

**KOCAELİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLER ENSTİTÜSÜ**

**KİMYA MÜHENDİSLİĞİ
ANABİLİM DALI**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**CAM ELYAF TAKVİYELİ PA6/PA12 VE PA6/PA610
KARIŞIMLARININ HAZIRLANMASI VE ÖZELLİKLERİNİN
İNCELENMESİ**

ELNURA ARTYKBAEVA

KOCAELİ 2022

**KOCAELİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLER ENSTİTÜSÜ**

**KİMYA MÜHENDİSLİĞİ
ANABİLİM DALI**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**CAM ELYAF TAKVİYELİ PA6/PA12 VE PA6/PA610
KARIŞIMLARININ HAZIRLANMASI VE ÖZELLİKLERİNİN
İNCELENMESİ**

ELNURA ARTYKBAEVA

Prof. Dr. Ayşe Aytaç	
Danışman, Kocaeli Üniversitesi	
Doç.Dr. Mehmet Kodal	
Jüri Üyesi, Kocaeli Üniversitesi	
Prof.Dr. Ali Durmuş	
Jüri Üyesi, İstanbul Üniversitesi-Cerrahpaşa	

Tezin Savunulduğu Tarihi: 18.01.2022

ETİK BEYAN VE ARAŞTIRMA FONU DESTEĞİ

Kocaeli Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada,

- Bu tezin bana ait, özgün bir çalışma olduğunu,
- Çalışmamın hazırlık, veri toplama, analiz ve bilgilerin sunumu olmak üzere tüm aşamalarında bilimsel etik ilke ve kurallara uygun davrandığımı,
- Bu çalışma kapsamında elde edilen tüm veri ve bilgiler için kaynak gösterdiğimi ve bu kaynaklara kaynakçada yer verdiğimi,
- Bu çalışmanın Kocaeli Üniversitesi'nin abone olduğu intihal yazılım programı kullanılarak Fen Bilimleri Enstitüsü'nün belirlemiş olduğu ölçütlere uygun olduğunu,
- Kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapmadığımı,
- Tezin herhangi bir bölümünü bu üniversite veya başka bir üniversitede başka bir tez çalışması olarak sunmadığımı,

beyan ederim.

☐ Bu tez çalışmasının herhangi bir aşaması hiçbir kurum/kuruluş tarafından maddi desteği ile desteklenmemiştir.

☒ Bu tez çalışması kapsamında üretilen veri ve bilgiler Kocaeli Üniversitesi BAP Koordinasyon Birimi tarafından FYL-2021-2659 no'lu proje kapsamında maddi desteği alınarak gerçekleştirilmiştir.

Herhangi bir zamanda, çalışmamla ilgili yaptığım bu beyana aykırı bir durumun saptanması durumunda, ortaya çıkacak tüm ahlaki ve hukuki sonuçları kabul ettiğimi bildiririm.

Elnura Artykbaeva

YAYIMLAMA VE FİKRİ MÜLKİYET HAKLARI

Fen Bilimleri Enstitüsü tarafından onaylanan lisansüstü tezimin tamamını veya herhangi bir kısmını, basılı ve elektronik formatta arşivleme ve aşağıda belirtilen koşullarla kullanıma açma izninin Kocaeli Üniversitesi'ne verdiğimi beyan ederim. Bu izinle Üniversiteye verilen kullanım hakları dışındaki tüm fikri mülkiyet haklarım bende kalacak, tezimin tamamının ya da bir bölümünün gelecekteki çalışmalarda (makale, kitap, lisans ve patent vb.) kullanımı bana ait olacaktır.

Tezin kendi özgün çalışmam olduğunu, başkalarının haklarını ihlal etmediğimi ve tezimin tek yetkili sahibi olduğumu beyan ve taahhüt ederim. Tezimde yer alan telif hakkı bulunan ve sahiplerinden yazılı izin alınarak kullanılması zorunlu metinlerin yazılı izin alarak kullandığımı ve istenildiğinde suretlerini Üniversiteye teslim etmeyi taahhüt ederim.

Yükseköğretim kurulu tarafından yayınlanan “Lisansüstü Tezlerin Elektronik Ortamda Toplanması, Düzenlenmesi ve Erişime Açılmasına İlişkin Yönerge” kapsamında tezim aşağıda belirtilen koşullar haricinde YÖK Ulusal Tez Merkezi/ Kocaeli Üniversitesi Kütüphaneleri Açık Erişim Sisteminde erişime açılır.

- ☐ Enstitü yönetim kurulu kararı ile tezimin/projemin erişime açılması mezuniyet tarihinden itibaren 2 yıl ertelenmiştir.
- ☐ Enstitü yönetim kurulu gerekçeli kararı ile tezimin/projemin erişime açılması mezuniyet tarihinden itibaren 6 ay ertelenmiştir.
- ☒ Tezim/projem ile ilgili gizlilik kararı verilmemiştir.

Elnura Artykbaeva

ÖNSÖZ VE TEŞEKKÜR

Bu yüksek lisans tez çalışmasında, cam elyaf takviyeli PA6/PA12 ve PA6/PA610 karışımları hazırlanmış ve özellikleri incelenmiştir.

Yüksek lisans öğrenimim boyunca her türlü desteği ile hep yanımda olup, bana yol gösteren, bilgisini ve deneyimlerini sabırla aktaran gerek kişiliği gerekse akademik çalışmaları ile örnek aldığım, iyi ki beni kabul etmiş dediğim danışman hocam sayın Prof. Dr. Ayşe AYTAÇ'a teşekkürü bir borç bilirim.

