektrumuna bakıldığında PVA'nın karakteristik piklerini taşıdığı görüldü. Şekil 4.7d'de PVC polimerine ve EPVC nanoelyafına ait FTIR spektrumları verilmiştir. PVC'nin spektrumu incelendiğinde 2966 cm^{-1} 'de C-H gerilme, 2912 ve 2850 cm^{-1} 'de asimetrik ve simetrik gerilme, 1426 cm^{-1} , 1330 cm^{-1} ve 1245 cm^{-1} 'de C-H eğilme, 1095 cm^{-1} 'de iskelet, 958 cm^{-1} ve 830 cm^{-1} 'de C-H sallanma, 685 cm^{-1} ve 610 cm^{-1} 'de ise C-Cl gerilme titreşimleri görüldü (Zhou *et al.* 2016). EPVC'ye ait spektrum incelendiğinde PVC'nin spektrumuna benzer pikler taşıdığı, ancak 3400 cm^{-1} 'de ve 1670 cm^{-1} 'de farklı pikler olduğu tespit edildi. Bu farklı piklerin EPAN numunesindeki gibi benzer durumlardan kaynaklandığı düşünülmektedir.

Şekil 4.7'deki kompozit numunelerin matris bileşeni olan saf epoksinin spektrumu incelendiğinde yaklaşık 3380 cm^{-1} bandında hidroksil grubuna ait gerilmeler, $2851\text{--}2918\text{ cm}^{-1}$ simetrik-asimetrik C-H gerilmeleri gözlemlendi. Bununla beraber 1606 cm^{-1} , 1510 cm^{-1} ve 1460 cm^{-1} 'de C-C gerilmesine, 1240 cm^{-1} , 1240 cm^{-1} ve 1180 cm^{-1} 'de C-O gerilmesine, 828 cm^{-1} 'de ise C-H gerilmesine karşılık gelen pikler görüldü (Maity *et al.* 2008). KN6.6, KPAN, KPVA ve KPVC kompozit numunelerinin spektrumu incelendiğinde bu numunelerin takviye bileşenlerinin (EN6.6, EPAN, EPVA, EPVC) ve saf epoksinin karakteristik piklerinin oluştuğu, yeni piklerin oluşmadığı tespit edildi. Kompozit numunelerin spektrumlarının yapısında hacimce yüksek oranda olan saf epoksiye daha çok benzediği görüldü. Kompozitlerde yeni bir pik görülmemesi, bu numuneleri oluşturan bileşenlerin kimyasal niteliğini aynı şekilde koruduğu ve birbirleri ile sadece fiziksel etkileşimde bulunduğu şeklinde yorumlanmaktadır.

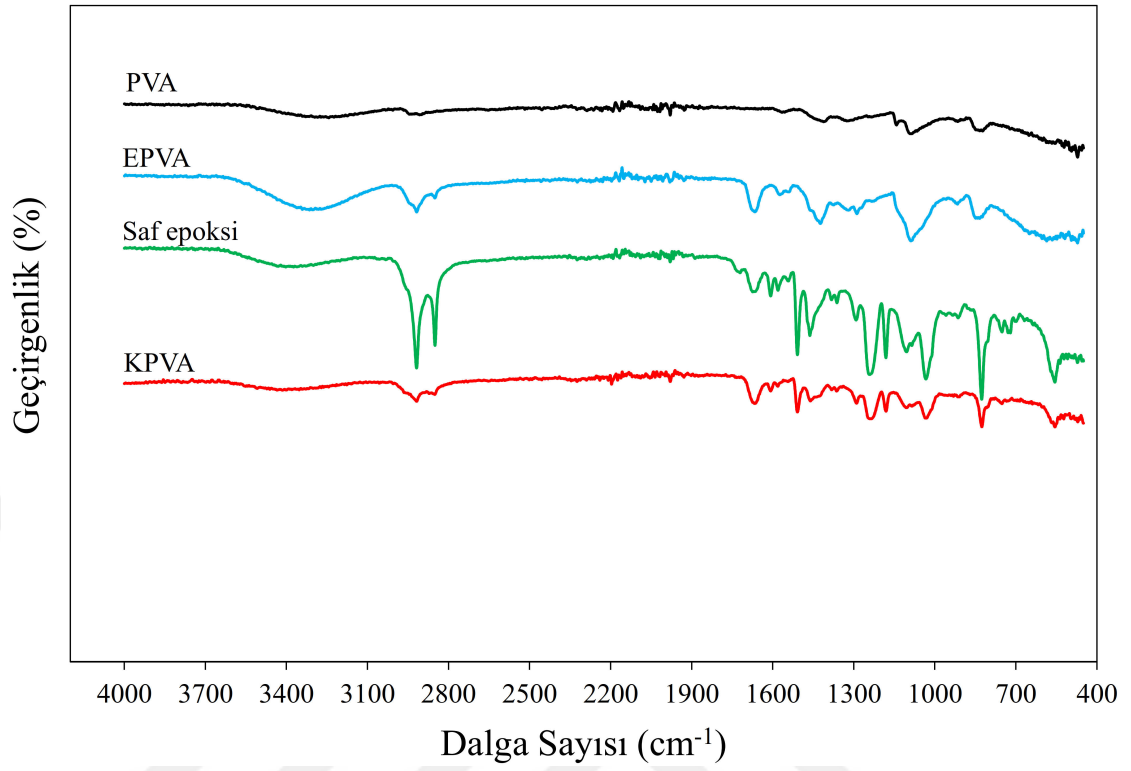


a)

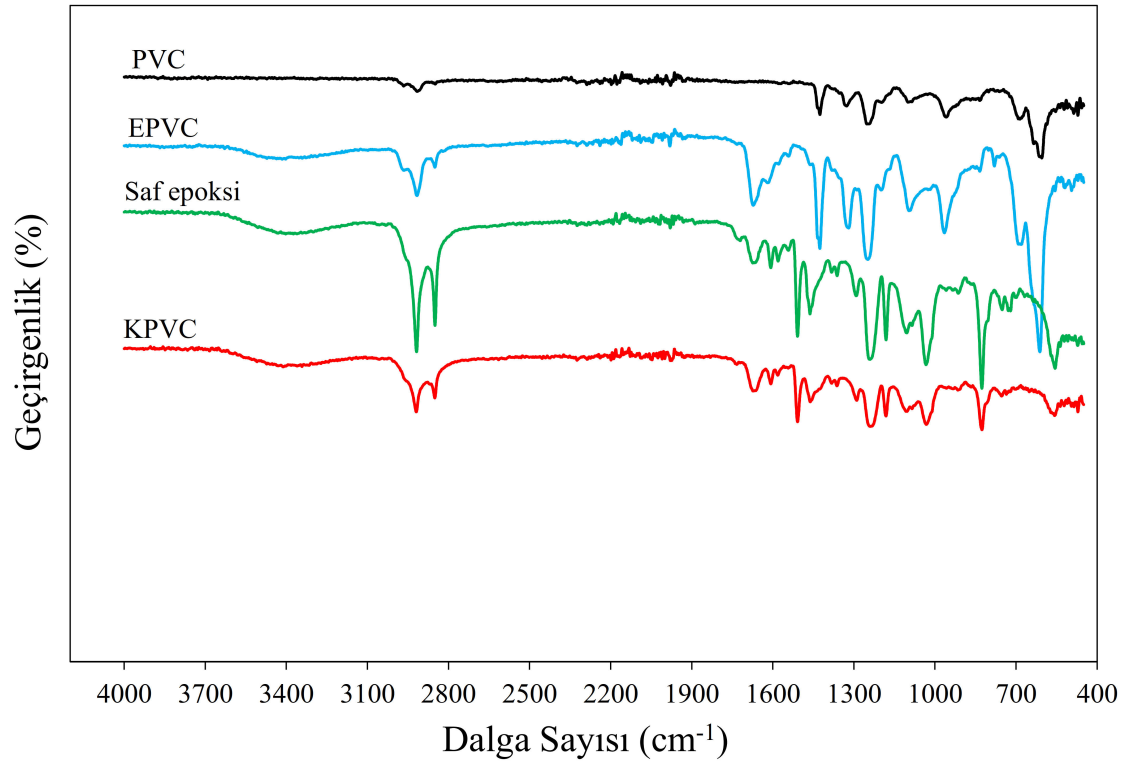


b)

Şekil 4.7. a) N6.6, EN6.6, KN6.6, b) PAN, EPAN, KPAN, c) PVA, EPVA, KPVA d) PVC, EPVC, KPVC ve saf epoksinin FTIR spektrumları



c)



d)

Şekil 4.7. a) N6.6, EN6.6, KN6.6, b) PAN, EPAN, KPAN, c) PVA, EPVA, KPVA d) PVC, EPVC, KPVC ve saf epoksinin FTIR spektrumları (devamı)

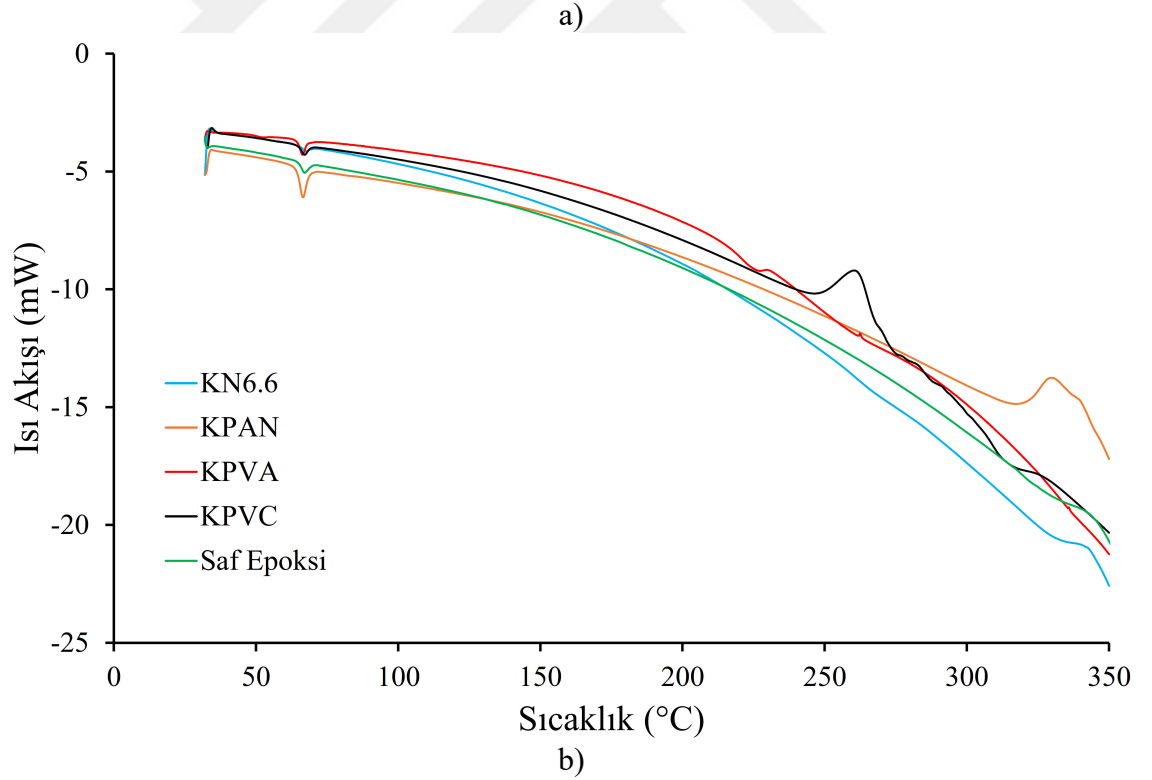
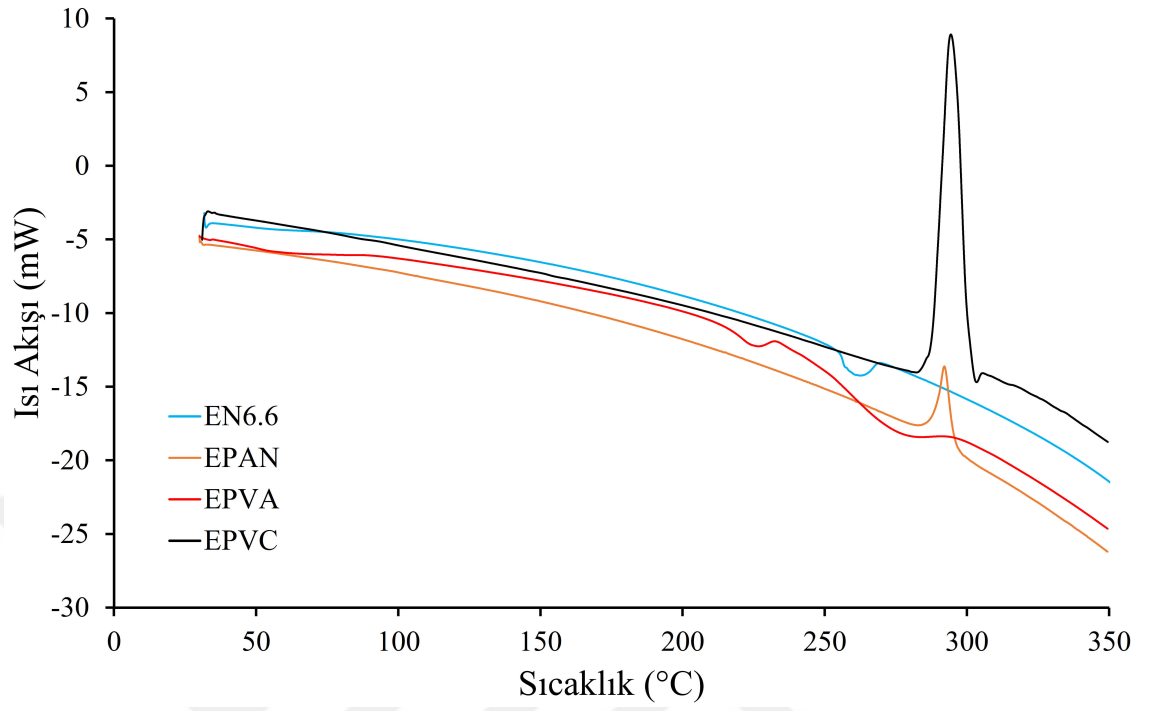
4.3. Nanoelyaf ve Kompozit Numunelerin DSC Analizi

Polimerlerin ısıya karşı verdiği tepkiyi ölçmek ve analiz etmek için DSC yöntemi kullanılmaktadır. Bu analizler ile camsı geçiş sıcaklığı, erime sıcaklığı ve entalpi değeri gibi polimerlerin karakteristik özellikleri belirlenmektedir (Drzeżdżon *et al.* 2019). Bu bağlamda yapılan bu çalışmada nanoelyafların, kompozitlerin ve saf epoksinin 30-350°C sıcaklık aralığında gerçekleştirilen DSC analizlerinden elde edilen grafikler Şekil 4.8’de verilmiştir. Ayrıca numunelere ait camsı geçiş sıcaklığı (T_g), erime sıcaklığı (T_m) ve reaksiyon entalpisi (ΔH) değerleri grafik üzerinden hesaplanarak Çizelge 4.4’te sunulmuştur.

Elektro-eğirme ile üretilen EN6.6, EPAN, EPVA ve EPVC nanoelyafların DSC analizleri sonucunda elde edilen T_g ve T_m değerleri literatürdeki yapılan çalışmalar ile benzerlik göstermektedir (Carrizales *et al.* 2008; Naebe *et al.* 2008; Wu *et al.* 2012; Abbasi *et al.* 2014; Ekrem 2017; Al-Attabi *et al.* 2018). Çizelge 4.4’teki aynı şartlar altında (oda sıcaklığı yaklaşık 25°C) kürleştirilen saf epoksi ile kompozit numunelerin T_g değerleri karşılaştırıldığında hemen hemen aynı değerler sergilediği ($T_g \approx 65^\circ\text{C}$) görülmektedir. Fakat bu numunelerin T_m değerlerine bakıldığında farklı değerlere sahip olduğu tespit edildi. KN6.6 numunesi, saf epoksi ile benzer termal davranışlar sergilediği görüldü. KPAN, KPVA ve KPVC numunelerinin T_m değerlerine bakıldığında saf epoksinin erime sıcaklığından sırasıyla yaklaşık % 4, % 35 ve % 24 daha düşük olduğu tespit edildi.