Bu tez çalışmasını FYL-2021-2659 proje nolu yüksek lisans projesi kapsamında destekleyen Kocaeli Üniversitesi BAP Koordinasyon Birimi'ne teşekkürlerimi sunarım.

Bu çalışmada kullanılan PA610 ve PA12 polimerlerinin temin edildiği Epsan Plastik San. ve Tic.A.Ş'ye, Pulver Kimya San. ve Tic. A.Ş'ye ve takviye malzemesi olarak kullanılan cam elyafın temin edildiği Türkiye Şişe ve Cam Fabrikaları A.Ş'ye teşekkür ediyorum.

Kimya Mühendisliği Yüksek lisans eğitimim süresince, bilgi ve yönlendirmelerini esirgemeyen tüm hocalarıma teşekkür ederim. Ayrıca çalışmalarına başladığımda laboratuvara uyum sağlamama yardımcı olan, bilgi ve deneyimlerini paylaşmada hiç tereddüt etmeyen, varlıklarını ve desteklerini her zaman arkamda hissettiğim başta canım ablam Bedriye Üçpınar Durmaz olmak üzere, Sema Samatya Yılmaz, Necla Altun, Merve Ün, Tuba Ünügöl ve tez çalışmam boyunca aynı laboratuvarı paylaştığım, her zaman yardımlarını esirgemeyen Polimer Laboratuvarı'nda bulunan tüm çalışma arkadaşlarıma teşekkür ediyorum.

Benim için en önemli olan, benim bu dereceye gelmeme en büyük katkıyı sağlayan, her zaman desteğini ve sevgisini hissettiğim, canım babam Arpachy ARTYKBAEV'e, canım annem Kymbat ABDRAİMOVA'ya, bana benden çok güvenen, maddi ve manevi desteklerini hiçbir zaman esirgemeyen canım ağabeylerim Marat ve Azamat ARPACHİEV'e, yengem Cholpon Amanturova'ya, biricik kız kardeşim Aidana ARTYKBAEVA'ya ve sevgili ailemin tüm üyelerine teşekkürüm sonsuzdur.

Her zaman bana güvenen, her türlü desteğini esirgemeyen ve sabırla, anlayışla her zaman yanımda olan sevgili İsa BEKİSHOV'e teşekkür ediyorum.

Ocak-2022

Elnura ARTYKBAEVA

İÇİNDEKİLER

ETİK BEYAN VE ARAŞTIRMA FONU DESTEĞİ.....	i
YAYIMLAMA VE FİKRİ MÜLKİYET HAKLARI	ii
ÖNSÖZ VE TEŞEKKÜR.....	iii
İÇİNDEKİLER.....	iv
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	vi
TABLOLAR DİZİNİ.....	viii
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	ix
ÖZET	x
ABSTRACT	xi
1. GİRİŞ	1
2. GENEL BİLGİLER	3
2.1. Kompozit Malzemelere Giriş	3
2.1.1. Kompozitlerin Kullanım Alanları	4
2.1.2. Kompozitlerin Sınıflandırılması	5
2.1.2.1. Polimer Matrisli Kompozitler	8
2.1.2.2. Elyaf Takviyeli Polimer Kompozitler	10
2.2. Çalışmada Kullanılan Malzemeler	12
2.2.1. Poliamid Çeşitleri.....	12
2.2.1.1. Poliamid 6	13
2.2.1.2. Poliamid 610	14
2.2.1.3. Poliamid 12	15
2.2.2. Cam Elyaf	16
2.2.3. Lignin.....	17
2.3. Çalışmada Kullanılan Üretim Teknikleri.....	20
2.3.1. Ekstrüzyon İşlemi	20
2.3.2. Enjeksiyon Kalıplama	21
2.4. Çalışmada Kullanılan Karakterizasyon Yöntemleri	21
2.4.1. Çekme Testi	21
2.4.2. Dinamik Mekanik Analizi (DMA).....	23
2.4.3. Su Absorpsiyon Analizi	24
2.4.4. Termogrametrik Analizi (TGA).....	24
2.4.5. Differansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC).....	25
2.4.6. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM).....	26
2.4.7. Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektropisi (FTIR)	28
2.4.8. Reoloji Analizi	29
2.4.9. Sınırlayıcı Oksijen İndeksi (LOI)	30
2.4.10. UL-94 Testi	30
2.4.11. Konik Kalorimetre	32
3. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI	33
3.1. PA6 ve PA610 Üzerine Yapılan Çalışmalar.....	33
3.2. PA6 ve PA12 Üzerine Yapılan Çalışmalar.....	36
4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....	38
4.1. Malzemeler	38
4.2. Yöntem	39
4.2.1. Çekme Testi	41
4.2.2. Dinamik Mekanik Analizi (DMA).....	42

4.2.3. Su Absorpsiyon Analizi	43
4.2.4. Termogrametrik Analizi (TGA).....	43
4.2.5. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC).....	44
4.2.6. Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektropisi (FTIR).....	45
4.2.7. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM).....	45
4.2.8. Reoloji Analizi	45
4.2.9. Sınırlayıcı Oksijen İndeksi (LOI)	46
4.2.10. UL-94 Testi.....	47
4.2.11. Konik Kalorimetre	47
5. BULGULAR VE TARTIŞMA	48
5.1. PA6/PA610 ve PA6/PA12 Karışımlarının Karakterizasyonu	48
5.2.1. Çekme Testi Sonuçları	48
5.2.2. Dinamik Mekanik Analiz (DMA) Sonuçları	51
5.2.3. Su Absorpsiyon Analizi Sonuçları.....	55
5.2.4. Termogrametrik Analiz (TGA) Sonuçları	56
5.2.5. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Sonuçları	58
5.2.6. Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektropisi (FTIR) Sonuçları.....	59
5.2.7. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Sonuçları.....	60
5.2.8. Reoloji Analiz Sonuçları.....	62
5.2. GF Takviyeli PA Kompozitlerinin Karakterizasyonu	64
5.2.1. Çekme Testi Sonuçları	64
5.2.2. Dinamik Mekanik Analiz (DMA) Sonuçları	68
5.2.3. Su Absorpsiyon Analiz Sonuçları	73
5.2.4. Termogrametrik Analiz (TGA) Sonuçları	74
5.2.5. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Sonuçları	76
5.2.6. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Sonuçları.....	77
5.2.7. Reoloji Analiz Sonuçları.....	79
5.3. PA/GF/LL Kompozitlerinin Karakterizasyonu	80
5.3.1. Çekme Testi Sonuçları	80
5.3.2. Dinamik Mekanik Analiz (DMA) Sonuçları	84
5.3.3. Termogrametrik Analiz (TGA) Sonuçları	87
5.3.4. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Sonuçları	89
5.3.5. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Sonuçları.....	91
5.3.6. Reoloji Analiz Sonuçları.....	92
5.3.7. Sınırlayıcı Oksijen İndeksi (LOI) Sonuçları	93
5.3.8. UL-94 Sonuçları.....	95
5.3.9. Konik Kalorimetre Sonuçları.....	96
6. SONUÇLAR VE ÖNERİLER.....	99
6.1. PA6/PA610 ve PA6/PA12 Karışımları.....	99
6.2. GF Takviyeli PA6/PA610 ve PA6/PA12 Kompozitleri	100
6.3. PA/GF/LL Kompozitleri.....	102
KAYNAKLAR.....	104
EKLER	112
KİŞİSEL YAYIN VE ESERLER.....	119
ÖZGEÇMİŞ.....	120

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1.	PA6'nın polimerizasyon tepkimesi	13
Şekil 2.2.	PA610'nun polimerizasyon tepkimesi	14
Şekil 2.3.	PA12'nin polimerizasyon tepkimesi	15
Şekil 2.4.	Cam elyaf üretiminin şematik gösterimi	17
Şekil 2.5.	Ligninin biyobazlı kaynağı.....	18
Şekil 2.6.	Ligninin a) üç farklı monomeri, b)kimyasal yapısı.....	18
Şekil 2.7.	Ligninin sınıflandırılması	19
Şekil 2.8.	Ekstrüderin genel görünümü	20
Şekil 2.9.	Çekme cihazının ve test örneğinin genel görünümü	22
Şekil 2.10.	Çekme testinden elde edilen gerilme-gerinim eğrisi.....	23
Şekil 2.11.	DMA'da malzemeye uygulanan gerinim ve malzemede oluşan gerilim eğrileri	23
Şekil 2.12.	Termogravimetrik analiz sisteminin şematik gösterimi	25
Şekil 2.13.	DSC'nin şematik gösterimi.....	26
Şekil 2.14.	Taramalı elektron mikroskopunun şematik görüntüsü	27
Şekil 2.15.	FTIR'ın çalışma prensibi.....	28
Şekil 2.16.	İki plaka arasına yerleştirilmiş bir numunenin reometredeki şematik gösterimi.....	29
Şekil 2.17.	LOI testi (a)cihazın şematik düzeni, (b) LOI cihazı, (c) numune yanma yönü.....	30
Şekil 2.18.	UL-94 Testinin Şematik Gösterimi	31
Şekil 2.19.	Konik kalorimetre cihazının şematik görüntüsü	32
Şekil 4.1.	Laboratuvar ölçekli mini-ekstrüder	39
Şekil 4.2.	Enjeksiyonla kalıplama cihazı.....	39
Şekil 4.3.	Çekme testi cihazının genel görünümü	42
Şekil 4.4.	DMA cihazı	42
Şekil 4.5.	TGA cihazı	43
Şekil 4.6.	DSC cihazının genel görünümü	44
Şekil 4.7.	FTIR cihazının genel görünümü.....	45
Şekil 4.8.	Reometre cihazı.....	46
Şekil 4.9.	LOI cihazı.....	46
Şekil 5.1.	PA6/PA610 karışımlarının çekme dayanımı değerleri.....	48
Şekil 5.2.	PA6/PA12 karışımlarının çekme dayanımı değerleri.....	49
Şekil 5.3.	PA6/PA610 karışımlarının kopma uzaması değerleri	49
Şekil 5.4.	PA6/PA12 karışımlarının kopma uzaması değerleri	50
Şekil 5.5.	PA6/PA610 karışımlarının modül değerleri.....	50
Şekil 5.6.	PA6/PA12 karışımlarının modül değerleri.....	51
Şekil 5.7.	PA6/PA610 karışımlarının depo modülü değerleri	52
Şekil 5.8.	PA6/PA12 karışımlarının depo modülü değerleri	52
Şekil 5.9.	PA6/PA610 karışımlarının kayıp modülü değerleri	53
Şekil 5.10.	PA6/PA12 karışımlarının kayıp modülü değerleri	53
Şekil 5.11.	PA6/PA610 karışımlarının sönmüleme faktörü değerleri	54
Şekil 5.12.	PA6/PA12 karışımlarının sönmüleme faktörü değerleri	55
Şekil 5.13.	PA6/PA610 karışımlarının su absorpsiyon değerleri	55
Şekil 5.14.	PA6/PA12 karışımlarının su absorpsiyon değerleri	56
Şekil 5.15.	PA6/PA610 karışımlarının TGA eğrileri	57