Çizelge 4.4. Nanoelyafların, kompozitlerin ve saf epoksinin T_g , T_m ve ΔH değerleri

Numune	DeneySEL Sonuçlar			Numune	DeneySEL Sonuçlar		
	T_g (°C)	T_m (°C)	ΔH (J/g)		T_g (°C)	T_m (°C)	ΔH (J/g)
EN6.6	66,7	260,6	52,4	KN6.6	65,4	341,6	30,9
EPAN	105,2	292,1	27,6	KPAN	65,1	329,8	103,3
EPVA	74,6	224,1	46,6	KPVA	65,3	226,3	11,2
EPVC	89,7	294,3	1025,3	KPVC	65,9	260,7	148,9
				Saf epoksi	65,7	342,9	28,1



Şekil 4.8. a) nanoelyafların, b) kompozitlerin ve saf epoksinin DSC grafikleri

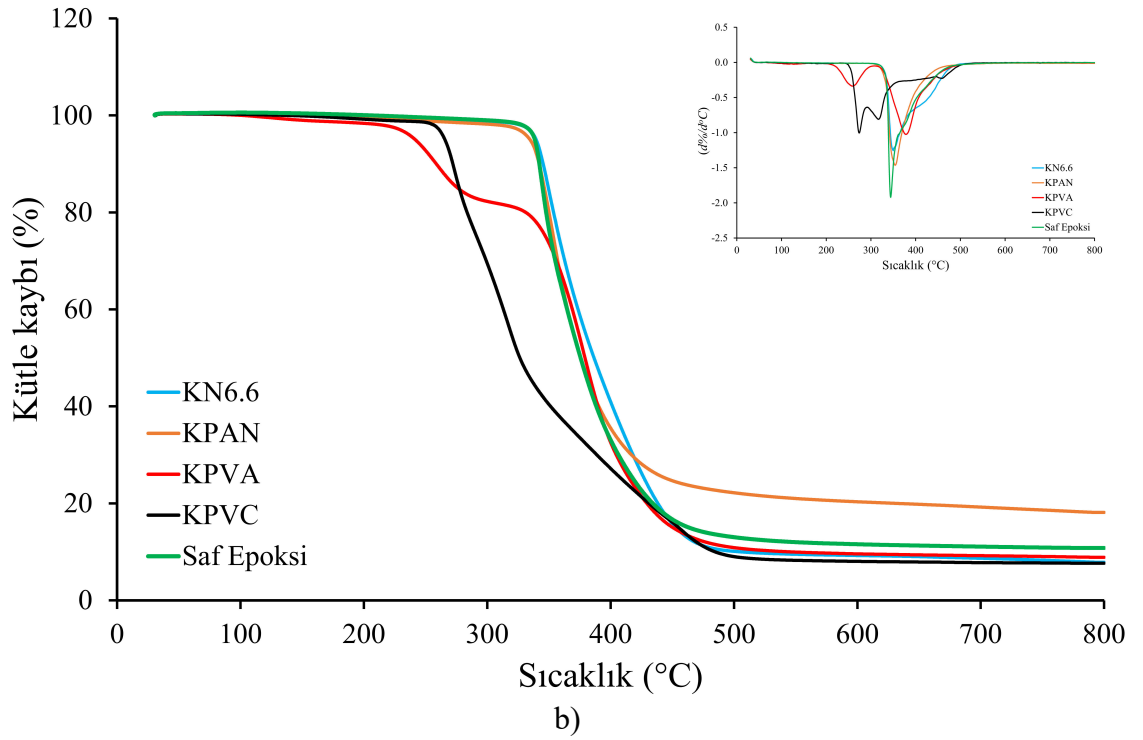
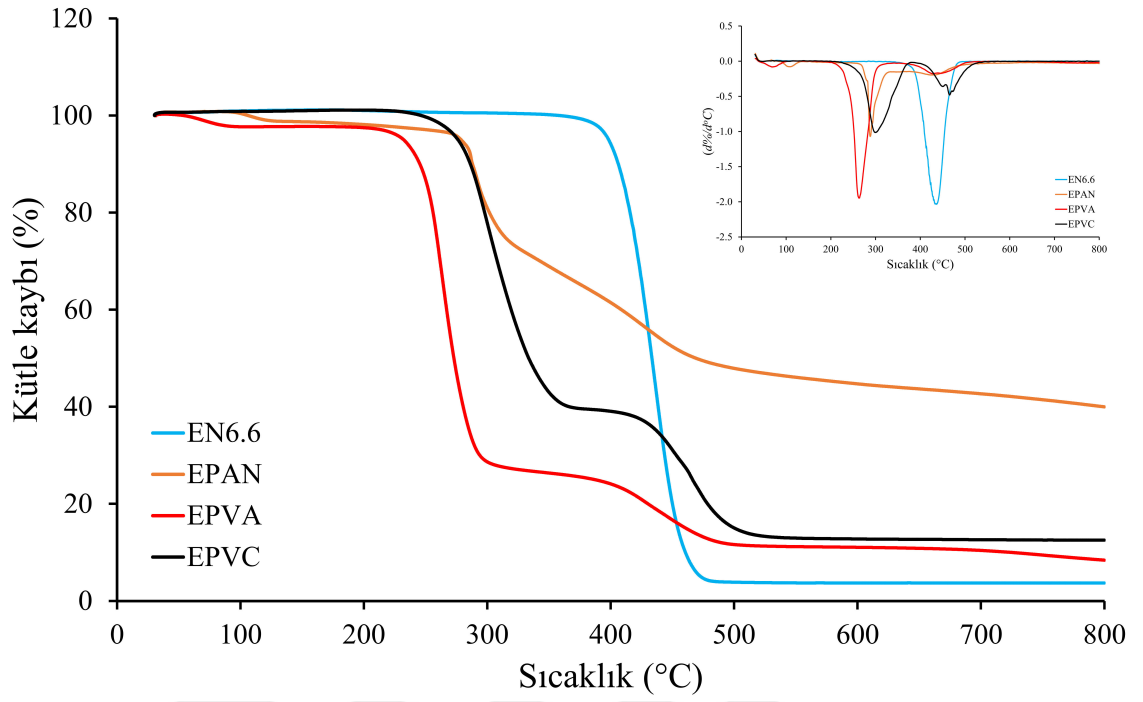
4.4. Nanoelyaf ve Kompozit Numunelerin TGA Analizi

Nanoelyafların, kompozitlerin ve saf epoksinin 30-800°C sıcaklık aralığında ve azot atmosferinde gerçekleştirilen TGA analizlerinden elde edilen termogram eğrileri ve bu eğrilerin birinci türevi hesaplanarak elde edilen grafikler Şekil 4.9'da verilmiştir. Ayrıca numunelere ait bozunma başlama sıcaklığı (T_{di}), bozunma bitiş sıcaklığı (T_{ds}), % 5 kütle kaybının olduğu sıcaklık (T_{d5}), maksimum bozunma sıcaklığı (T_d) ve 800°C'deki kömürleşme miktarı termogram eğrilerinden hesaplanarak Çizelge 4.5'te sunulmuştur.

Nanoelyaf arasında en iyi termal kararlılığın tek aşamada bozunma gösteren EN6.6'da olduğu tespit edildi. EPAN ve EPVA numunelerinin düşük sıcaklık değerlerinde başlayarak kademeli olarak bozunduğu görüldü. Ayrıca bu numunelerde 800°C'den sonra da bozunma reaksiyonlarının devam ettiği düşünülmektedir. EPVC numunesi ise 246 °C ila 547°C arasında iki aşamada bozunma gösterdi. Kompozit numunelerin matris bileşeni olan saf epoksi tek aşamada bozularak % 89,2 kütle kaybına uğradığı tespit edildi. Saf epoksi ile kompozit numuneler karşılaştırıldığında, KN6.6'nın saf epoksi ile benzer termal davranışlar sergilediği görülmektedir. KPAN numunesi saf epoksiye göre daha geniş sıcaklık aralığında ve tek aşamada bozunma gösterdiği belirlendi. KPVA ve KPVC numuneleri takviye bileşenleri olan EPVA ve EPVC'deki gibi kademeli olarak bozunma sergilediği tespit edildi.

Çizelge 4.5. Nanoelyafların, kompozitlerin ve saf epoksinin T_{di} , T_{ds} , T_{d5} , T_d değerleri ve 800°C'deki kömürleşme miktarı

Numune	DeneySEL Sonuçlar				800°C'deki kömürleşme miktarı (%)
	T_{di} (°C)	T_{ds} (°C)	T_{d5} (°C)	T_d (°C)	
EN6.6	359	507	395	435	3,7
EPAN	108	≥ 800	273	281	39,9
EPVA	54	≥ 800	226	263	8,4
EPVC	246	547	272	300	12,5
KN6.6	203	667	339	350	7,8
KPAN	162	≥ 800	331	353	18,1
KPVA	102	650	236	378	8,8
KPVC	148	568	263	273	7,6
Saf epoksi	216	651	338	343	10,8

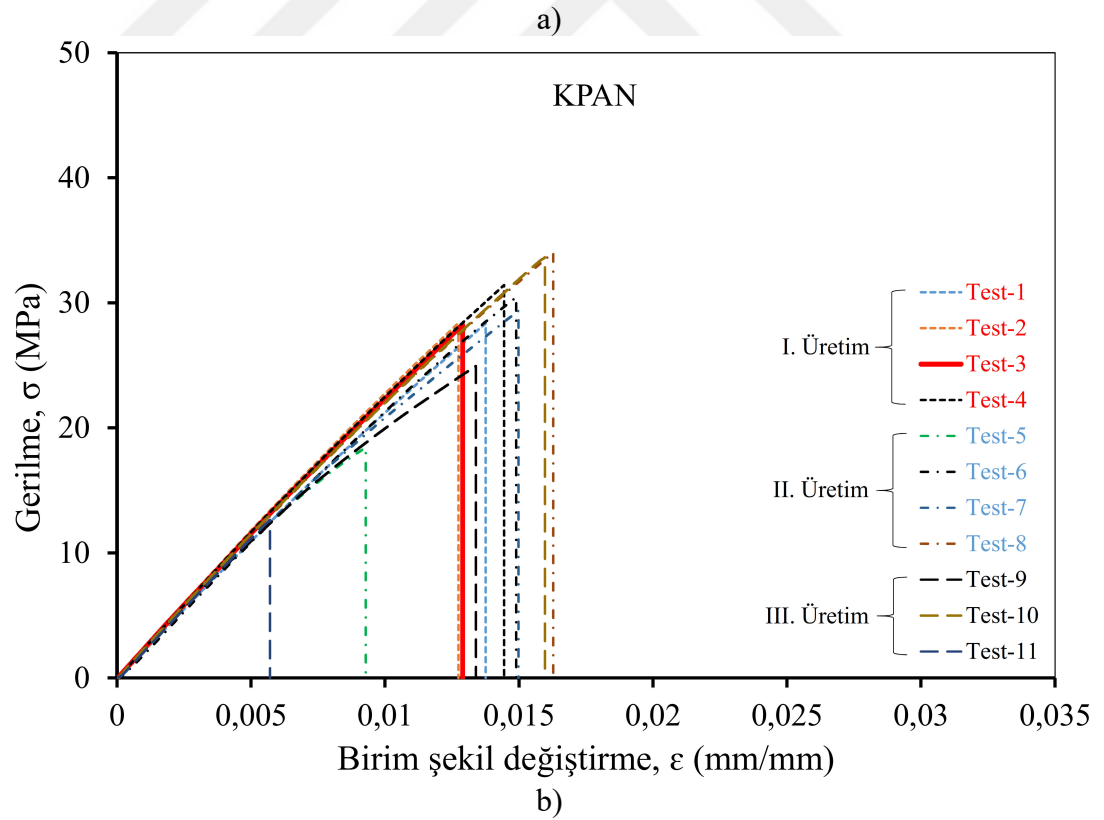
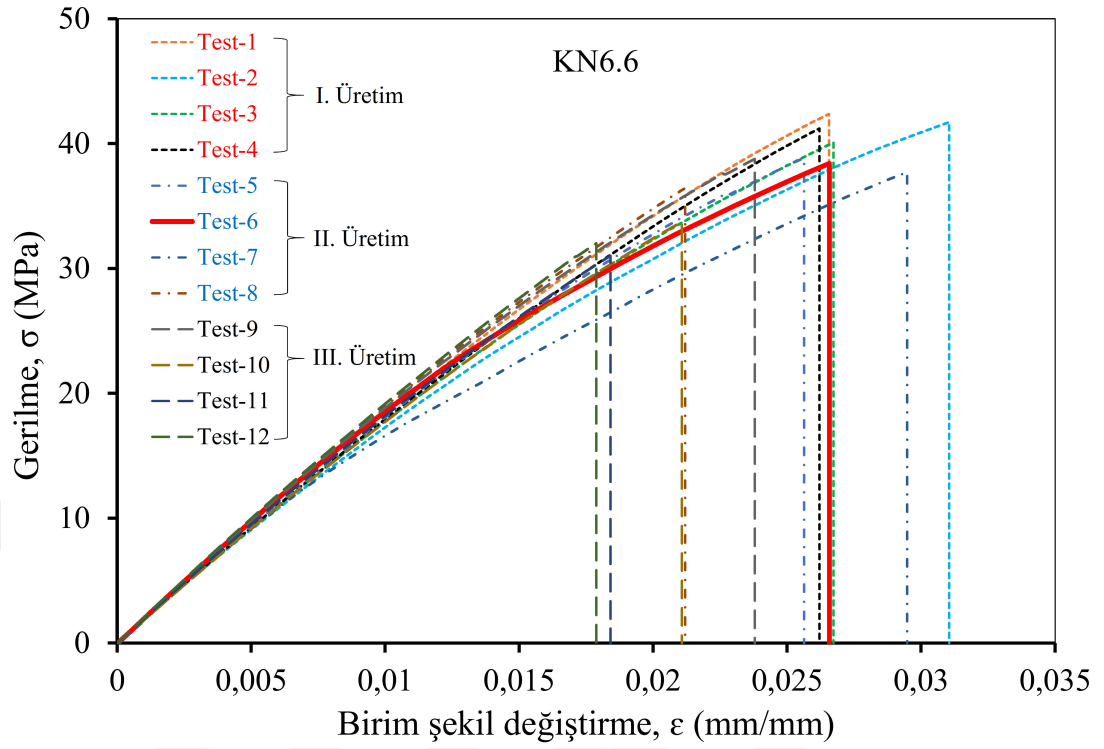


Şekil 4.9. a) nanoelyafların, b) kompozitlerin ve saf epoksinin termogram eğrileri

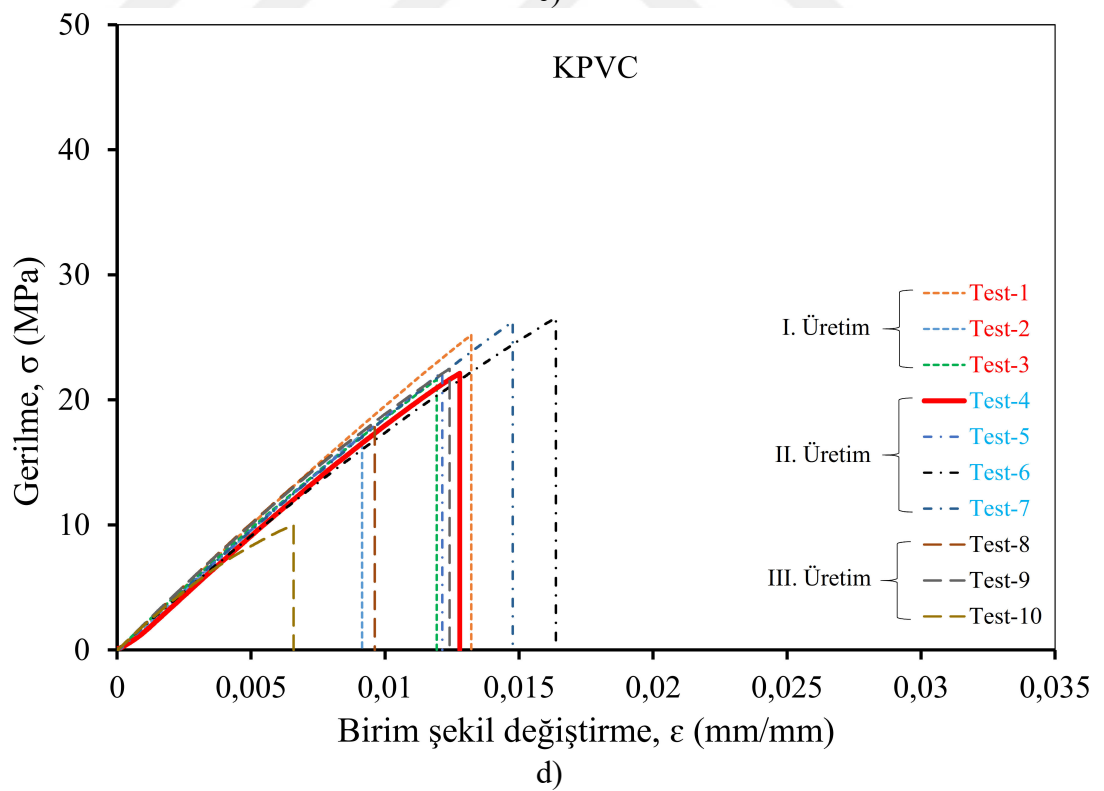
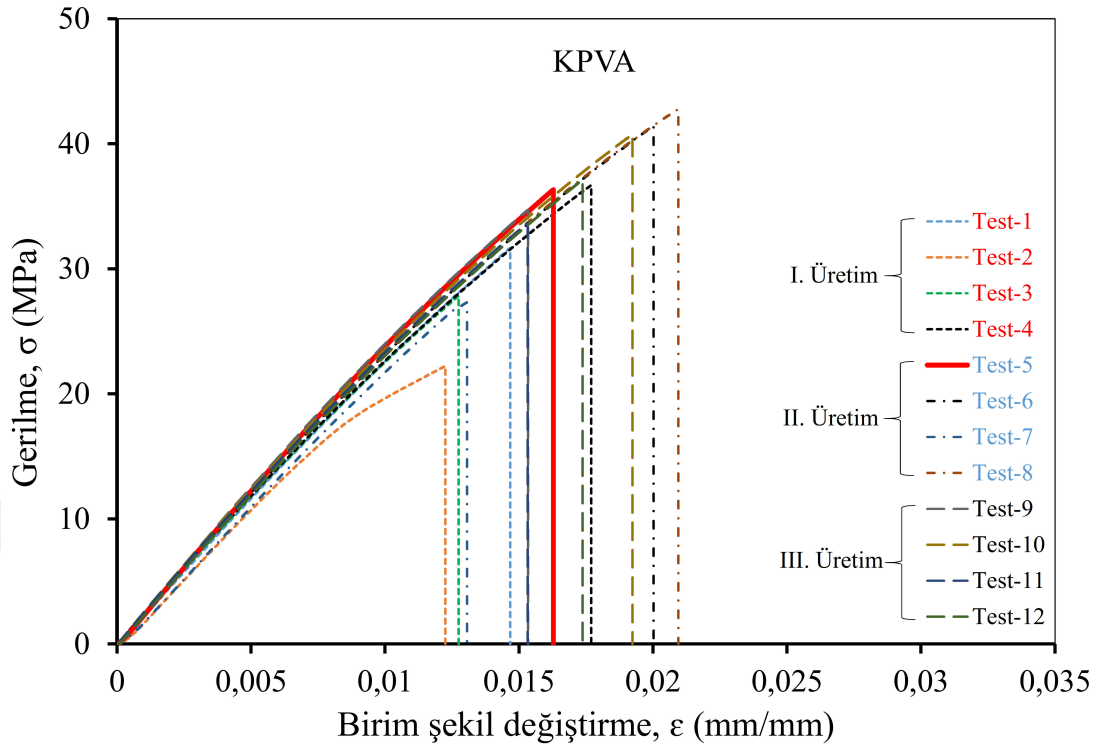
4.5. Üretilen Kompozitlerin Mekanik Özelliklerinin Analizi

Vakum infüzyon yöntemi kullanılarak üretilen EN6.6, EPAN, EPVA ve EPVC nanoelyaf takviyeli polimer matrisli kompozitler çekme testlerine tabi tutuldu. Yapılan bu testler sonucunda elde edilen veriler ile kompozit numunelerin mekanik özellikleri belirlendi ve değerlendirildi.

Şekil 4.10'da kompozit numunelerin ayrı ayrı gerilme – birim şekil değiştirme grafikleri verilmiştir. Şekil 4.10a'daki KN6.6 numunelerine ait gerilme – birim şekil değiştirme eğrileri incelendiğinde en yüksek gerilme değeri Test-1 numunesinde (42,36 MPa), en düşük gerilme değeri ise Test-11 numunesinde (31 MPa) görüldü. Birim şekil değişimi değerlerine bakıldığında Test-2 numunesinde en yüksek (0,031), Test-12 numunesinde ise en düşük (0,017) olduğu tespit edildi. KN6.6 kompozit numunelerinin ortalama gerilme-birim şekil değiştirme değerlerinin, Test-6 numunesinde olduğu tespit edildi. KPAN numunelerine ait grafik (Şekil 4.10b) incelendiğinde gerilme-birim şekil değiştirme değerleri en yüksek Test-8 numunesinde ($\sigma=34,01$ MPa, $\epsilon=0,016$), en düşük değerler ise Test-11 numunesinde ($\sigma=12,63$ MPa, $\epsilon=0,005$) görüldü. Test-11 numunesinin diğerlerine göre bu kadar düşük değerler sergilemesinin, üretim esnasında oluşabilen kusurlardan kaynaklı olduğu öngörülmektedir. Bu numuneye ait ortalama değerler Test-3 numunesinden elde edildi. Şekil 4.10c'deki grafik değerlendirildiğinde KPVA numunelerinin gerilme-birim şekil değiştirme değerlerinin en yüksek Test-8 numunesinde ($\sigma=42,75$ MPa, $\epsilon=0,021$), en düşük değerlerin ise Test-2 numunesinde ($\sigma=22,2$ MPa, $\epsilon=0,012$) olduğu tespit edildi. Test-5 numunesi KPVA numunelerinin ortalama gerilme-birim şekil değiştirme değerleri olarak belirlendi. KPVC numunelerine ait grafik (Şekil 4.10d) incelendiğinde gerilme-birim şekil değiştirme değerlerinin en yüksek Test-6 numunesinde ($\sigma=26,57$ MPa, $\epsilon=0,016$), en düşük değerlerin ise Test-10 numunesinde ($\sigma=10$ MPa, $\epsilon=0,006$) olduğu tespit edildi. Diğer KPVC numunelerine göre Test-10 numunesinin düşük değerler sergilemesinin imalat sırasında oluşabilen kusurlardan kaynaklandığı düşünülmektedir. KPVC numunesine ait ortalama değerler Test-4 numunesinden elde edildi.



Şekil 4.10. a) KN6.6, b) KPAN, c) KPVA ve d) KPVC için yapılan tekrarlı deneyler sonucu elde edilen gerilme – birim şekil değiştirme grafikleri



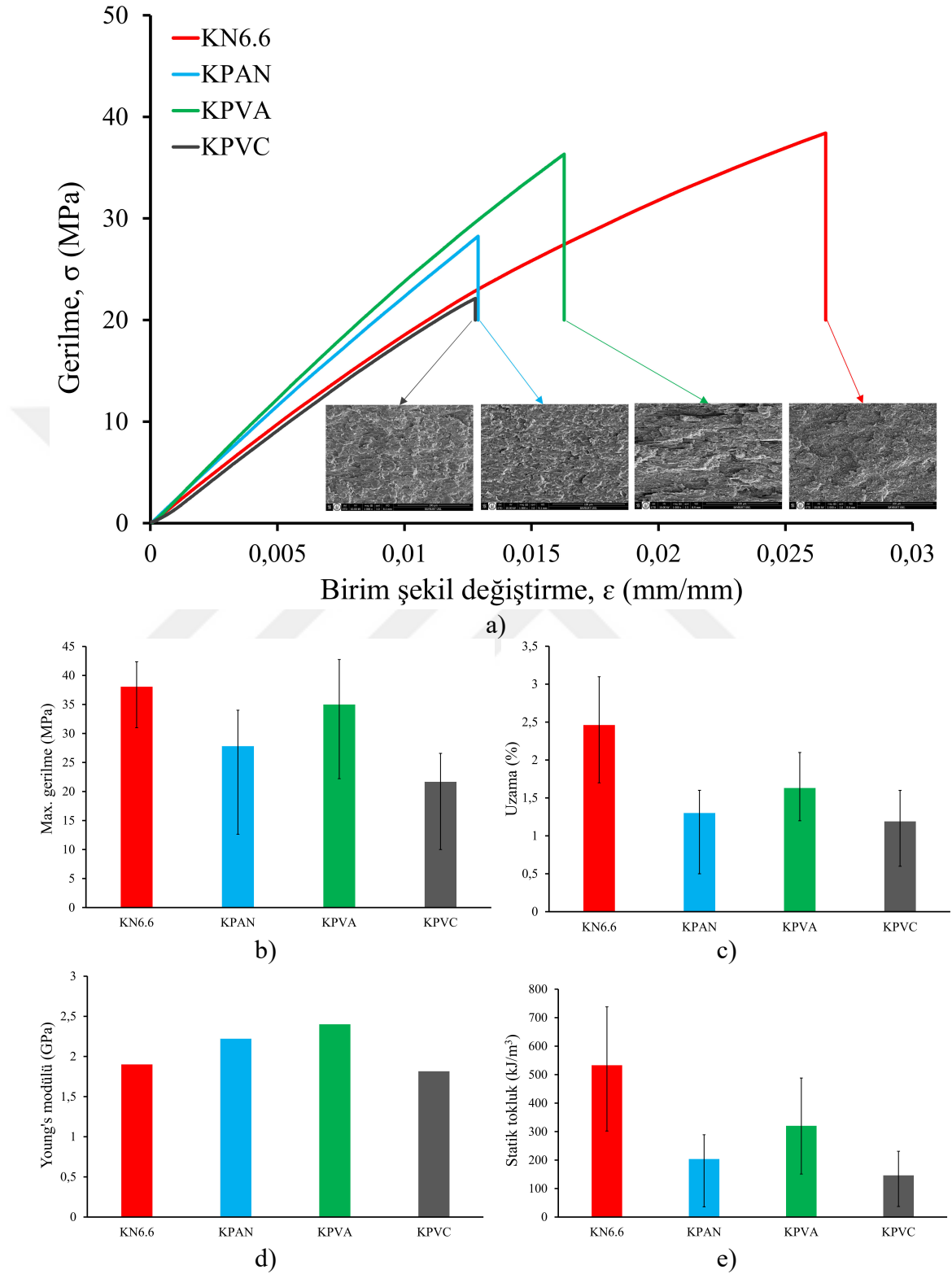
Şekil 4.10. a) KN6.6, b) KPAN, c) KPVA ve d) KPVC için yapılan tekrarlı deneyler sonucu elde edilen gerilme – birim şekil değiştirme grafikleri (devamı)

KN6.6, KPAN, KPVA ve KPAN numunelerin ortalama mukavemet deęerlerinin karřılařtırılmal olarak grafikleri řekil 4.11’de gsterilmiřtir. Ayrıca deneyler sonucunda elde edilen verilerin ortalaması izelge 4.6’da toplu olarak verilmiřtir.

řekil 4.11 ve izelge 4.6’ya gre kompozit numunelerin ortalama mukavemet deęerleri karřılařtırıldığında maksimum gerilme, % uzama ve tokluk aısından en yksek deęerler KN6.6 numunesinde, young’s modl aısından ise KPVA numunesinde grld. Buna karřın en dřk mekanik zellikler KPVC numunesinden elde edildi. Kompozit numunelerin ekme testleri sonucunda en dřk deęerler sergileyen KPVC ile kıyaslanması yapıldığında sırasıyla KN6.6, KPVA ve KPAN numunelerinin, maksimum gerilme aısından % 75, % 61 ve % 28, yzde uzama aısından % 106, % 37 ve % 9 young’s modl aısından % 4, % 32 ve % 22, tokluk aısından ise % 264, % 120 ve % 39 daha fazla deęerler sergiledięi grld.

Elyaf takviyeli polimer matrisli kompozit yapılar da elyafların apı, boyu, ynlenmesi, mekanik zellikleri ve yzey morfolojisi, elyaf matris ara yzey baęı, ıslanabilirlik, retim yntemleri, porozite oluřumu, krlenme řartları gibi parametreler mekanik zellikleri doęrudan etkilemektedir (Fennessey and Farris 2004; Zucchelli *et al.* 2011).

Elyaf apının azalmasıyla birlikte mekanik zelliklerinin arttığı bilinmektedir (Chew *et al.* 2006; Lim *et al.* 2008; Pai *et al.* 2011). Elyaf lar, kompozitlerde yk tařıyan eleman olduęundan doęal olarak bu artıř kompozitlerin de mukavemetlerini arttırmaktadır (Zhang *et al.* 2010). retilen nanoelyafların SEM grntlerinden yapılan incelemelerde EN6.6 ve EPVA nanoelyafların dięer nanoelyaflarla karřılařtırılması yapıldığında daha dřk aplarda olduęu ve daha homojen ap daęılımı sergiledięi grld (řekil 4.3, řekil 4.5, izelge 4.3). Bu durum KN6.6 ve KPVA kompozit numunelerin mekanik zelliklerini arttırıcı bir etki yaptıęı gzlemlendi. EPVC nanoelyafların aplarının nispeten dięer nanoelyaflardan byk ve ap l aralıęının geniř bir skalada olması (řekil 4.6, izelge 4.3) bu nanoelyaflarla retilen KPVC kompozitlerin mekanik zelliklerinin dřk ıkmasında nemli bir rol oynadıęı dřnlmektedir.



Şekil 4.11. KN6.6, KPAN, KPVA ve KPVC numunelerin çekme testi sonrası a) gerilme – birim şekil değiştirme grafiği, b) max. gerilme, c) % uzama, d) young's modülü ve e) statik tokluk değerlerinin karşılaştırılması

Çizelge 4.6. KN6.6, KPAN, KPVA ve KPVC kompozitlerin mekanik özellikleri

Numune	Mekanik Özellikler						
	Max. gerilme, σ (MPa)	Uzama (%)	Young's modülü, E (GPa)	Statik tokluk (kJ/m ³)	Yoğunluk, ρ (g/cm ³)	Özgül max. gerilme (σ/ρ)	Özgül young's modülü (E/ρ)
KN6.6	38,04±3,7	2,46±0,4	1,90	532±137	0,84	45,31	2,26
KPAN	27,81±6,4	1,30±0,3	2,22	203±75	0,91	30,56	2,44
KPVA	34,97±6,2	1,63±0,3	2,40	320±108	0,90	38,86	2,67
KPVC	21,67±4,9	1,19±0,2	1,82	146±57	1,01	21,46	1,80

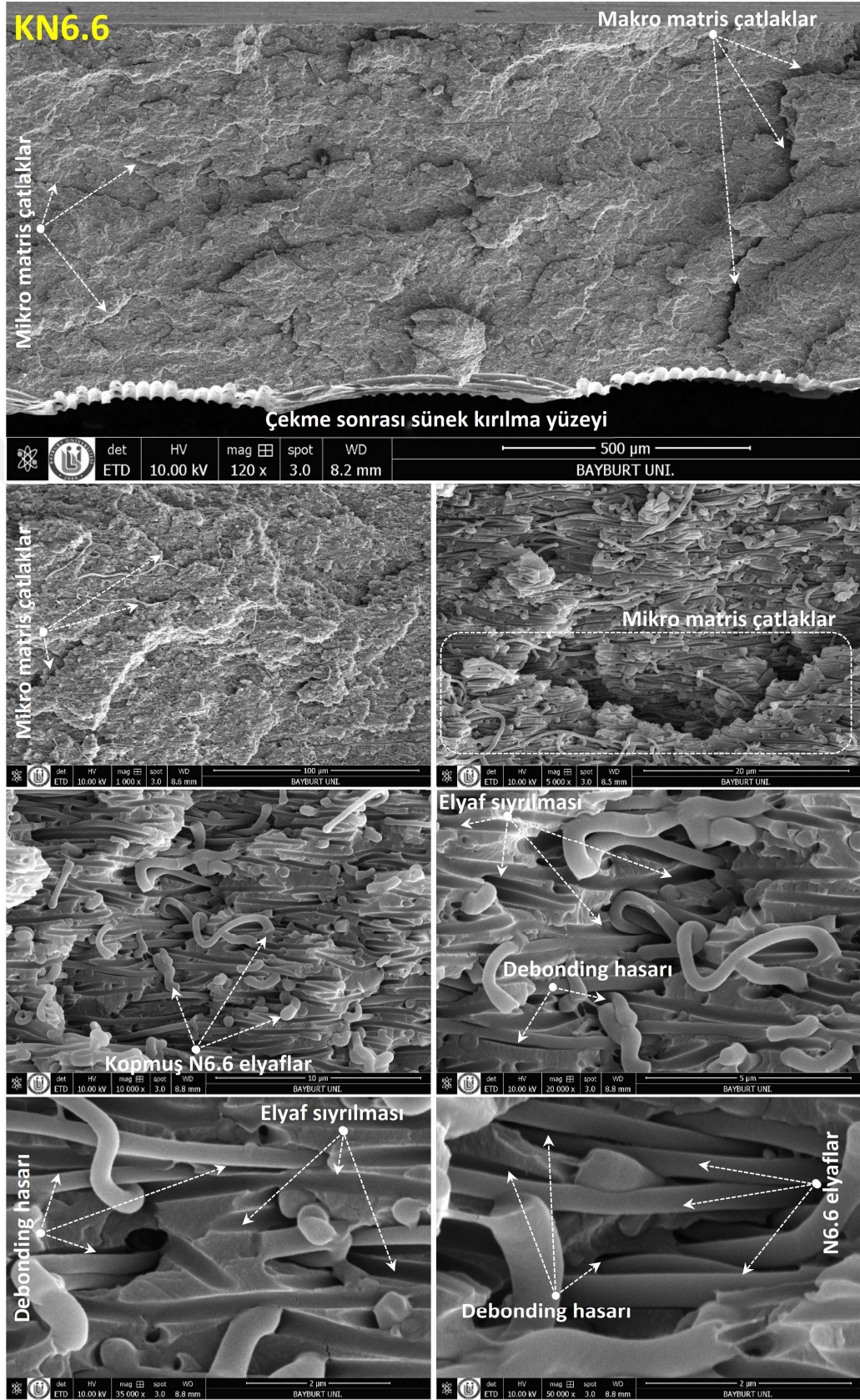
Nanoelyafların yüzey morfolojileri incelendiğinde EPAN ve EPVC nanoelyafların yüzeylerinin diğer nanoelyaflarla karşılaştırıldığında nispeten daha pürüzlü bir yüzeye sahip olduğu tespit edildi (Şekil 4.4, Şekil 4.6). Bu nanoelyafların yüzeyindeki pürüzlülükler epoksi reçine ile daha iyi yapışmasına veya kuvvetli bir arayüz oluşmasına neden olduğu düşünülmektedir. Bu durum çekme gerilmesi altında elyaf sıyrılması (pull-out) ve elyaf matris arayüzey ayrılması (debonding) gibi tokluk arttırma mekanizmalarının çalışmasını engelleyerek kompozit yapının plastik şekil değiştirme kabiliyetini düşürdüğü ve dolayısıyla tokluğun düşmesine neden olduğu öngörülmektedir.