Şekil 5.16. PA6/PA12 karışımlarının TGA eğrileri	57
Şekil 5.17. PA6/PA610 karışımlarının FTIR spektrumları	60
Şekil 5.18. PA6/PA12 karışımlarının FTIR spektrumları	60
Şekil 5.19. PA6/PA610 karışımlarının SEM mikrografı (x1000)	61
Şekil 5.20. PA6/PA12 karışımlarının SEM mikrografı (x1000)	62
Şekil 5.21. PA6/PA610 karışımlarının kompleks viskozite değerleri	63
Şekil 5.22. PA6/PA12 karışımlarının kompleks viskozite değerleri	63
Şekil 5.23. PA6/PA610/GF kompozitlerinin çekme dayanımı sonuçları	65
Şekil 5.24. PA6/PA12/GF kompozitlerinin çekme dayanımı sonuçları	66
Şekil 5.25. PA6/PA610/GF kompozitlerinin kopma uzaması değerleri	66
Şekil 5.26. PA6/PA12/GF kompozitlerinin kopma uzaması değerleri	67
Şekil 5.27. PA6/PA610/GF kompozitlerinin modül değerleri	67
Şekil 5.28. PA6/PA12/GF kompozitlerinin modül değerleri	68
Şekil 5.29. PA6/PA610 kompozitlerinin depo modülü değerleri	69
Şekil 5.30. PA6/PA12 kompozitlerinin depo modülü değerleri	70
Şekil 5.31. PA6/PA610 kompozitlerinin kayıp modül değerleri	70
Şekil 5.32. PA6/PA12 kompozitlerinin kayıp modül değerleri	71
Şekil 5.33. PA6/PA610/GF kompozitlerinin sönümleme faktörü değerleri	72
Şekil 5.34. PA6/PA12/GF kompozitlerinin sönümleme faktörü değerleri	72
Şekil 5.35. PA6/PA610/GF kompozitlerinin su absorpsiyon değerleri	73
Şekil 5.36. PA6/PA12/GF kompozitlerinin su absorpsiyon değerleri	73
Şekil 5.37. PA6/PA610/GF kompozitlerinin TGA eğrileri	74
Şekil 5.38. PA6/PA12/GF kompozitlerinin TGA eğrileri	75
Şekil 5.39. PA6/PA610/GF kompozitlerinin SEM mikrografları (x1000)	77
Şekil 5.40. PA6/PA12/GF kompozitlerinin SEM mikrografları (x1000)	78
Şekil 5.41. PA6/PA610/GF kompozitlerinin kompleks viskozite değerleri	79
Şekil 5.42. PA6/PA12/GF kompozitlerinin kompleks viskozite değerleri	80
Şekil 5.43. PA6/PA610/GF/LL kompozitlerinin çekme dayanımı değerleri	80
Şekil 5.44. PA6/PA12/GF/LL kompozitlerinin çekme dayanımı değerleri	81
Şekil 5.45. PA6/PA610/GF/LL kompozitlerinin kopma uzaması değerleri	82
Şekil 5.46. PA6/PA12/GF/LL kompozitlerinin kopma uzaması değerleri	82
Şekil 5.47. PA6/PA610/GF kompozitlerinin modül değerleri	83
Şekil 5.48. PA6/PA12/GF/LL kompozitlerinin modül değerleri	83
Şekil 5.49. PA6/PA610/GF/LL kompozitlerinin depo modülü değerleri	84
Şekil 5.50. PA6/PA12/GF/LL kompozitlerinin depo modülü değerleri	85
Şekil 5.51. PA6/PA610/GF/LL kompozitlerinin kayıp modül değerleri	85
Şekil 5.52. PA6/PA12/GF/LL kompozitlerinin kayıp modül değerleri	86
Şekil 5.53. PA6/PA610/GF/LL kompozitlerinin sönümleme faktörü değerleri	86
Şekil 5.54. PA6/PA12/GF/LL kompozitlerinin sönümleme faktörü değerleri	87
Şekil 5.55. PA6/PA610/GF/LL kompozitlerinin TGA eğrileri	88
Şekil 5.56. PA6/PA12/GF/LL kompozitlerinin TGA eğrileri	89
Şekil 5.57. PA6/PA610/GF/LL kompozitlerinin SEM mikrografı (x1000)	91
Şekil 5.58. PA6/PA12/GF/LL kompozitlerinin SEM mikrografı (x1000)	92
Şekil 5.59. PA6/PA610/GF/LL kompozitlerinin kompleks viskozite değerleri	93
Şekil 5.60. PA6/PA12/GF/LL kompozitlerinin kompleks viskozite değerleri	93
Şekil 5.61. PA karışım ve kompozitlerinin HRR sonuçları	97
Şekil 5.62. PA karışım ve kompozitlerinin THR sonuçları	98

TABLÖLAR DİZİNİ

Tablo 2.1.	UL-94 testi sınıflandırılması	31
Tablo 4.1.	Deneyssel çalışmada kullanılan malzemeler	38
Tablo 4.2.	Hazırlanan karışımların bileşimleri	40
Tablo 4.3.	Hazırlanan kompozitlerinin bileşimleri	41
Tablo 5.1.	PA6/PA610 karışımlarının TGA sonuçları	57
Tablo 5.2.	PA6/PA12 karışımlarının TGA sonuçları	58
Tablo 5.3.	PA6/PA610 karışımlarının DSC sonuçları	58
Tablo 5.4.	PA6/PA12 karışımlarının DSC sonuçları	59
Tablo 5.5.	PA6/PA610/GF kompozitlerinin TGA sonuçları	74
Tablo 5.6.	PA6/PA12/GF kompozitlerinin TGA sonuçları	75
Tablo 5.7.	PA6/PA610/GF kompozitlerinin DSC sonuçları	76
Tablo 5.8.	PA6/PA12/GF kompozitlerinin DSC sonuçları	77
Tablo 5.9.	PA6/PA610/GF/LL kompozitlerini TGA sonuçları	88
Tablo 5.10.	PA6/PA12/GF/LL kompozitlerini TGA sonuçları	89
Tablo 5.11.	PA6/PA610/GF/LL kompozitlerini DSC sonuçları	90
Tablo 5.12.	PA6/PA12/GF/LL kompozitlerini DSC sonuçları	91
Tablo 5.13.	PA6/PA610/GF/LL kompozitlerinin LOI sonuçları	94
Tablo 5.14.	PA6/PA12/GF/LL kompozitlerinin LOI sonuçları	94
Tablo 5.15.	PA6/PA610/GF/LL kompozitlerinin UL-94 sonuçları	95
Tablo 5.16.	PA6/PA12/GF/LL kompozitlerinin UL-94 sonuçları	96
Tablo 5.17.	Konik kalorimetre sonuçları	97

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

T_{d5}	: %5'lik bozunma sıcaklığı (°C)
T_{max}	: Bozunma hızının maksimum olduğu sıcaklık, (°C)
T_{d50}	: %50'luk bozunma sıcaklığı (°C)
T_g	: Camı geçiş sıcaklığı, (°C)
ΔH_f	: Erime entalpisi, (J/g)
T	: Sıcaklık, (°C)
T_c	: Kristalizasyon sıcaklığı (°C)
E'	: Depolama Modülü, (Pa)
E''	: Kayıp Modülü, (Pa)
$\tan \delta$	: Sönümleme faktörü

Kısaltmalar

PA 6	: Poliamid 6
PA610	: Poliamid 610
PA12	: Poliamid 12
GF	: Glass fiber (Cam elyaf)
LL	: Lignin (Sodium Lignosulfonat Lignin)
DSC	: Differential Scanning Calorimetry (Diferensiyel Taramalı Kalorimetri)
FTIR	: Fourier Transforms Infrared Spectroscopy (Fourier Dönüşümlü Kızıl ötesi Spektroskopisi)
TGA	: Thermal Gravimetric Analysis (Termal Gravimetrik Analiz)
SEM	: Scanning Electron Microscopy (Taramalı Elektron Mikroskobu)
DMA	: Dinamik Mekanik Analiz
LOI	: Limiting Oxygen index (Sınırlayıcı Oksijen indeksi)
THR	: Total Heat Release (Toplam Isı Salınımı)
HRR	: Heat Release Rate (Isı Salınım Hızı)
pHRR	: Peak Heat Release Rate (Maksimum Isı Salınım Hızı)
TTI	: Time to Ignition (Yanma Süresi)

CAM ELYAF TAKVİYELİ PA6/PA12 VE PA6/PA610 KARIŞIMLARININ HAZIRLANMASI VE ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

ÖZET

Termoplastik polimerler arasında poliamidler iyi mekanik özellikler, ısı dayanım ve kolay işlenebilirlik gibi özellikleri ile dikkat çeken mühendislik polimerleridir. Farklı PA türleri arasında PA6, görece düşük yoğunluğu, düşük camsı geçiş sıcaklığı, yüksek mekanik özellikleri ile otomotiv sektörü başta olmak üzere spor malzemeler, elektrik-elektronik gibi alanlarda sıklıkla kullanılmaktadır. Bununla birlikte, PA6'nın yüksek su emilimi kullanım alanlarını kısıtlamaktadır. PA6'nın var olan gelişmiş özelliklerinden ödün vermeden yüksek su emiciliğini düşürmek amacıyla farklı polimerlerle harmanlama ve çeşitli takviye malzemeleri ile destekleme gibi yöntemler kullanılmaktadır. Bu çalışmada, cam elyaf (GF) takviyeli PA6/PA610 ve PA6/PA12 karışımları hazırlanmış ve özellikleri incelenmiştir. Farklı oranlardaki (80/20, 60/40, 40/60, 20/80) PA6/PA610 ve PA6/PA12 karışımları ekstrüzyon ve enjeksiyonlu kalıplama yöntemleri ile hazırlanmıştır. Hazırlanan örneklerin mekanik, ısı, termo-mekanik ve su absorpsiyon özellikleri incelenmiştir. PA6'yı su absorpsiyonu düşük olan PA610 ve PA12 ile karıştırma, PA6'nın su absorpsiyonunun azalması ile sonuçlanmıştır. Matris seçiminde 60-40 oranındaki PA6/PA610 ve PA6/PA12 karışımları daha iyi sonuçlar vermiştir. Sonra seçilen matrise %10-20-30-40 GF ve alev geciktiricilik özelliğini geliştirmek amacı ile %5-7,5-10 lignin (LL) eklenmiştir. Hazırlanan kompozitlerin özellikleri çekme testi, dinamik mekanik analiz (DMA), termogrametrik analiz (TGA), diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC), reoloji ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) analizleri ile incelenmiştir. Kullanım alanları gereği bu kompozitlerin mekanik özellikleri kadar yanma özellikleri de önemlidir. Bu nedenle, kompozitlerin yanma özelliklerini belirlemek amacıyla, sınırlayıcı oksijen indeksi (LOI), UL-94 ve konik kalorimetre testleri de yapılmıştır. Matrislere eklenen cam elyaf ile ligninin, malzemenin alev geciktiriciliğine katkı sağladığı sonucuna ulaşılmıştır.