Nanoelyaf ilaveli kompozitlerde elyafların epoksi matris ile zayıf bir arayüzey bağı oluşturmaması, çekme gerilmesi altında nanoelyafların epoksi matristen sıyrılmasına neden olur. Bu sıyrılmadan kaynaklı elyaf çevresinde oluşan boşluklar ve bu boşlukların çevresinde oluşan gerilme yığılmaları, çekme gerilmesi altında oluşan enerjiyi yutarak kırılma direncini yükseltmiş ve bundan dolayı plastik deformasyonun artmasına sebep olmuştur. Aynı zamanda bu durum malzemenin tokluğunun artmasına sebep olurken rijitliğin bir miktar azalmasına neden olduğu düşünülmektedir. KN6.6 numunelerin çekme testi sonuçlarına bakıldığında tokluk değerleri yüksek çıkmasına rağmen rijitlikleri KPVA ve KPAN numunelerinden daha düşük çıktığı görülmektedir (Şekil 4.11, Çizelge 4.6). Bu durumun EN6.6 nanoelyafların epoksi matrisle nispeten zayıf arayüzey bağı oluşturmaması, nanoelyafların rijitliğinin düşük olması ve çekme gerilmesi altında nanoelyafların matristen ayrılma ve sıyrılma mekanizmalarının sebep olduğu düşünülmektedir.

4.6. Kompozit Numunelerin Kırılma Yüzeylerinin SEM Analizi

Bu çalışmada KN6.6, KPAN, KPVA ve KPVC nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelerin çekme testi sonrası SEM görüntüleme ile makro ve mikro hasar analizleri yapıldı. Farklı nanoelyaf takviyelerin üretilen kompozitlere mekanik ve hasar gelişimi noktasında etkileri incelendi ve hasar modları tespit edildi. Bu çalışma neticesinde elyaf farklılıklarının kompozitte oluşturduğu farklı toklaştırma mekanizmalarının hasar gelişimini etkilediği görüldü. SEM analizi neticesinde; sünek kırılma yüzeyi, gevrek kırılma yüzeyi, makro matris çatlakları, mikro matris çatlakları, delaminasyon, elyaf kırılmaları/kopmaları, arayüzey ayrılması (debonding) ve elyaf sıyrılma (pull-out) hasar modları tespit edilerek yorumlandı. Makro ve mikro hasar analizinde; kompozit numunelerin çekme testi sonrası kırık yüzeylerinin SEM analizi görselleri (Şekil 4.12, Şekil 4.13, Şekil 4.14, Şekil 4.15), Şekil 4.11 ve Çizelge 4.6 ile birlikte değerlendirilerek her bir elyaf takviye türü için ayrı ayrı yorumlamalar yapıldı.

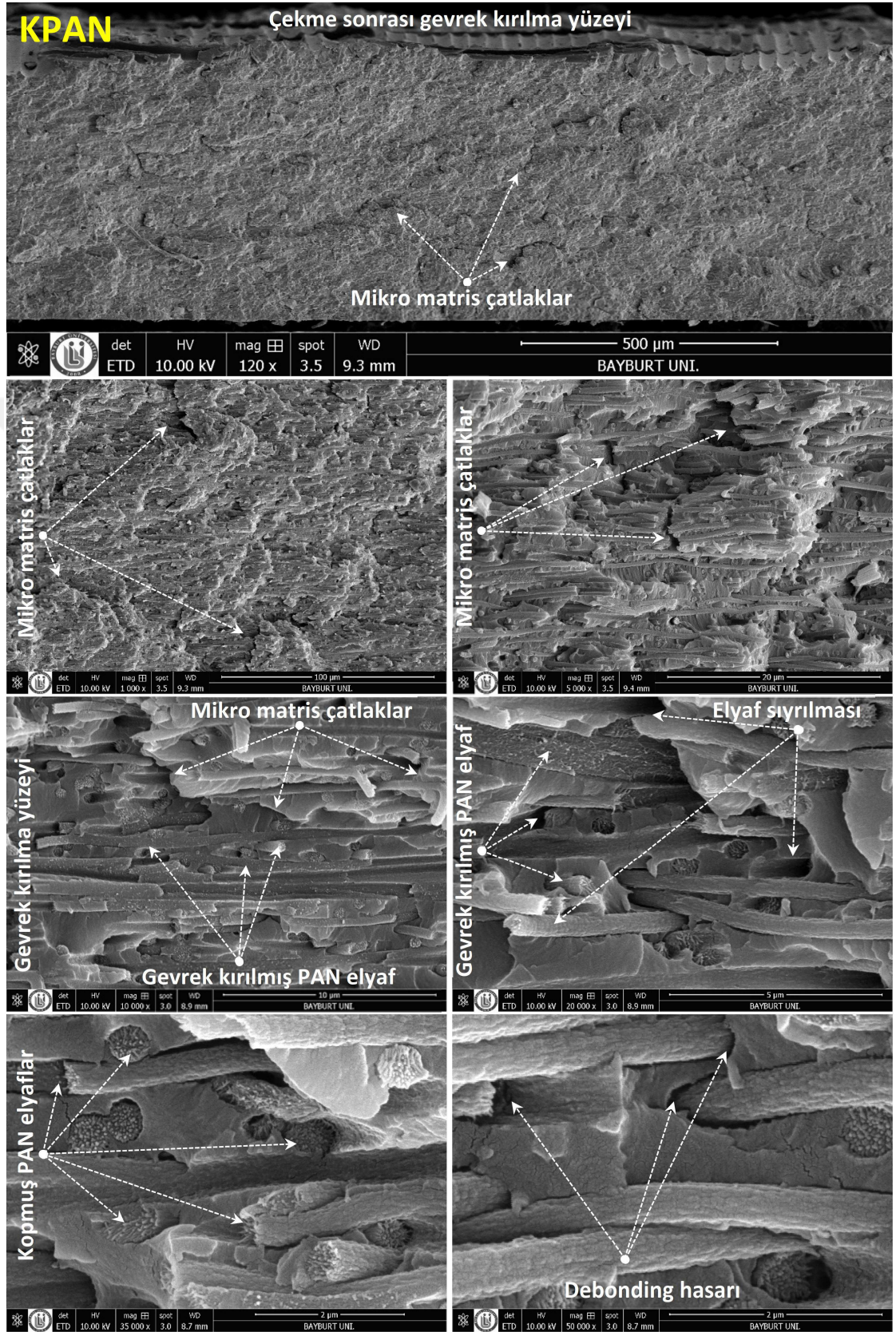
Şekil 4.12 ve Çizelge 4.6 birlikte yorumlandığında SEM makro hasar fotoğrafında çoklu makro ve mikro çatlakların oluştuğu, bu çatlakların numune içerisine doğru ilerleyerek kaba bir kırılma yüzeyinin meydana geldiği görülmektedir. EN6.6 nanoelyaflarla takviyelendirilen kompozit numunede, elyaflar sünek bir davranış sergilemiş ve hasar gelişim mekanizmalarını olumlu yönde etkileyerek malzemenin 38,04 MPa mukavemeti ile beraber 532 kJ/m³ gibi yüksek bir tokluk değerine ulaşmasına sebep olmuştur (Çizelge 4.6). KN6.6 numunesinin diğer kompozit numunelere göre mukavemeti ve tokluğu yüksek çıkmasına rağmen rijitliğinin düşük çıkması (1,90 GPa), EN6.6 nanoelyafların kompozit içerisinde kopma esnasında sünek bir davranış sergileyerek elyaf/matris ara yüzeyinin erken kırılmasından (debonding) kaynaklandığı söylenebilir. Şekil 4.12’de daha yüksek büyütme oranlarındaki SEM görüntülerine bakıldığında, kaba yüzey içerisinde ince mikro matris çatlaklarının oluştuğu görülmektedir. Oluşan bu matris çatlaklarına daha yüksek büyütme oranlarında bakıldığında sadece numune yüzeyinde kalmadığı, bununla birlikte numune içerisine doğru ilerlediği ve bu durumun tokluğun yüksek çıkmasına sebep olduğu anlaşılmıştır.



Şekil 4.12. KN6.6'ya ait çekme testi sonrası kırık yüzeylerinin SEM görüntüleri

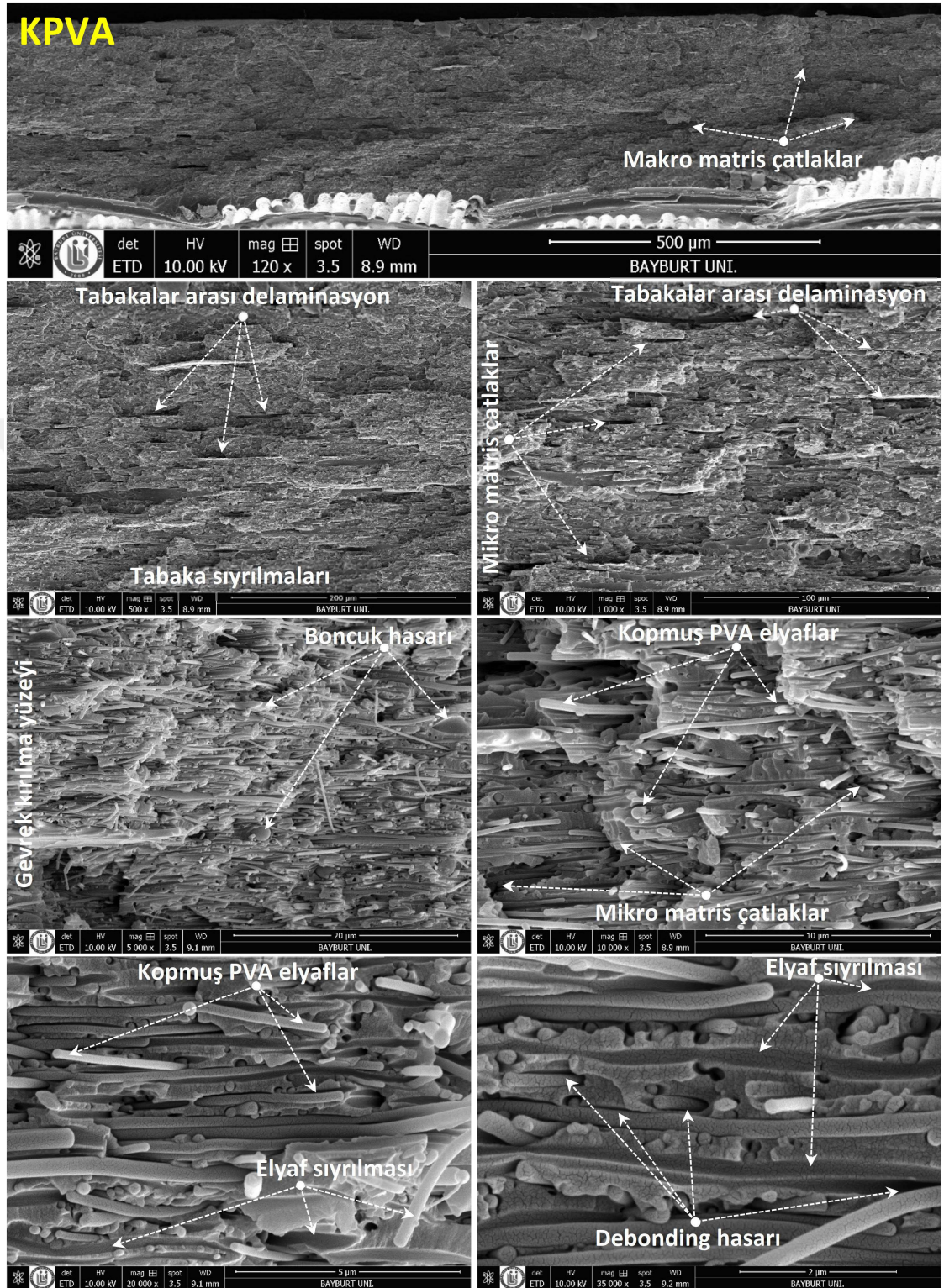
Şekil 4.12'deki KN6.6 numunesinin kırık yüzeyi 10000x ve 20000x büyütme seviyesinde incelendiğinde kademeli çatlak hasarının olduğu ve bu çatlak bölgesinde EN6.6 nanoelyaflarının kopmadan önce debonding hasarı ile beraber elyaf sıyrılma (pull-out) hasarına uğradığı tespit edilmiştir. 35000x ve 50000x büyütme seviyesinde nanoelyafların kopmadan önce plastik davranış sergileyerek debonding hasarını hızlandırdığı ve koptuktan sonra elyaf formunun değiştiği pull-out izlerinden anlaşılmıştır. Elyaf formunun değişmesi ve kopma sonrası elyaf uçlarının küreselleşerek büyümesi elyafların plastik deformasyona uğradığını göstermektedir.

KPAN numunesi için Şekil 4.11 ve Şekil 4.13 birlikte incelendiğinde; makro SEM analizinde çekme sonrası gevrek bir kırılma yüzeyinin olduğu ve belli bölgelerde yüzeyde mikro matris çatlaklarının meydana geldiği görülmektedir. Oluşan mikro matris çatlaklarının EPAN nanoelyaflarını keserek numune içerisine doğru ilerlediği tespit edilmiştir. 10000x ve 20000x büyütme seviyesinde matris malzemede oluşan gevrek kırılmaların elyafların da gevrek kırılması ile oluşan yüzey pürüzlülüğünü düşürdüğü görülmüştür. 35000x ve 50000x büyütme seviyelerinde yapılan hasar analizinde EPAN elyafların EN6.6 elyaflardan farklı olarak yüzeylerinin pürüzlü olması elyaf/matris ara yüzeyini kuvvetlendirmiştir. Bu durum debonding ve elyaf sıyrılma hasarlarının (pull-out) azalmasına sebep olmuştur. Elyaf/matris ara yüzeyi mukavemeti artan kompozit malzemede, eksenel ve enine oluşan elyaf hasarının gevrek kırılma şeklinde gerçekleştiği görülmüştür. Debonding ve elyaf sıyrılma hasarlarının kompozit içerisinde lokal bölgelerde süresiz olarak gerçekleştiği bu durumun da gevrek kırılmaya katkı sağladığı anlaşılmıştır. Söz konusu hasar mekanizmalarından kaynaklı olarak KPAN numunesi KN6.6 numunesi ile karşılaştırıldığında rijitlikte artış (2,22 GPa) gerçekleşirken tokluk değerlerinde (203 kJ/m^3) düşüşe sebep olmuştur (Çizelge 4.6).