Anahtar Kelimeler: Cam Elyaf, Lignin, Poliamid Karışım, Poliamid 6.

PREPARATION OF GLASS FIBER REINFORCED PA6/PA12 AND PA6/PA610 BLENDS AND INVESTIGATION OF THE PROPERTIES

ABSTRACT

Among thermoplastic polymers, polyamides are engineering polymers that attract attention with their good mechanical properties, thermal resistance and easy processability. Among the different PA types, PA6 is frequently used in fields such as sports equipment, electrical, electronics, especially in the automotive sector, with its relatively low density, low glass transition temperature, and high mechanical properties. However, the high-water absorption of PA6 limits its uses. Methods such as blending with different polymers and adding various reinforcement materials are used to reduce the high-water absorbency without compromising the existing advanced properties of PA6. In this study, glass fiber (GF) reinforced PA6/PA610 and PA6/PA12 mixtures were prepared, and their properties were investigated. Mixtures of PA6/PA610 and PA6/PA12 in different ratios (80/20, 60/40, 40/60, 20/80) were prepared by extrusion and injection molding methods. The mechanical, thermal, thermo-mechanical and water absorption properties of the prepared samples were investigated. Blending PA6 with PA610 and PA12, which have low water absorption, resulted in reduced water absorption of PA6. Blends of PA6/PA610 and PA6/PA12 in the ratio of 60-40 gave better results in matrix selection. Then, 10-20-30-40% GF and 5-7.5-10% Lignin (LL) were added to the selected matrix to improve its flame retardancy. The properties of the prepared composites were investigated by tensile test, dynamic mechanical analysis (DMA), thermogravimetric analysis (TGA), differential scanning calorimetry (DSC), rheological analysis and scanning electron microscope (SEM) analyses. Combustion properties are as important as the mechanical properties of these composites due to their usage areas. For this reason, the combustion properties of the composites, limiting oxygen index (LOI) UL-94 and conic calorimeter test were also carried out. It has been concluded that the glass fiber-lignin added to the matrices contributes to the flame retardancy of the material.

Keywords: Glass Fiber, Lignin, Polyamide Blend, Polyamide 6.

1. GİRİŞ

Teknolojinin gelişmesiyle birlikte artan gereksinimleri karşılamak için kullanılan malzemeler de çeşitlilik kazanmıştır. Son yıllarda polimer malzemeler büyük gelişme göstererek metallerle eşit oranda hatta bazı yerlerde metallere göre daha sık kullanılmaya başlanmıştır. Polimerler kolay işlenebilir, hafif, yüksek korozyon direnci gibi özelliklere sahip olmaları nedeniyle birçok alanda yaygın olarak kullanılmaktadır. Fakat polimerlerin düşük dayanım ve sertlik gibi çeşitli özellikleri ileri mühendislik malzemesi olarak kullanımlarını sınırlandırabilmektedir. Bunun çözümü olarak, polimerler iki veya daha fazla malzemenin bileşimi olarak kompozit üretiminde kullanılmaktadır. (Bondaletova, 2013; Kolosova ve diğ., 2018)

Kompozit malzeme; farklı fiziksel, kimyasal ve mekanik özelliklere sahip iki veya daha fazla malzemenin birleştirilmesi ile meydana gelen yeni ve kendini oluşturan malzemelerden daha iyi özelliklere sahip olan malzeme olarak adlandırılabilir. Özellikle kompozit malzemeyi oluşturan matris malzemeleri ile takviye elemanı olan elyaf üzerinde yapılan yenilikler sayesinde yeni kombinasyonlara sahip kompozit malzemeler üretilerek diğer konvansiyonel malzemelere göre fiziksel, mekanik ve kimyasal özellikleri daha yüksek olan yeni malzemeler ortaya çıkmaktadır. (Liang ve diğ., 2014; Sanjay ve Yogesha, 2017)

Polimer matrisli kompozit malzemeler kompozit malzemeler içinde en yaygın kullanılan türlerdendir. Polimer matrisli kompozit malzemelerin dayanım değerlerini artırmak için genellikle takviye elemanı olarak cam elyaf (glass fiber-GF) kullanılmaktadır. Cam elyaf takviyeli polimer kompozitler, cam elyafın sahip olduğu üstün mekanik ve ısı özellikleri ve hafifliği sayesinde otomotiv, havacılık gibi sektörler başta olmak üzere birçok endüstriyel alanda kullanım olanağı bulmuştur. (EL-Wazery ve diğ., 2017; Indra Reddy ve diğ., 2018; Morampudi ve diğ., 2021)