Şekil 4.13. KPAN'a ait çekme testi sonrası kırık yüzeylerinin SEM görüntüleri

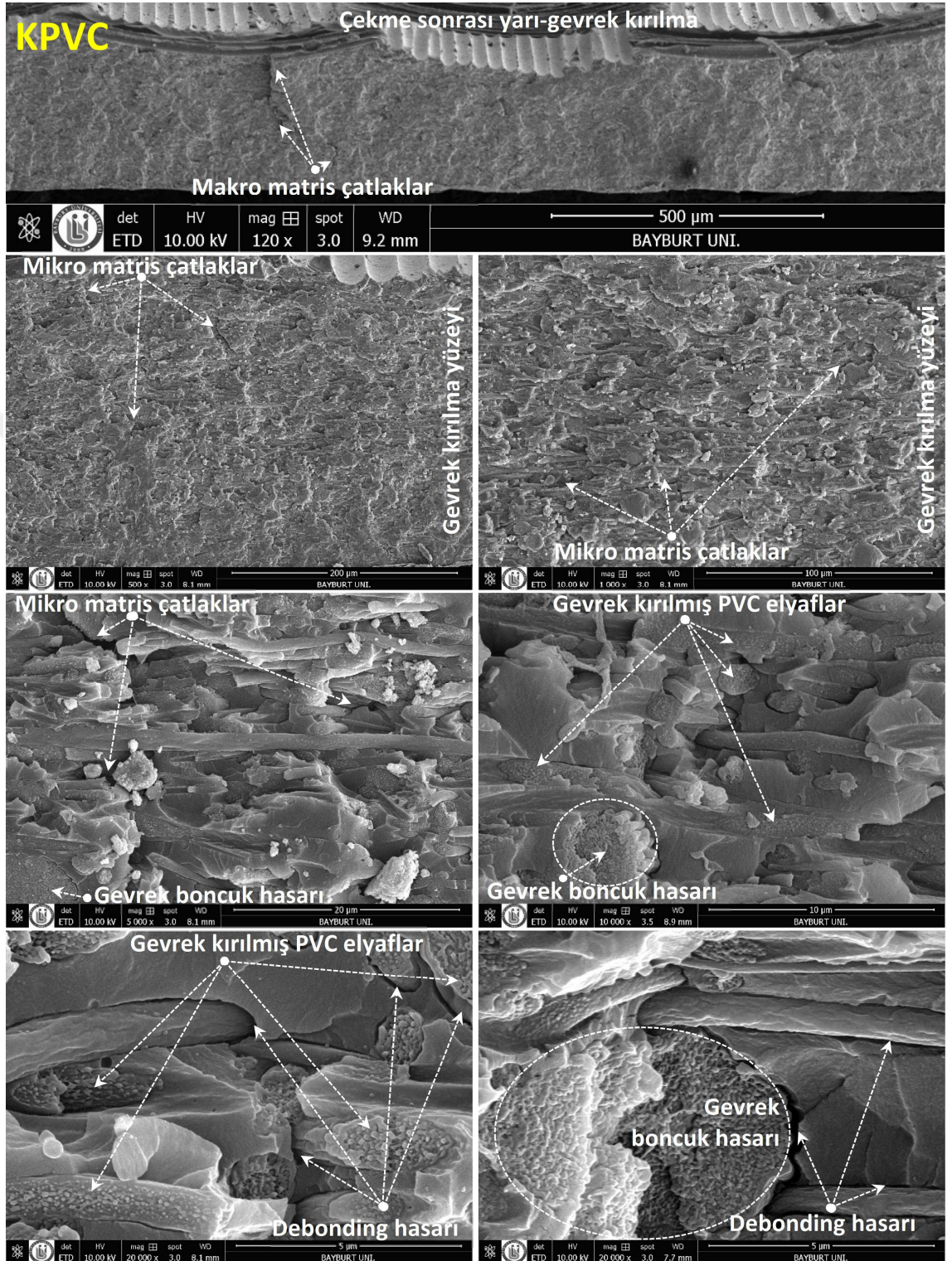
Şekil 4.11 ve Şekil 4.14 KPVA numunesi için birlikte incelendiğinde oluşan gevrek kırılma KPVA numunesinde oluşan gevrek kırılmadan farklı olarak oluşan makro ve mikro matris çatlakları ile birlikte delaminasyon hasarlarının da oluştuğu görülmektedir. SEM analizinde net bir şekilde görüldüğü gibi oluşan makro ve mikro çatlaklar numune iç yüzeyine doğru tabakalar arası çatlaklar oluşturarak ilerlemiştir. Bu kompozit numunesinde kullanılan mukavemetli EPVA nanoelyaflar, oluşturdukları iyi bir arayüzeyle tabaka içi mukavemetleri artırmış ve çatlakların tabaka içerisinde ilerlemesini engelleyerek tabakalar arasına yönlendirmiştir. KPVA numunesinde bu durum tabakalar arası mukavemeti tabaka içi mukavemete kıyasla zayıflatmış şeklinde yorumlanabilir. 500x ve 1000x büyütme SEM görüntüleri incelendiğinde çatlakların tabakalar arasında ilerleyerek delaminasyon hasarını gerçekleştirdiği ve bu hasar neticesinde gerçekleşen kırılmanın tabakaların sıyrılması hasarı ile sonuçlandığını göstermektedir. EPVA nanoelyaflar, kompozit malzemede oluşan tokluk mekanizmalarını geliştirerek KPVA numunesinin tokluk değerini 320 kJ/m^3 ve rijitliğini 2,4 GPa gibi yüksek bir değere taşımıştır (Çizelge 4.6). Diğer numuneden farklı olarak 5000x büyütmedeki SEM görüntüsü incelendiğinde nanoelyafların üretimi sırasında oluşan boncuklanmaların gerçekleştirdiği hasar tipleri tespit edilmiştir. 10000x ve 20000x büyütmedeki SEM görüntülerine bakıldığında ise tabaka içerisinde nanoelyafların plastik deformasyona uğramaksızın ve formunda herhangi bir değişim olmadan gevrek bir kırılma sergilediği görülmüştür. Tabaka içinde oluşan hasarlarda kopan elyaflar debonding ve elyaf sıyrılma hasarına uğrasa da genellikle kopma sonrasında matris içerisindeki eski konumlarında kaldıkları tespit edilmiştir. 20000x ve 35000x büyütmelerdeki hasar analizlerinde meydana gelen debonding, elyaf sıyrılması ve elyaf kopma hasarları net bir şekilde görülmektedir.



Şekil 4.14. KPVA'ya ait çekme testi sonrası kırık yüzeylerinin SEM görüntüleri

KPVC numunesi için Şekil 4.11 ve Şekil 4.15 birlikte yorumlandığında oluşan gevrek kırılma diğer numunelerden farklı olarak yarı gevrek kırılma şeklinde gerçekleşmiştir. Makro SEM görüntüleri incelendiğinde makro matris çatlakların bölgesel olarak birkaç yerde görüldüğü fakat mikro matris çatlakların numune yüzeyinin genelinde oluştuğu görülmüştür. KPVC numunesinde oluşan hasar modları KPAN numunesinde oluşan hasar modlarına benzese de PVC elyaf çaplarının büyük ve değişken olması (Şekil 4.6), ayrıca üretim esnasında boncuklanmaların oluşması hasar gelişimini ve KPVC numunesinin mekanik özelliklerini olumsuz yönde etkilediği tespit edilmiştir. 5000x büyütme SEM görüntüsünde, mikro matris çatlak gelişimi ve matris ile beraber elyaflarında gevrek bir kırılma sergilediği görülmektedir. 10000x ve 20000x büyütme görüntülerinde debonding hasarları oluşsa da elyaf sıyrılma hasarlarının oluşmadığı bunun aksine PVC elyafların çap ve eksenel doğrultuda gevrek kırılma hasarı şeklinde koptuğu görülmüştür. Ayrıca nanoelyaf üretiminde oluşan kararsız boncuklanmaların da kırılma yüzeyinde gevrek olarak hasar gördüğü tespit edilmiştir. KPVC numunesinde oluşan bu olumsuz hasar davranışları numuneye ait bütün mekanik özelliklerin düşmesine sebep olmuştur (Çizelge 4.6).

Genel olarak mikro ve makro hasarlar incelendiğinde nanoelyafların çapları, çap dağılımları, yüzey pürüzlülükleri gibi morfolojik özelliklerinin yanı sıra ıslanabilirliklerinin, rijitliklerinin ve sünekliklerinin kompozitlerin mekanik özellikleri üzerinde önemli etkisi olduğu tespit edilmiştir. Vakum infüzyon işlemi ile nanoelyafların iyi bir şekilde ıslatıldığı görülmüştür. Ayrıca nanoelyafların epoksi matris içerisinde çözünmediği ve morfolojik yapılarını aynen koruduğu SEM görüntülerinden anlaşılmıştır. Bu durum yapılan FTIR analizlerini (Şekil 4.7) desteklemektedir.



Şekil 4.15. KPVC'ye ait çekme testi sonrası kırık yüzeylerinin SEM görüntüleri

4.7. Kompozit Numunelerin İstatistiksel Analizi

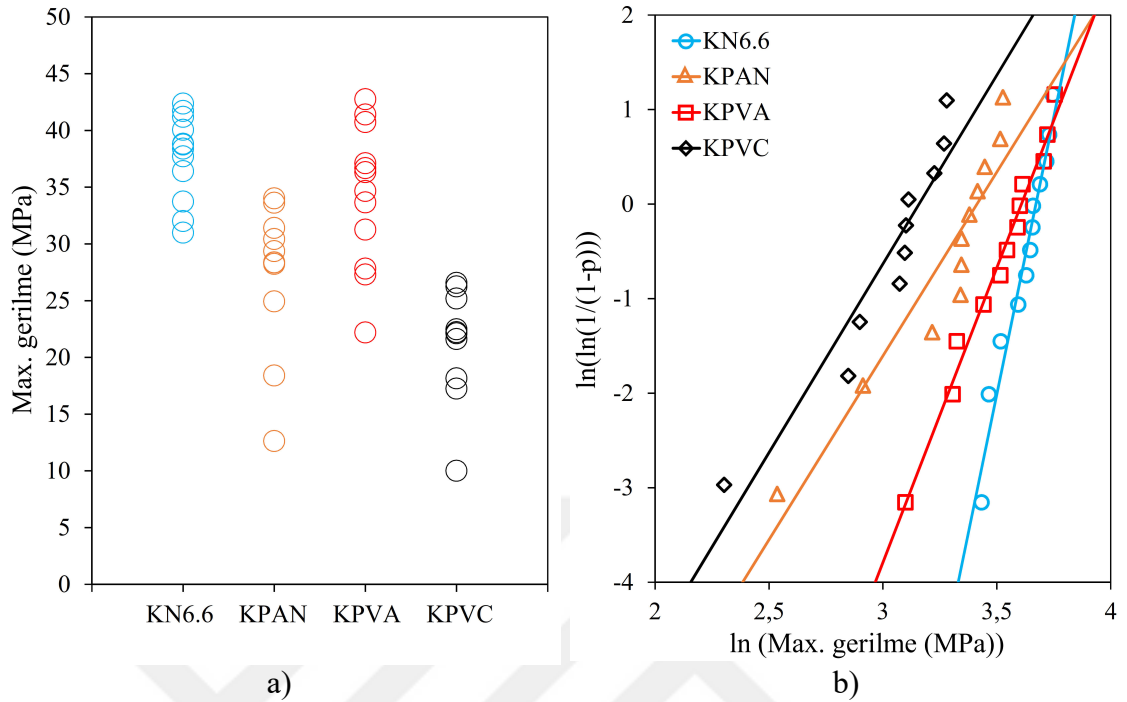
Malzemelerin mekanik özelliklerinin belirlenmesi, tekrarlanabilir ve tutarlı sonuçlar gerektirmektedir (Kirtay and Dispınar 2012). Malzeme özelliklerini tanımlayan değişkenlerin, istatistiklerinin ve olasılık dağılımlarının belirlenmesi, olasılık temelli tasarım özelliklerinin geliştirilmesinde önemli bir rol oynamaktadır (Alqam *et al.* 2002). Günümüzde kompozit malzemelerin mekanik özelliklerinin istatistiksel nitelikte değerlendirilmesi amacıyla önemli çalışmalar yapılmaktadır (Gemi *et al.* 2018; Yazman 2018; Beylergil *et al.* 2019). Weibull dağılımı, mühendislik uygulamalarında materyallerin farklı alanlardan gelen çeşitli verilerini (mekanik ve geometrik özellikleri gibi) istatistiksel açıdan karakterize etmek için birçok araştırmacı tarafından tercih edilmektedir (Zahedi *et al.* 2007; Tiryakioğlu and Campbell 2010; Alexopoulos *et al.* 2014; Gemi *et al.* 2017). Weibull analizlerinde, Weibull modülü ile değerlendirmeler yapılmakta ve test sonuçları bu modülle karşılaştırılmaktadır. Weibull modülünün yüksek olması, daha güvenilir sonuçların elde edildiğini ve yüksek oranda yeniden üretilebilirliğin olduğunu göstermektedir (Tunçay *et al.* 2017). Düşük bir modül değeri ise verilerin yüksek bir değişkenlikte olduğunu ifade etmektedir (Zeng *et al.* 2016).

Bu çalışma kapsamında KN6.6, KPAN, KPVA ve KPVC kompozitlerin çekme testleri sonrasında elde edilen mekanik özellikleri (maksimum gerilme ve statik tokluk) kullanılarak yapısal kararlılıklarını, güvenilirliklerini ve tekrarlanabilirliklerini değerlendirmek amacıyla istatistiksel analizler yapıldı. Bu analizlerde test sonuçlarını istatistiki açıdan karakterize etmenin en yaygın ve en kolay yolu olan grafik teknikleri kullanıldı. Bu tekniklerle veri değişkenleri ve Weibull dağılımı grafikleri oluşturuldu ve yorumlandı. Ayrıca her bir kompozit numunenin mekanik özelliklerine karşılık gelen spesifik verileri elde edilmiş ve Çizelge 4.7’de verilmiştir.

Çizelge 4.7. KN6.6, KPAN, KPVA ve KPVC numunelerinin maksimum gerilme ve tokluk değerlerinin spesifik verileri

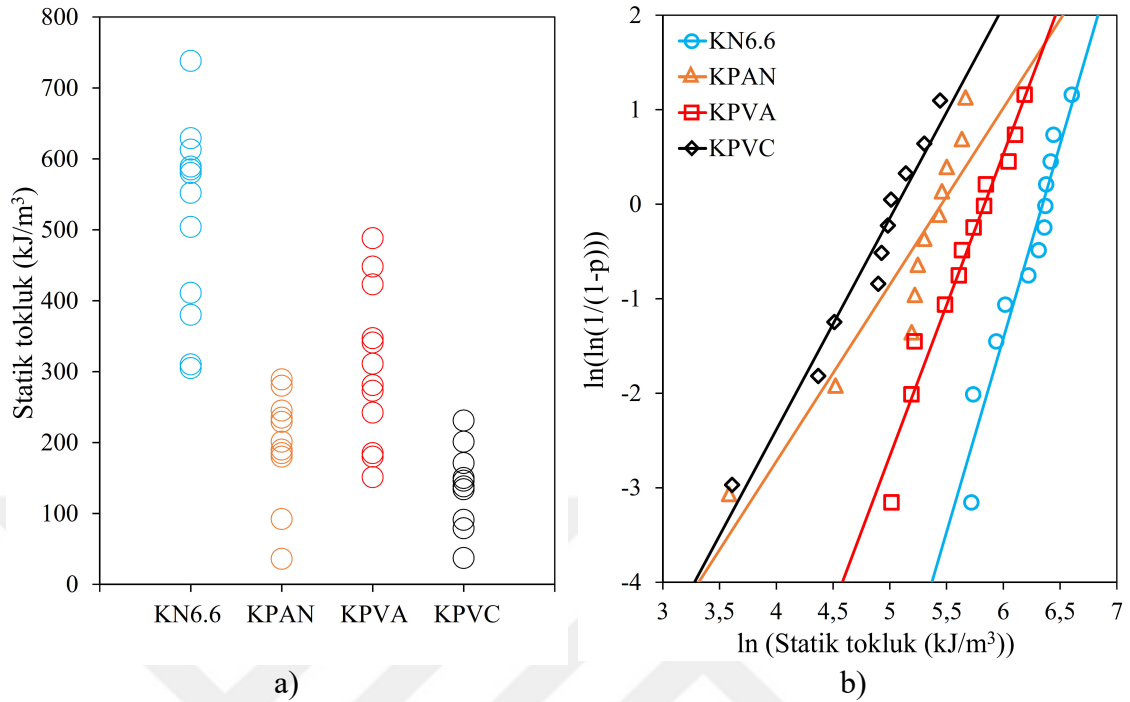
	Numune	Deney tekrar sayısı	Maksimum değer (MPa)	Minimum değer (MPa)	Ortalama değer (MPa)	Weibull modülü
Maksimum gerilme	KN6.6	12	42,36	31,00	38,0423	11,732
	KPAN	11	34,01	12,63	27,8142	3,890
	KPVA	12	42,75	22,20	34,9754	6,234
	KPVC	10	26,57	10,00	21,6736	3,992
	Numune	Deney tekrar sayısı	Maksimum değer (kJ/m ³)	Minimum değer (kJ/m ³)	Ortalama değer (kJ/m ³)	Weibull modülü
Tokluk	KN6.6	12	738	302	532,692	4,102
	KPAN	11	289	36	203,667	1,870
	KPVA	12	488	151	320,154	3,195
	KPVC	10	231	37	146,091	2,240

Kompozit numunelerin maksimum gerilme değerlerinin veri değişkenleri grafiği Şekil 4.16a'da verilmiştir. İstatistiksel açıdan veri değişkenleri grafiklerinin değerlendirilmesinde, görsel olarak incelemenin yanında sayısal veriler arasındaki ortalama değişim miktarlarına da bakılması gerekmektedir. Buna göre veri değişkenleri grafiği incelendiğinde KN6.6 numunesine ait maksimum gerilme verilerinin daha dar bir aralıkta değişkenlik gösterdiği tespit edildi. Bu durumu sırasıyla KPVA, KPVC ve KPAN numunelerinin takip ettiği görüldü. KPVC ve KPAN numunelerinde en küçük gerilme değerlerinin büyük sapmalarla sonuçlanmasının üretimden kaynaklandığı düşünülmektedir. Çizelge 4.7 ile veri değişkenleri grafiği beraber incelendiğinde bütün kompozit numunelerde ortalama gerilme değerlerinin maksimum değerlere yakın olduğu ve genellikle verilerin bu bölgede yoğunlaştığı görüldü. Maksimum gerilme verilerinin Weibull istatistiksel analiz sonucunda elde edilen Weibull dağılımı grafiği Şekil 4.16b'de Weibull modülü değerleri ise Çizelge 4.7'de verilmiştir. Weibull modülü değerlerine bakıldığında KN6.6 numunesinin 11,732 ile en yüksek modüle sahip olduğu ve sonrasında 6,234 ile KPVA numunesinin geldiği görüldü. KPAN ve KPVC numunelerinin Weibull modüllerinin (3,890-3,992) birbirine çok yakın çıktığı ve KN6.6 numunesine göre oldukça küçük oldukları tespit edildi.



Şekil 4.16. Kompozit numunelerin maksimum gerilme değerlerinin a) veri değişkenleri ve b) Weibull dağılımı grafiği

Şekil 4.17’de KN6.6, KPAN, KPVA ve KPVC numunelerinin statik tokluk değerlerinin veri değişkenleri ve Weibull dağılımı grafikleri verilmiştir. Veri değişkenleri ile ilgili yukarıda bahsi geçen durum bu grafikte daha net bir şekilde görülmektedir. Örneğin bu grafikte görsel olarak en büyük sayısal değişim aralığı KN6.6 numunesinde ($302-708 \text{ kJ/m}^3$) görülmesine rağmen veriler arasındaki ortalama değişim oranı en düşük bu numunede tespit edildi. Bu durum Weibull dağılım grafiği ve Weibull modülü ile paralellik göstermektedir. Diğer numunelerin Weibull modülü değerlerine bakıldığında büyükten küçüğe KPVA (3,195), KPVC (2,240), KPAN (1,870) numunelerinde sıralandığı görüldü. Çizelge 4.7’deki statik tokluk verileri ile Şekil 4.17a’daki veri değişkenleri beraber incelendiğinde bütün kompozit numunelerde statik tokluk verilerinin ortalama değerleri ile maksimum değerler arasında yoğunlaştığı tespit edildi.



Şekil 4.17. Kompozit numunelerin statik tokluk değerlerinin a) veri değişkenleri ve b) Weibull dağılımı grafiği

Kompozit numunelerin maksimum gerilme ve statik tokluk verileri kullanılarak yapılan istatistiksel analizlerde benzer sonuçlar elde edildi. Özellikle numunelere ait Weibull modülleri her iki durumda da büyükten küçüğe aynı sırayı (KN6.6, KPVA, KPVC, KPAN) izlediği görüldü (Çizelge 4.7). Yüksek Weibull modülü, sonuçların daha güvenilir ve tekrarlanabilir olduğunu göstermektedir. Buna istinaden en yüksek modüle sahip KN6.6 numunesinin diğer kompozit numunelere göre daha kararlı ve tekrarlanabilir olduğu sonucuna varıldı. EN6.6 nanoelyafların çap dağılımının (Şekil 4.3) ve yönlenmelerinin birbirine yakın olması KN6.6 numunesinin daha kararlı davranmasına neden olduğu düşünülmektedir. Maksimum gerilme değerleri KN6.6 ile birbirine yakın olan KPVA numunesinin Weibull modülü KN6.6'ya göre daha düşük çıktığı görüldü. Bu durumun EPVA nanoelyafların çap dağılımındaki küçük değişimlerden (Şekil 4.5) ve eser miktarda boncuk oluşumundan kaynaklandığı şeklinde yorumlanabilir. İstatistiksel analiz çalışmalarından en kararsız sonuçların KPAN ve KPVC numunelerinden elde edildiği sonucuna varıldı. Bu numunelerin takviye elemanları olan EPAN ve EPVC numunelerinin morfolojik yapıları incelendiğinde (Şekil 4.4, Şekil 4.6) elyafların çaplarının büyük ve dağılımlarının geniş bir aralıkta olması ile beraber yüzeylerinin

pürüzlü olduđu görüldü. KPAN ve KPVC numunelerinin kararsız bir durum sergilemesinin bu morfolojik yapılardan ve farklı elyaf yönlenmelerinden kaynaklandığı düşünölmektedir. Şekil 4.16, Şekil 4.17 ve Çizelge 4.7 beraber incelendiğinde kompozit numunelerin tekrarlı deneyler sonucunda elde edilen maksimum gerilme ve statik tokluk verilerinin ağırlıklı olarak ortalama değlerlerin üzerinde olduđu tespit edildi. Daha sonraki yapılacak deneylerde bu aralıkta sonuçların çıkması beklenmektedir. İstatistiksel analiz çalışması neticesinde daha güvenli, kararlı ve tekrarlanabilir bir ürün için yapılan testlerden elde edilen verilerin istatistiksel olarak değlendirilmesinin gerektiğı sonucuna ulaşıldı.



5. SONUÇ ve ÖNERİLER

Bu çalışmada nano boyuttaki çaplara sahip elyafların polimer matrisli kompozitlerde birincil takviye elemanı olarak kullanılması ile ilgili deneysel bir araştırma yapıldı. Buna istinaden ilk olarak elektro-eğirme tekniği ile N6.6, PAN, PVA, PVC ve PVP olmak üzere beş farklı polimerden nanoelyaflar elde edildi. Sonrasında elde edilen bu nanoelyaflar ve epoksi reçine kullanılarak vakum infüzyon tekniği ile elyaf takviyeli polimer matrisli kompozitlerin imalatı gerçekleştirildi. Bu kompozitlerin çekme testleri yapılarak mekanik özellikleri belirlendi. Nanoelyafların morfolojileri ve kompozitlerin çekme testleri sonucu oluşan kırık yüzeyleri SEM ile incelendi. Numunelerin moleküler ve termal analizleri, FTIR, DSC ve TGA teknikleri ile yapıldı. Ayrıca mekanik özellikler kullanılarak üretilen kompozitler istatistiksel açıdan değerlendirildi. Yapılan çalışmalar neticesinde elde edilen sonuçlar aşağıda sunuldu:

- Elektro-eğirme yöntemi ile nanoelyaf üretiminde literatür araştırmaları baz alınarak yapılan ön denemeler sonucunda optimum sistem parametreleri belirlendi ve bu parametreler ile nano boyutta elyaflar elde edildi.
- Elde edilen nanoelyafların morfolojik özellikleri SEM ile incelendi. Elektro-eğirme ile üretilen N6.6, PAN, PVA, PVC ve PVP polimer nanoelyafların ortalama çaplarının sırasıyla 327 ± 43 nm, 482 ± 47 nm, 240 ± 45 nm, 744 ± 118 nm ve 802 ± 64 nm olduğu tespit edildi. Nanoelyaflar içerisinde en homojen ve dar bir çap dağılımına sahip olan nanoelyafların N6.6 polimerinden elde edildiği görüldü.
- Vakum infüzyon tekniği kullanılarak birbiri üzerine istiflenmiş on katmanlı nanoelyaflar epoksi reçine ile başarılı bir şekilde ıslatıldı. Her bir nanoelyaf türü için üretim üçer kez tekrar edildi. Üretimler sonucunda PVP haricindeki tüm nanoelyaflardan kompozit yapılar elde edildi.
- PVP nanoelyafların ıslatılması ve akabinde gerçekleşen kürleşme işleminden sonra epoksinin şeffaf görüntüsü ile aynı olan ince ve oldukça gevrek bir yapı elde edildi. Bu yapının enine kesitinden yapılan SEM analizlerinde yapı içerisinde PVP nanoelyafların olmadığı görüldü ve epoksi matris içinde çözündüğü sonucuna varıldı. Bu duruma istinaden PVP polimeri ile çalışmanın amacına uygun bir

şekilde nanoelyaf takviyeli kompozit yapı oluşmadığı için diğer mekanik testler ve analiz işlemleri bu malzemeye uygulanmadı.

- FTIR analizleri sonucunda numunelerin kimyasal yapıları araştırıldı ve fonksiyonel grupları belirlendi. Nanoelyafların kendilerini oluşturan polimerlerin karakteristik piklerini taşıdığı görüldü. Elyafalarda görülen farklı piklerin çözücü veya ortam şartlarından kaynaklanabileceği sonucuna varıldı. Kompozit numunelerin spektrumlarında bu numuneleri oluşturan saf epoksinin ve nanoelyafların karakteristik piklerinin oluştuğu yeni piklerin oluşmadığı tespit edildi. Bu durum kompozitleri oluşturan bileşenlerin kimyasal niteliğini aynı şekilde koruduğu ve birbirleri ile sadece fiziksel etkileşimde olduğu sonucuna ulaşıldı.
- Nanoelyafların, kompozitlerin ve saf epoksinin DSC analizlerinden elde edilen grafiklerden numunelere ait T_g , T_m ve ΔH değerleri belirlendi. Oda sıcaklığı şartlarında kürleştirilen saf epoksi ile kompozit numunelerin T_g değerlerinin yaklaşık 65°C civarında ve birbirine yakın olduğu görüldü. T_m değerlerinin ise KN6.6 numunesi ile saf epoksinin aynı olduğu KPAN, KPVA ve KPVC numunelerinin saf epoksiden sırasıyla yaklaşık % 4, 35 ve 24 daha düşük olduğu tespit edildi.
- TGA analizleri sonucunda nanoelyafların, kompozitlerin ve saf epoksinin T_{di} , T_{ds} , T_{d5} , T_d değerleri ve 800°C'deki kömürleşme miktarları belirlendi. Nanoelyaflar arasında en iyi termal kararlılığın tek aşamada bozunma gösteren EN6.6'da olduğu tespit edildi. EPAN, EPVA ve EPVC numunelerinin kademeli olarak bozunduğu görüldü. Kompozit numunelerin matris bileşeni olan saf epoksi tek aşamada bozularak % 89,2 kütle kaybına uğradığı tespit edildi. Saf epoksi ile kompozit numuneler karşılaştırıldığında, KN6.6'nın diğer kompozit numunelere göre daha kararlı yapıda ve saf epoksi ile benzer termal davranışlar sergilediği görüldü. KPAN numunesi saf epoksiye göre daha geniş sıcaklık aralığında ve tek aşamada bozunma gösterirken, KPVA ve KPVC numuneleri ise bünyesinde bulunan elyafların termal davranışlarından etkilendiği tespit edildi.
- Çekme testleri sonucunda elde edilen verilerin ortalaması alınarak KN6.6, KPAN, KPVA, KPVC kompozit numunelerinin maksimum gerilme değerlerinin sırasıyla 38,04 MPa, 27,81 MPa, 34,98 MPa, 21,67 MPa olduğu tespit edildi. Kompozitlerin

ortalama mukavemet değerlerine göre maksimum gerilme, % uzama ve tokluk açısından en yüksek değerlerin KN6.6 numunesinde, young's modülleri açısından ise KPVA numunesinde görüldü. Buna karşın en düşük mekanik özellikler KPVC numunesinden elde edildi.

- KPVC ile kıyaslama yapıldığında, sırasıyla KN6.6, KPVA ve KPAN numunelerinin, maksimum gerilme açısından % 75, 61 ve 28, yüzde uzama açısından % 106, 37 ve 9, young's modülü açısından % 4, 32 ve 22, tokluk açısından ise % 264, 120 ve 39 daha fazla değerler sergilediği görüldü.
- Kompozit numunelerin çekme testi sonrası yapılan SEM analizlerinde, elyaf farklılıklarının kompozitte oluşturduğu farklı toklaştırma mekanizmalarının hasar gelişimini etkilediği belirlendi. Vakum infüzyon yöntemi ile nanoelyafların iyi bir şekilde ıslatıldığı görüldü. Ayrıca epoksi matris içerisinde nanoelyafların morfolojik yapılarını aynen koruduğu ve birbirleri arasında kimyasal etkileşim olmadığı sonucuna varıldı.
- Nanoelyafların mekanik özelliklerinin yanı sıra çapları, çap dağılımları, yüzey pürüzlülükleri gibi morfolojik özelliklerinin de kompozit numunelerin mekanik özellikleri üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğu görüldü.
- Kompozit numunelerin maksimum gerilme ve statik tokluk verileri kullanılarak yapılan istatistiksel analizlerde benzer sonuçlar elde edildi. Özellikle numunelere ait Weibull modülleri her iki durumda da büyükten küçüğe aynı sırayı (KN6.6, KPVA, KPVC, KPAN) izlediği görüldü. En yüksek modüle sahip KN6.6 numunesinin diğer kompozit numunelere göre daha güvenilir, kararlı ve tekrarlanabilir olduğu sonucuna varıldı. Kompozitlerin takviye elemanları olan nanoelyafların morfolojik özelliklerinin numunelerin kararlı davranışları üzerinde etkili olduğu görüldü.
- Yapılan tekrarlı deneyler sonucunda elde edilen maksimum gerilme ve statik tokluk verilerinin ağırlıklı olarak ortalama değerlerinin üzerinde yoğunlaştığı tespit edildi. Deneylerin bir daha tekrarlanması durumunda mekanik özelliklerin bu aralıkta çıkması muhtemeldir. Yapılan testlerden elde edilen verilerin istatistiksel olarak değerlendirilmesiyle daha güvenli, kararlı ve tekrarlanabilir ürünler elde edilebileceği sonucuna varıldı.

- Yapılan tüm çalışmalar sonucunda; en iyi mekanik özellikler (maksimum gerilme, % uzama, statik tokluk) ile daha güvenli, kararlı ve tekrarlanabilir sonuçlar, tek biçimli, silindirik kesitli, düzgün, pürüzsüz, boncuksuz ve 327 ± 43 nm ortalama çap değerine sahip EN6.6 nanoelyaflarla takviye edilen KN6.6 kompozit numunesinden elde edildi.

Öneriler

Daha sonraki çalışmalara yapılacak öneriler aşağıdaki şekilde sıralanabilir:

- Daha fazla sayıda nanoelyaf katmanı içeren polimer kompozitlerin mekanik özelliklerinde oluşabilecek değişimler incelenebilir. Ayrıca elde edilen kompozitlere çekme testi haricinde farklı mekanik testler uygulanabilir.
- Bu çalışmada, rastgele yönelmiş nanoelyaflar kullanılarak kompozitler üretilmiştir. Buna karşın farklı elektro-eğirme sistemleri ile hizalanmış nanoelyaflar üretilebilir ve değişik açılarda (0° , 45° , 90° gibi) bu nanoelyaflar dizilerek kompozitler elde edilebilir.
- Farklı mekanik özelliklere sahip polimer nanoelyaflar ile çeşitli varyasyonlarla takviyelendirilen polimer matrisli kompozitler üzerine araştırma gerçekleştirilebilir.
- Kompozitlerde yükü taşıyan eleman elyaflardır. Bu yüzden takviye bileşeni güçlendirmek amacıyla nanoelyafların üretimi esnasında karbon tüp vb. katkıları kullanılabilir ve katkılı nanoelyaf ile elde edilen polimer kompozitlerin mekanik özellikleri araştırılabilir.
- Farklı reçine sistemleri kullanılarak vakum infüzyon ile nanoelyafların ıslatılabilirlikleri incelenebilir. Kompozitlerin elde edilmesi durumunda ise bu reçinelerin mekanik özelliklere olan etkisi araştırılabilir.
- Mekanik testlerin yanında bu malzemelerin titreşim analizleri gerçekleştirilebilir.
- Sayısal çalışma yapılarak nanoelyaf takviyeli polimer matrisli kompozitlerin sonlu elemanlar yöntemi ile modellenmesi ve simülasyonu üzerine araştırmalar gerçekleştirilebilir.