Piyasa dilinde naylon olarak da bilinmekte olan poliamidler, yüksek kristal yapıya sahip, bünyesinde amid bağları (CO-NH) bulunduran, molekül ağırlığı yüksek olan lineer polimerlerdir. Poliamidler mühendislik plastiklerinin en önemli gruplarından birini oluşturur. Aynı zamanda bir dibazik asitle bir diaminin kondenzasyon polimerizasyonu ile elde edilebilirler. Yaygın olarak tekstil, otomotiv ve spor aletleri sektörlerinde

kullanılmaktadır. (Chen ve Wang, 2006; Krause ve diğ., 2019; Liang ve diğ., 2014; Moran ve diğ., 2016)

Poliamidlerin su emilimi özellikleri oldukça yüksektir ve su emilimi miktarı plastiğin özelliğini doğrudan etkileyerek kullanım alanlarını oldukça sınırlamaktadır. Poliamidlerin var olan gelişmiş özelliklerinden ödün vermeden yüksek su emiciliğini düşürmek amacıyla farklı polimerlerle karıştırma ve çeşitli takviye malzemeleri ekleme gibi yöntemler kullanılmaktadır. (Guzman ve Brøndsted, 2015; Krause ve diğ., 2019)

Bu yüksek lisans tez çalışmasında, öncelikle PA6/PA12 ve PA6/PA610 karışımları, sonra cam elyaf takviyeli PA6/PA12 ve PA6/PA610 kompozitleri eriyik harmanlama ve enjeksiyon kalıplama yöntemleriyle hazırlanmış ve karışımların su emilimi, mekanik, ısı ve morfolojik özellikleri incelenmiştir. Ardından seçilen karışımlara yanmazlık özelliğini iyileştirmek amacıyla lignin (LL) eklenerek karakterizasyon testleri yapılmıştır.

Tez çalışması 6 bölümden oluşmaktadır. Bölüm 2’de kompozitler ve çalışmada kullanılan malzemeler hakkında genel bilgiler verilmiştir. Bölüm 3’te elyaf takviyeli termoplastik poliamid kompozitler üzerine yapılan çalışmalara genel bir bakış sunulmuştur. Bölüm 4’te kompozit üretiminde kullanılan malzemelerin temin edildikleri firmalar, üretim ve test koşulları verilmiştir. Bölüm 5’te PA6/PA12 ve PA6/PA610 karışımlarına eklenen cam elyaf ve ligninin kompozitin nihai özellikleri üzerine etkileri incelenmiştir. Bölüm 6’da ise, elde edilen tüm sonuçlar derlenmiştir.

2. GENEL BİLGİLER

2.1. Kompozit Malzemelere Giriş

Kompozit malzemeler, birbirinden oldukça farklı özelliklere sahip iki veya daha fazla malzemenin bir araya getirilmesiyle oluşmaktadır ve bunlar birbiri içinde çözünmezler. Farklı malzemeleri bir araya getirmede amaç, bileşenlerin hiçbirinde tek başına mevcut olmayan bir özelliğin elde edilmesidir. Diğer bir deyişle, amaçlanan doğrultuda bileşenlerden daha üstün özelliklere sahip bir malzeme üretilmesi hedeflenmektedir. (Bondaletova, 2013)

Kompozit malzemeler yüzyıllardır var olmuştur. Kompozitlerin ilk kullanımları, erken Mısırlılar ve Mezopotamya yerleşimcilerinin güçlü ve dayanıklı binalar oluşturmak için çamur ve saman karışımı kullandığı MÖ 1500'e kadar uzanmaktadır. Bir tuğla blokta çamur ve saman kombinasyonu, ona hem sıkma hem de yırtılma veya bükülmeye karşı güçlü bir özellik sağlamaktadır. Saman, çanak çömlek ve tekneler de dahil olmak üzere eski kompozit ürünlere takviye sağlamaya devam etmektedir. Kompozit malzemeler doğada da bulunmaktadır. Bir tahta parçası, lignin adı verilen bir madde tarafından bir arada tutulan uzun selüloz liflerinden oluşan bir bileşiktir. Hem doğal hem de yapay kompozit malzemelerin çok sayıda başka örnekleri de vardır. (Ngo, 2020)

Hafif ve dayanıklı olmaları gibi üstünlükleri nedeniyle, kompozitlerdeki en büyük gelişmelerin çoğu savaş zamanının gereksinimleri sonucu ortaya çıkmıştır. II. Dünya Savaşı sırasında birçok kompozit malzeme geliştirildi ve bu malzemeler laboratuvar ölçeğinden, gerçek üretim ölçeğine taşınmıştır. Kompozit malzemelerin büyük ölçekli ticari uygulamaları, II. Dünya Savaşı sırasında askeriye'nin denizcilik uygulamalarıyla başlamıştır. Ancak bugün, kompozit ürünler havacılık, otomotiv, denizcilik, spor malzemeleri ve daha fazlasını içeren çok çeşitli kullanım alanları için üretilmektedir. (Groover, 2011) Kompozit malzemeler, sürekli bir faz içine gömülmüş bir veya daha fazla kesikli fazdan oluşmaktadır. Bu kesikli faz genelde, sürekli fazdan daha sert ve dayanıklı olduğundan, “takviye veya takviye malzemesi”, sürekli faz ise “matris” adını alır. Takviye malzemesi; sürekli elyaf, kesikli elyaf, parçacık, dokuma kumaş yüzeyi, lif demeti, matris malzemesi ise metal, polimer veya seramik olabilir. (Berthelot, 1999)