KAYNAKLAR

- Abbasi, A., Nasef, M.M., Takeshi, M. and Faridi-Majidi, R., 2014. Electrospinning of nylon-6,6 solutions into nanofibers: rheology and morphology relationships. *Chinese Journal of Polymer Science*, 32 (6), 793-804.
- Adrian, P.P. and Gheorghe, B.M., 2010. Manufacturing process and applications of composite materials. *Annals of the Oradea Univ., Fascicle of Management and Technological Engineering*, 9 (19), 131-136.
- Ahmed, F.E., Lalia, B.S. and Hashaikh, R., 2015. A review on electrospinning for membrane fabrication: challenges and applications. *Desalination*, 356, 15-30.
- Ahn, Y.C., Park, S.K., Kim, G.T., Hwang, Y.J., Lee, C.G., Shin, H.S. and Lee, J.K., 2006. Development of high efficiency nanofilters made of nanofibers. *Current Applied Physics*, 6 (6), 1030-1035.
- Al-Attabi, R., Dumée, L.F., Kong, L., Schütz, J.A. and Morsi, Y., 2018. High efficiency poly(acrylonitrile) electrospun nanofiber membranes for airborne nanomaterials filtration. *Advanced Engineering Materials*, 20 (1), 1700572.
- Alexopoulos, N.D., Tiryakioğlu, M., Vasilakos, A.N. and Kourkoulis, S.K., 2014. The effect of Cu, Ag, Sm and Sr additions on the statistical distributions of Si particles and tensile properties in A357-T6 alloy castings. *Materials Science and Engineering: A*, 604, 40-45.
- Alghoraibi, I., 2014. Fabrication and Characterization of polyamide-66 Nanofibers Via Electrospinning technique: Effect of Concentration and viscosity. *Int. J. Chemtech Res*, 7, 974-4290.
- Alqam, M., Bennett, R.M. and Zureick, A.H., 2002. Three-parameter vs. two-parameter Weibull distribution for pultruded composite material properties. *Composite Structures*, 58 (4), 497-503.
- Araujo, E.S., Nascimento, M.L.F. and de Oliveira, H.P., 2013. Influence of triton X-100 on PVA fibres production by the electrospinning technique. *Fibres & Textiles in Eastern Europe*, 21 (4(100)), 39-43.
- ASTM D638-14, 2014. Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics. ASTM International, West Conshohocken, PA.
- Balasubramanian, M., 2014. Composite materials and processing. CRC press, Boca Raton.
- Barbero, E.J., 2018. Introduction to composite materials design. CRC press, Boca Raton.
- Behler, K., Havel, M. and Gogotsi, Y., 2007. New solvent for polyamides and its application to the electrospinning of polyamides 11 and 12. *Polymer*, 48 (22), 6617-6621.
- Beylergil, B., Tanoğlu, M. and Aktaş, E., 2016. Modification of carbon fibre/epoxy composites by polyvinyl alcohol (PVA) based electrospun nanofibres. *Advanced Composites Letters*, 25 (3), 69-76.
- Beylergil, B., Tanoğlu, M. and Aktaş, E., 2017. Enhancement of interlaminar fracture toughness of carbon fiber-epoxy composites using polyamide-6,6 electrospun nanofibers. *Journal of applied polymer science*, 134 (35), 45244.

- Beylergil, B., Tanoğlu, M. ve Aktaş, E., 2019. Poliamid 6/6 (PA 66) Mikrofiberler ile Toklaştırılmış Tabakalı Kompozitlerin MOD-I Delaminasyon Direncinin İstatiksel Analizi. *Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 8 (1), 429-435.
- Bhardwaj, N. and Kundu, S.C., 2010. Electrospinning: a fascinating fiber fabrication technique. *Biotechnology advances*, 28 (3), 325-347.
- Bhushan, B., 2017. Introduction to Nanotechnology. Springer handbook of nanotechnology, Ed: B. Bhushan. Springer, Berlin, Germany, 1-19.
- Brigante, D., 2014. New Composite Materials: Selection, Design, and Application. Springer, London.
- Brugo, T., Minak, G., Zucchelli, A., Yan, X.T., Belcari, J., Saghafi, H. and Palazzetti, R., 2017. Study on Mode I fatigue behaviour of Nylon 6,6 nanoreinforced CFRP laminates. *Composite Structures*, 164, 51-57.
- Campbell, F.C., 2004. Manufacturing processes for advanced composites. Elsevier, Büyük Britanya.
- Campbell, F.C., 2010. Structural composite materials. ASM international, Ohio, USA.
- Carrizales, C., Pelfrey, S., Rincon, R., Eubanks, T.M., Kuang, A., McClure, M.J., Bowlin, G.L. and Macosay, J., 2008. Thermal and mechanical properties of electrospun PMMA, PVC, Nylon 6, and Nylon 6,6. *Polymers for Advanced Technologies*, 19 (2), 124-130.
- Ceylan, Z., Uslu, E., İspirli, H., Meral, R., Gavgalı, M., Yilmaz, M.T. and Dertli, E., 2019. A novel perspective for *Lactobacillus reuteri*: Nanoencapsulation to obtain functional fish fillets. *LWT-Food Science and Technology*, 115, 108427.
- Chen, Q., Zhao, Y., Zhou, Z., Rahman, A., Wu, X.-F., Wu, W., Xu, T. and Fong, H., 2013. Fabrication and mechanical properties of hybrid multi-scale epoxy composites reinforced with conventional carbon fiber fabrics surface-attached with electrospun carbon nanofiber mats. *Composites Part B: Engineering*, 44 (1), 1-7.
- Chew, S.Y., Hufnagel, T.C., Lim, C.T. and Leong, K.W., 2006. Mechanical properties of single electrospun drug-encapsulated nanofibres. *Nanotechnology*, 17 (15), 3880.
- Chou, Y., Shao, C., Li, X., Su, C., Xu, H., Zhang, M., Zhang, P., Zhang, X. and Liu, Y., 2013. BiOCl nanosheets immobilized on electrospun polyacrylonitrile nanofibers with high photocatalytic activity and reusable property. *Applied Surface Science*, 285, 509-516.
- Chung, D.D.L., 2010. Composite Materials Science and Applications. Springer, London.
- Dang, W., Kubouchi, M., Yamamoto, S., Sembokuya, H. and Tsuda, K., 2002. An approach to chemical recycling of epoxy resin cured with amine using nitric acid. *Polymer*, 43 (10), 2953-2958.
- Danni, N. and Sasikumar, T., 2016. Characterization of electrospun carbon nanofiber mat reinforced polymer composites using ultra-sonic scanning method. *Dig J Nanomater Biostruct*, 11 (1), 141-148.
- De Schoenmaker, B., Van der Heijden, S., De Baere, I., Van Paepegem, W. and De Clerck, K., 2013. Effect of electrospun polyamide 6 nanofibres on the mechanical properties of a glass fibre/epoxy composite. *Polymer Testing*, 32 (8), 1495-1501.
- Deitzel, J.M., Kleinmeyer, J., Harris, D. and Beck Tan, N.C., 2001a. The effect of processing variables on the morphology of electrospun nanofibers and textiles. *Polymer*, 42 (1), 261-272.

- Deitzel, J.M., Kleinmeyer, J., Hirvonen, J. and Tan, N.B., 2001b. Controlled deposition of electrospun poly (ethylene oxide) fibers. *Polymer*, 42 (19), 8163-8170.
- Ding, B., Kim, H.Y., Lee, S.C., Shao, C.L., Lee, D.R., Park, S.J., Kwag, G.B. and Choi, K.J., 2002. Preparation and characterization of a nanoscale poly(vinyl alcohol) fiber aggregate produced by an electrospinning method. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, 40 (13), 1261-1268.
- Ding, W., Wei, S., Zhu, J., Chen, X., Rutman, D. and Guo, Z., 2010. Manipulated electrospun PVA nanofibers with inexpensive salts. *Macromolecular Materials and Engineering*, 295 (10), 958-965.
- Dong, Y., Mosaval, T., Haroosh, H.J., Umer, R., Takagi, H. and Lau, K.T., 2014. The potential use of electrospun polylactic acid nanofibers as alternative reinforcements in an epoxy composite system. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, 52 (9), 618-623.
- Drzeżdżon, J., Jacewicz, D., Sielicka, A. and Chmurzyński, L., 2019. Characterization of polymers based on differential scanning calorimetry based techniques. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, 110, 51-56.
- Ekrem, M., 2017. Mechanical properties of MWCNT Reinforced polyvinyl alcohol nanofiber mats by electrospinnig method. *El-Cezeri Journal of Science and Engineering*, 4 (2), 190-200.
- Erdal, M.O., Yazman, Ş., Gemi, L. ve Yapıcı, A., 2015. Çok katmanlı nanoelyaf takviyesinin epoksi reçinenin mekanik özelliklerine etkisinin incelenmesi, *Mühendislikte Yeni Teknolojiler (MYT-2015)*, Bayburt, Türkiye, 30-34.
- Erdal, M.O., Yazman, Ş., Gemi, L. and Yapıcı, A., 2018. The effect of nonwoven electrospun PAN nanofiber mat on mechanical and thermal properties of epoxy composites. *Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 22 (2), 528-535.
- Es-Saheb, M., Elzatahry, A.A., Sherif, E., Alkaraki, A.S. and Kenawy, E.-R., 2012. A novel electrospinning application for polyvinyl chloride nanofiber coating deposition as a corrosion inhibitor for aluminum, steel, and brass in chloride solutions. *International Journal of Electrochemical Science*, 7 (7), 5962-5976.
- Estevez-Areco, S., Guz, L., Candal, R. and Goyanes, S., 2018. Release kinetics of rosemary (*Rosmarinus officinalis*) polyphenols from polyvinyl alcohol (PVA) electrospun nanofibers in several food simulants. *Food Packaging and Shelf Life*, 18, 42-50.
- Faridi-Majidi, R., Ziyadi, H., Naderi, N. and Amani, A., 2012. Use of artificial neural networks to determine parameters controlling the nanofibers diameter in electrospinning of nylon-6,6. *Journal of applied polymer science*, 124 (2), 1589-1597.
- Fennessey, S.F. and Farris, R.J., 2004. Fabrication of aligned and molecularly oriented electrospun polyacrylonitrile nanofibers and the mechanical behavior of their twisted yarns. *Polymer*, 45 (12), 4217-4225.
- Fong, H., Chun, I. and Reneker, D.H., 1999. Beaded nanofibers formed during electrospinning. *Polymer*, 40 (16), 4585-4592.
- Fong, H. and Reneker, D.H., 2001. Electrospinning and the formation of nanofibers. *Structure Formation in Polymeric Fibers*, Ed: D.R. Salem. Carl Hanser Verlag GmbH & Co. KG, 225-246.
- Gay, D., 2015. Composite materials: design and applications. CRC Press, Boca Raton.

- Gemi, L., Kayrıci, M., Uludağ, M., Gemi, D.S. and Şahin, Ö.S., 2018. Experimental and statistical analysis of low velocity impact response of filament wound composite pipes. *Composites Part B: Engineering*, 149, 38-48.
- Gemi, L., Yazman, S., Uludağ, M., Dispınar, D. and Tiryakioğlu, M., 2017. The effect of 0.5 wt% additions of carbon nanotubes and ceramic nanoparticles on tensile properties of epoxy-matrix composites: a comparative study. *Mater. Sci Nanotechnol*, 1 (2), 15-22.
- Gibson, P., Schreuder-Gibson, H. and Rivin, D., 2001. Transport properties of porous membranes based on electrospun nanofibers. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 187, 469-481.
- Gibson, R.F., 2016. *Principles of composite material mechanics*. CRC press, Boca Raton.
- Glancey, J.L., 2010. *Vacuum-Assisted Resin Transfer Molding. Innovations in materials manufacturing, fabrication, and environmental safety*, Ed: M. Schwartz. CRC press, Boca Raton.
- Gliścińska, E., Olejnik, D. and Krucińska, I., 2012. Influence of the Structure of Nanofibre Based Composites on Their Strength Properties. *Fibres & Textiles in Eastern Europe*, 26-29.
- Gopal, R., Kaur, S., Ma, Z., Chan, C., Ramakrishna, S. and Matsuura, T., 2006. Electrospun nanofibrous filtration membrane. *Journal of Membrane Science*, 281 (1-2), 581-586.
- Goren, A. and Atas, C., 2008. Manufacturing of polymer matrix composites using vacuum assisted resin infusion molding. *Archives of materials Science and Engineering*, 34 (2), 117-120.
- Guerrini, L.M., Branciforti, M.C., Canova, T. and Bretas, R.E.S.B., 2009. Electrospinning and characterization of polyamide 66 nanofibers with different molecular weights. *Materials Research*, 12 (2), 181-190.
- Gupta, P., Elkins, C., Long, T.E. and Wilkes, G.L., 2005. Electrospinning of linear homopolymers of poly (methyl methacrylate): exploring relationships between fiber formation, viscosity, molecular weight and concentration in a good solvent. *Polymer*, 46 (13), 4799-4810.
- Haggenmueller, R., Du, F., Fischer, J.E. and Winey, K.I., 2006. Interfacial in situ polymerization of single wall carbon nanotube/nylon 6,6 nanocomposites. *Polymer*, 47 (7), 2381-2388.
- Haider, A., Haider, S. and Kang, I.-K., 2018. A comprehensive review summarizing the effect of electrospinning parameters and potential applications of nanofibers in biomedical and biotechnology. *Arabian Journal of Chemistry*, 11 (8), 1165-1188.
- Hardick, O., Stevens, B. and Bracewell, D.G., 2011. Nanofibre fabrication in a temperature and humidity controlled environment for improved fibre consistency. *Journal of materials science*, 46 (11), 3890-3898.
- He, H., Kara, Y. and Molnar, K., 2018. Effect of needle characteristic on fibrous PEO produced by electrospinning. *Resolution and Discovery*, 1-5.
- Heikkilä, P. and Harlin, A., 2008. Parameter study of electrospinning of polyamide-6. *European Polymer Journal*, 44 (10), 3067-3079.
- Hindersmann, A., 2019. Confusion about infusion: An overview of infusion processes. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 105583.

- Hsiao, K.T. and Heider, D., 2012. Vacuum assisted resin transfer molding (VARTM) in polymer matrix composites. *Manufacturing techniques for polymer matrix composites (PMCs)*, Ed: S.G. Advani and K.-T. Hsiao. Woodhead Publishing, 310-347.
- Huang, C., Chen, S., Lai, C., Reneker, D.H., Qiu, H., Ye, Y. and Hou, H., 2006. Electrospun polymer nanofibres with small diameters. *Nanotechnology*, 17 (6), 1558.
- Huang, L., Nagapudi, K., P. Apkarian, R. and Chaikof, E.L., 2001. Engineered collagen-PEO nanofibers and fabrics. *Journal of biomaterials science, Polymer edition*, 12 (9), 979-993.
- Huang, Z.-M., Zhang, Y.-Z., Kotaki, M. and Ramakrishna, S., 2003. A review on polymer nanofibers by electrospinning and their applications in nanocomposites. *Composites science and technology*, 63 (15), 2223-2253.
- Islam, M.S., Ang, B.C., Andriyana, A. and Afifi, A.M., 2019. A review on fabrication of nanofibers via electrospinning and their applications. *SN Applied Sciences*, 1 (10), 1248.
- Jin, S.Y., Kim, M.H., Jeong, Y.G., Yoon, Y.I. and Park, W.H., 2017. Effect of alkaline hydrolysis on cyclization reaction of PAN nanofibers. *Materials & Design*, 124, 69-77.
- Jun, Z., Haoqing, H., Schaper, A., Wendorff, J.H. and Greiner, A., 2003. Poly-L-lactide nanofibers by electrospinning—influence of solution viscosity and electrical conductivity on fiber diameter and fiber morphology. *e-Polymers*, 3 (1).
- Kaw, A.K., 2006. *Mechanics of composite materials*. CRC press, New York.
- Kelkar, A.D., Mohan, R., Bolick, R. and Shendekar, S., 2010. Effect of nanoparticles and nanofibers on Mode I fracture toughness of fiber glass reinforced polymeric matrix composites. *Materials Science and Engineering: B*, 168 (1-3), 85-89.
- Khan, Z., Kafiah, F., Shafi, H.Z., Nufaiei, F., Furquan, S.A. and Matin, A., 2015. Morphology, mechanical properties and surface characteristics of electrospun polyacrylonitrile (PAN) nanofiber mats. *IJAENT*, 2 (3), 15-22.
- Kirecci, A., Özkoç, Ü. and İçoğlu, H.İ., 2012. Determination of optimal production parameters for polyacrylonitrile nanofibers. *Journal of applied polymer science*, 124 (6), 4961-4968.
- Kirtay, S. and Dispinar, D., 2012. Effect of ranking selection on the Weibull modulus estimation. *Gazi University Journal of Science*, 25 (1), 175-187.
- Ko, F.K. and Wan, Y., 2014. *Introduction to nanofiber materials*. Cambridge University Press.
- Ko, F.K. and Yang, H., 2008. Functional Nanofibre: Enabling Material for the Next Generations Smart Textiles. *Journal of Fiber Bioengineering and Informatics*, 1 (2), 81-92.
- Koski, A., Yim, K. and Shivkumar, S., 2004. Effect of molecular weight on fibrous PVA produced by electrospinning. *Materials Letters*, 58 (3-4), 493-497.
- Kozanoğlu, G.S., 2006. Elektrospinning yöntemiyle nanolif üretim teknolojisi. Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Larrondo, L. and St. John Manley, R., 1981. Electrostatic fiber spinning from polymer melts. I. Experimental observations on fiber formation and properties. *Journal of Polymer Science: Polymer Physics Edition*, 19 (6), 909-920.

- Lee, K.H., Kim, H.Y., Bang, H.J., Jung, Y.H. and Lee, S.G., 2003. The change of bead morphology formed on electrospun polystyrene fibers. *Polymer*, 44 (14), 4029-4034.
- Lee, K.H., Kim, H.Y., La, Y.M., Lee, D.R. and Sung, N.H., 2002. Influence of a mixing solvent with tetrahydrofuran and N,N-dimethylformamide on electrospun poly(vinyl chloride) nonwoven mats. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, 40 (19), 2259-2268.
- Lee, L., Jain, R., Stephenson, L. and Ramirez, C., 2012. Introduction. Fiber reinforced polymer (FRP) composites for infrastructure applications: focusing on innovation, technology implementation and sustainability, Ed: R. Jain and L. Lee. Springer, 1-21.
- Li, B., Yuan, H. and Zhang, Y., 2013. Transparent PMMA-based nanocomposite using electrospun graphene-incorporated PA-6 nanofibers as the reinforcement. *Composites science and technology*, 89, 134-141.
- Li, Z. and Wang, C., 2013. One-dimensional nanostructures: electrospinning technique and unique nanofibers. Springer.
- Liao, G., You, Q., Xia, H. and Wang, D., 2016. Preparation and properties of novel epoxy composites containing electrospun PA6/F-MWNTs fibers. *Polymer Engineering & Science*, 56 (11), 1259-1266.
- Lim, C.T., Tan, E.P.S. and Ng, S.Y., 2008. Effects of crystalline morphology on the tensile properties of electrospun polymer nanofibers. *Applied physics letters*, 92 (14), 141908.
- Linggawati, A., Mohammad, A.W. and Ghazali, Z., 2009. Effect of electron beam irradiation on morphology and sieving characteristics of nylon-66 membranes. *European Polymer Journal*, 45 (10), 2797-2804.
- Maity, P., Kasisomayajula, S.V., Parameswaran, V., Basu, S. and Gupta, N., 2008. Improvement in surface degradation properties of polymer composites due to pre-processed nanometric alumina fillers. *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, 15 (1), 63-72.
- Mallick, P.K., 2007. Fiber-reinforced composites: materials, manufacturing, and design. CRC press, Boca Raton.
- Matabola, K.P. and Moutloali, R.M., 2013. The influence of electrospinning parameters on the morphology and diameter of poly(vinylidene fluoride) nanofibers-effect of sodium chloride. *Journal of materials science*, 48 (16), 5475-5482.
- Mathew, J., Joy, J. and George, S.C., 2018. Potential applications of nanotechnology in transportation: A review. *Journal of King Saud University-Science*.
- Matulevicius, J., Kliucininkas, L., Martuzevicius, D., Krugly, E., Tichonovas, M. and Baltrusaitis, J., 2014. Design and characterization of electrospun polyamide nanofiber media for air filtration applications. *Journal of nanomaterials*, 14.
- Mazumdar, S.K., 2002. Composites manufacturing: materials, product, and process engineering. CRC Press, Washington, USA.
- Mit-uppatham, C., Nithitanakul, M. and Supaphol, P., 2004. Ultrafine electrospun polyamide-6 fibers: effect of solution conditions on morphology and average fiber diameter. *Macromolecular Chemistry and Physics*, 205 (17), 2327-2338.
- Molnár, K., Košťáková, E. and Mészáros, L., 2013. The effect of needleless electrospun nanofibrous interleaves on mechanical properties of carbon fabrics/epoxy laminates. *Express Polymer Letters*, 8 (1), 62-72.

- Monteserín, C., Blanco, M., Murillo, N., Pérez-Márquez, A., Maudes, J., Gayoso, J., Laza, J.M., Hernáez, E., Aranzabe, E. and Vilas, J.L., 2019. Novel Antibacterial and Toughened Carbon-Fibre/Epoxy Composites by the Incorporation of TiO₂ Nanoparticles Modified Electrospun Nanofibre Veils. *Polymers*, 11 (9), 1524.
- Naebe, M., Lin, T., Staiger, M.P., Dai, L. and Wang, X., 2008. Electrospun single-walled carbon nanotube/polyvinyl alcohol composite nanofibers: structure–property relationships. *Nanotechnology*, 19 (30), 305702.
- Navarro-Pardo, F., Martínez-Barrera, G., Martínez-Hernández, A.L., Castaño, V.M., Rivera-Armenta, J.L., Medellín-Rodríguez, F. and Velasco-Santos, C., 2013. Effects on the thermo-mechanical and crystallinity properties of nylon 6,6 electrospun fibres reinforced with one dimensional (1D) and two dimensional (2D) carbon. *Materials*, 6 (8), 3494-3513.
- Neppalli, R., Marega, C., Marigo, A., Bajgai, M.P., Kim, H.Y. and Causin, V., 2010. Poly(ϵ -caprolactone) filled with electrospun nylon fibres: A model for a facile composite fabrication. *European Polymer Journal*, 46 (5), 968-976.
- Ojha, S.S., Afshari, M., Kotek, R. and Gorga, R.E., 2008. Morphology of electrospun nylon-6 nanofibers as a function of molecular weight and processing parameters. *Journal of applied polymer science*, 108 (1), 308-319.
- Pai, C.-L., Boyce, M.C. and Rutledge, G.C., 2011. Mechanical properties of individual electrospun PA 6(3)T fibers and their variation with fiber diameter. *Polymer*, 52 (10), 2295-2301.
- Parlayıcı, Ş., Yar, A., Pehlivan, E. and Avcı, A., 2019. ZnO-TiO₂ doped polyacrylonitrile nano fiber-Mat for elimination of Cr (VI) from polluted water. *Journal of Analytical Science and Technology*, 10 (1), 24.
- Pelipenko, J., Kristl, J., Janković, B., Baumgartner, S. and Kocbek, P., 2013. The impact of relative humidity during electrospinning on the morphology and mechanical properties of nanofibers. *International journal of pharmaceutics*, 456 (1), 125-134.
- Phatcharavit, K., Taweepreda, W., Boonkerd, K. and Kim, J.K., 2013. Preparation and properties of electrospun PVC nanofiber, *Advanced Materials Research*. Trans Tech Publ, 193-196.
- Prashanth, S., Subbaya, K., Nithin, K. and Sachhidananda, S., 2017. Fiber reinforced composites-A review. *J Material Sci. Eng.*, 6 (3), 1-6.
- Ramakrishna, S., 2005. An introduction to electrospinning and nanofibers. World Scientific.
- Ren, C., 2013. PAN nanofibers and nanofiber reinforced composites. Master's Thesis, Mechanical Engineering and Applied Mechanics, University of Nebraska-Lincoln, Lincoln, Nebraska.
- Reneker, D.H. and Yarin, A.L., 2008. Electrospinning jets and polymer nanofibers. *Polymer*, 49 (10), 2387-2425.
- Ryu, Y.J., Kim, H.Y., Lee, K.H., Park, H.C. and Lee, D.R., 2003. Transport properties of electrospun nylon 6 nonwoven mats. *European Polymer Journal*, 39 (9), 1883-1889.
- Saghafi, H., Palazzetti, R., Zucchelli, A. and Minak, G., 2015. Influence of electrospun nanofibers on the interlaminar properties of unidirectional epoxy resin/glass fiber composite laminates. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 34 (11), 907-914.

- Senecal, K.J., Ziegler, D.P., He, J., Mosurkal, R., Schreuder-Gibson, H. and Samuelson, L.A., 2001. Photoelectric response from nanofibrous membranes. *MRS Online Proceedings Library Archive*, 708, BB9.5.1-5.
- Sharma, S.D., Sowntharya, L. and Kar, K.K., 2017. Polymer-Based Composite Structures: Processing and Applications. *Composite materials: processing, applications, characterizations*, Ed: K.K. Kar. Springer, Berlin, Germany, 1-36.
- Shin, Y.M., Hohman, M.M., Brenner, M.P. and Rutledge, G.C., 2001a. Electrospinning: A whipping fluid jet generates submicron polymer fibers. *Applied physics letters*, 78 (8), 1149-1151.
- Shin, Y.M., Hohman, M.M., Brenner, M.P. and Rutledge, G.C., 2001b. Experimental characterization of electrospinning: the electrically forced jet and instabilities. *Polymer*, 42 (25), 09955-09967.
- Son, W.K., Youk, J.H., Lee, T.S. and Park, W.H., 2004. The effects of solution properties and polyelectrolyte on electrospinning of ultrafine poly(ethylene oxide) fibers. *Polymer*, 45 (9), 2959-2966.
- Strong, A.B., 2008. *Fundamentals of Composites Manufacturing: Materials, Methods and Applications*. Society of Manufacturing Engineers, Michigan, USA.
- Subagia, I.D.G.A., Jiang, Z., Tijing, L.D., Kim, Y., Kim, C.S., Lim, J.K. and Shon, H.K., 2014. Hybrid multi-scale basalt fiber-epoxy composite laminate reinforced with Electrospun polyurethane nanofibers containing carbon nanotubes. *Fibers and Polymers*, 15 (6), 1295-1302.
- Supaphol, P. and Chuangchote, S., 2008. On the electrospinning of poly(vinyl alcohol) nanofiber mats: a revisit. *Journal of applied polymer science*, 108 (2), 969-978.
- Tarus, B., Fadel, N., Al-Oufy, A. and El-Messiry, M., 2016. Effect of polymer concentration on the morphology and mechanical characteristics of electrospun cellulose acetate and poly (vinyl chloride) nanofiber mats. *Alexandria Engineering Journal*, 55 (3), 2975-2984.
- Taylor, G.I., 1964. Disintegration of water drops in an electric field. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences*, 280 (1382), 383-397.
- Tekmen, S. and Alim, Z., 2018. Ethics in Nanotechnology and Society Perception. *Nanotoxicology Toxicity Evaluation, Risk Assessment and Management*, Ed: V. Kumar, N. Dasgupta and S. Ranjan. CRC Press, Boca Raton, 19-33.
- Teo, W.E. and Ramakrishna, S., 2006. A review on electrospinning design and nanofibre assemblies. *Nanotechnology*, 17 (14), R89-R106.
- Tiryakioğlu, M. and Campbell, J., 2010. Weibull analysis of mechanical data for castings: A guide to the interpretation of probability plots. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 41 (12), 3121-3129.
- Tunçay, T., Tekeli, S., Özyürek, D. and Dişpinar, D., 2017. Microstructure–bifilm interaction and its relation with mechanical properties in A356. *International Journal of Cast Metals Research*, 30 (1), 20-29.
- Uyaner, M. ve Adem, Y., 2019. Nano Elyaf Takviyeli Nanokompozit Üretimi ve Karakterizasyonu. *Necmettin Erbakan Üniversitesi Fen ve Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 1 (1), 10-19.
- Van Oosterom, S., Allen, T., Battley, M. and Bickerton, S., 2019. An objective comparison of common vacuum assisted resin infusion processes. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 125, 105528.

- Vongsetskul, T., Chantarodsakun, T., Wongsomboon, P., Rangkupan, R. and Tangboriboonrat, P., 2015. Effect of solvent and processing parameters on electrospun polyvinylpyrrolidone ultra-fine fibers. *Chiang Mai J Sci*, 42 (2), 436-442.
- Wang, G., Yu, D., Kelkar, A.D. and Zhang, L., 2017. Electrospun nanofiber: Emerging reinforcing filler in polymer matrix composite materials. *Progress in Polymer Science*, 75, 73-107.
- Wang, T. and Kumar, S., 2006. Electrospinning of polyacrylonitrile nanofibers. *Journal of applied polymer science*, 102 (2), 1023-1029.
- Wei, G. and Ma, P.X., 2008. Nanostructured biomaterials for regeneration. *Advanced functional materials*, 18 (22), 3566-3582.
- Wei, W., Yeh, J.T., Li, P., Li, M.R., Li, W. and Wang, X.L., 2010. Effect of nonsolvent on morphologies of polyamide 6 electrospun fibers. *Journal of applied polymer science*, 118 (5), 3005-3012.
- Wu, M., Wang, Q., Li, K., Wu, Y. and Liu, H., 2012. Optimization of stabilization conditions for electrospun polyacrylonitrile nanofibers. *Polymer degradation and stability*, 97 (8), 1511-1519.
- Xue, J., Wu, T., Dai, Y. and Xia, Y., 2019. Electrospinning and electrospun nanofibers: methods, materials, and applications. *Chemical reviews*, 119 (8), 5298-5415.
- Yang, Q., Li, Z., Hong, Y., Zhao, Y., Qiu, S., Wang, C. and Wei, Y., 2004. Influence of solvents on the formation of ultrathin uniform poly(vinyl pyrrolidone) nanofibers with electrospinning. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, 42 (20), 3721-3726.
- Yapici, A., Özkan, V., Yıldız, M., Erdal, M.O., Gemi, L. and Yazman, Ş., 2016. The effect of nylon 6.6 nanofiber layers on mechanical properties of epoxy. *The International Journal of Engineering and Science*, 5 (11), 86-89.
- Yarin, A.L., Koombhongse, S. and Reneker, D.H., 2001. Taylor cone and jetting from liquid droplets in electrospinning of nanofibers. *Journal of applied physics*, 90 (9), 4836-4846.
- Yashas Gowda, T.G., Sanjay, M.R., Subrahmanya Bhat, K., Madhu, P., Senthamaraikannan, P. and Yogesha, B., 2018. Polymer matrix-natural fiber composites: An overview. *Cogent Engineering*, 5 (1), 1446667.
- Yazman, Ş., 2018. Karbon nanotüp ve seramik nanopartikül takviyeli hibrit nanokompozit yapıştırıcıların mekanik özelliklerinin araştırılması. Doktora Tezi, Necmettin Erbakan Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Konya.
- Yenilmez, B., Senan, M. and Sozer, E.M., 2009. Variation of part thickness and compaction pressure in vacuum infusion process. *Composites science and technology*, 69 (11-12), 1710-1719.
- Yıldırım, F., 2019. Elektro eğirme yöntemiyle üretilmiş çok cidarlı karbon nanotüp katkılı polivinil alkol nanoelyaf takviyeli nanokompozit levhaların üretimi ve mekanik özelliklerinin incelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Necmettin Erbakan Üniversitesi, Konya.
- Yuan, X., Zhang, Y., Dong, C. and Sheng, J., 2004. Morphology of ultrafine polysulfone fibers prepared by electrospinning. *Polymer international*, 53 (11), 1704-1710.
- Yuya, N., Kai, W., Kim, B.-S. and Kim, I.-S., 2010. Morphology controlled electrospun poly(vinyl pyrrolidone) fibers: Effects of organic solvent and relative humidity. *J. Mater. Sci. Eng. Adv. Technol*, 2 (1), 97-112.

- Zahedi, H., Emamy, M., Razaghian, A., Mahta, M., Campbell, J. and Tiryakioğlu, M., 2007. The effect of Fe-rich intermetallics on the Weibull distribution of tensile properties in a cast Al-5 pct Si-3 pct Cu-1 pct Fe-0.3 pct Mg alloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 38 (3), 659-670.
- Zeng, C., Tian, W., Liao, W.H. and Hua, L., 2016. Microstructure and porosity evaluation in laser-cladding deposited Ni-based coatings. *Surface and Coatings Technology*, 294, 122-130.
- Zhang, C., Yuan, X., Wu, L., Han, Y. and Sheng, J., 2005. Study on morphology of electrospun poly(vinyl alcohol) mats. *European Polymer Journal*, 41 (3), 423-432.
- Zhang, J., Lin, T. and Wang, X., 2010. Electrospun nanofibre toughened carbon/epoxy composites: Effects of polyetherketone cardo (PEK-C) nanofibre diameter and interlayer thickness. *Composites science and technology*, 70 (11), 1660-1666.
- Zhang, S., Shim, W.S. and Kim, J., 2009. Design of ultra-fine nonwovens via electrospinning of Nylon 6: Spinning parameters and filtration efficiency. *Materials & Design*, 30 (9), 3659-3666.
- Zhao, J., Liu, H. and Xu, L., 2016. Preparation and formation mechanism of highly aligned electrospun nanofibers using a modified parallel electrode method. *Materials and Design*, 90, 1-6.
- Zhou, J., Gui, B., Qiao, Y., Zhang, J., Wang, W., Yao, H., Yu, Y. and Xu, M., 2016. Understanding the pyrolysis mechanism of polyvinylchloride (PVC) by characterizing the chars produced in a wire-mesh reactor. *Fuel*, 166, 526-532.
- Zong, X., Kim, K., Fang, D., Ran, S., Hsiao, B.S. and Chu, B., 2002. Structure and process relationship of electrospun bioabsorbable nanofiber membranes. *Polymer*, 43 (16), 4403-4412.
- Zucchelli, A., Focarete, M.L., Gualandi, C. and Ramakrishna, S., 2011. Electrospun nanofibers for enhancing structural performance of composite materials. *Polymers for Advanced Technologies*, 22 (3), 339-349.

ÖZGEÇMİŞ

1986 tarihinde Bursa’da doğdu. İlköğretimini Hürriyet İlköğretim Okulu’nda, ortaöğretimini Çelebi Mehmet Lisesi’nde tamamladı. 2005 yılında Fırat Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü’ne yerleşti. 2007-2008 eğitim-öğretim yılının güz yarıyılında Uludağ Üniversitesi Makine Mühendisliği bölümüne yatay geçiş yaptı ve 2009 yılında bu okuldan mezun oldu. Aynı yılın güz döneminde Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Mühendisliği Anabilim Dalı’nda yüksek lisans eğitimine başladı ve 2014 yılında tamamladı. 2014 yılının bahar döneminde Atatürk Üniversitesi, Makine Mühendisliği Bölümü’nde doktora eğitimine başladı.

2010 yılında Bayburt Üniversitesi Makine Mühendisliği Bölümü’ne araştırma görevlisi olarak atandı ve halen aynı üniversitede görevine devam etmektedir. Evli ve bir çocuk babasıdır.