Matris, takviye elemanını sararak bir arada tutan, yükleri aktaran, donatıyı dış etkilere koruyan sürekli fazı oluşturmaktadır. Matris malzemesi, plastiklik ve süneklik üstünlüğü ile kompozit bünyesindeki gerilmelerin bir kısmını karşılayarak taşımaya yardımcı olmakta ve liflerde meydana gelen kırılma ve çatlakların yayılmasını önleyerek, kompozitin tokluğunu arttırmaktadır. (Şahin, 2000) Takviye elemanı matris malzemesi ile kaplandığı için her türlü çevresel etkilere ilk maruz kalan matrislerdir. Bunun için kompozit malzemenin özelliklerini önemli ölçüde matris malzemesi belirler. Mekanik özelliklerden açısından matristen yüksek modül, yüksek kopma dayanımı gibi özellikler beklenir. Erime noktası, sıcaklığı gibi fiziksel özellikler de matrislerin diğer önemli noktalarıdır. Bir kompozitin kullanım sıcaklığı matrisin kullanım sıcaklığı ile sınırlıdır. (Morampudi ve diğ., 2021)

Takviye elemanı olarak değişik morfolojiye sahip kısa ve uzun lifler, kılcal kristaller (whiskerler), kırılmış veya parçacıklı seramikler kullanılmaktadır. Bunların temel fonksiyonu, gelen yükü taşımak ve matrisin dayanımını artırmaktır. Cam, karbon, aramit, bor, doğal lifler vb. kompozit hazırlamada kullanılan liflere örneklerdir. Lif tanımı, makroskobik açıdan homojen, boyu kesitin en az 100 katı olan esnek malzemeler şeklinde yapılır ve değişik lifler kompozitlerde takviye amacıyla kullanılır. Bu lifler içerisinde genel amaçlı ticari kompozitlerde en çok cam elyaf, ileri kompozitlerde ise aramit ve karbon elyafları kullanılmaktadır. Takviye edici, kompozitin mekanik dayanıklılığında sorumludur ve dayanıklılığı artırıcı etkisi çoğu kez kompozit içerisindeki hacmi %10'unu geçtiğinde gözlenmeye başlar. (Chawla, 1998)

2.1.1. Kompozitlerin Kullanım Alanları

Gün geçtikçe farklı üretim yöntemleriyle isteğe bağlı ve ihtiyaca göre üretilen kompozitlerin kullanım alanları gittikçe artmaktadır. Farklı alanlar için bunları örneklemek gerekirse: (Bataev, 2002)

- Şehircilikte; toplu konut yapımında, çevre güzelleştirme çalışmalarında kompozitler sıklıkla kullanılmaktadır. Örnek olarak hazır betonlar, heykeller, bankalar, elektrik direkleri verilebilir. Üretici kompozit malzemeler ile yüksek yalıtım kapasitesi, ucuz maliyet, hızlı üretim, hafiflik, yüksek mekanik dayanım gibi özelliklere elde etmiş olur. (Bataev, 2002)

- Ev aletlerinde; masalarda, sandalyelerde, televizyon kabinlerinde, elektronik ev eşyası parçalarında ve dekoratif ev eşyalarında kompozit malzemeler kullanılmaktadır. Bu şekilde karmaşık parça üretimi, montaj kolaylığı, elektriksel etkilerden korunum ve hafiflik gibi avantajlar sağlanır. (Bataev, 2002)
- Elektrik ve elektronik sanayinde; başta elektriksel yalıtım malzemesi olmak üzere kompozitler birçok elektrik ve elektronik malzeme yapımında kullanılır.
- Havacılık sanayinde; kompozitler, gün geçtikçe havacılık sektöründe de daha geniş bir uygulama alanına sahip olmaktadır. Planör gövdesi, uçak modelleri, uçak gövdesi, iç dekorasyon, helikopter parçaları ve uzay araçları kompozit malzemelerin yaygın olarak kullanıldıkları bölümlerdir. Daha hafif malzemeyle atmosfer şartlarında dayanım ve yüksek dayanım sağlamaları, kullanımlarını daha da yaygınlaştırmaktadır. (Bataev, 2002)
- Otomotiv sanayinde; otomobil kaportası, otomobil iç donanımı, bazı motor parçaları, tamponlar ve oto lastikler kompozit malzemelerin otomotivde başlıca kullanıldıkları yerlerdir. (Bataev, 2002)
- İş makinalarında; iş makinalarının kapaklarının ve çalışma kabinlerinin yapımında da kompozit malzemeler kullanılmaktadır. Kompozit tek parça olarak üretiminde karmaşık yapılara rahatça ulaşabildiğinden kullanılan parça sayısı azaltılabilmektedir. Ayrıca kompozitler sayesinde elektriksel yalıtım malzemelerinde de tasarruf sağlanmış olmaktadır. (Bataev, 2002)
- Tarım sektöründe; seralar, tahıl toplama siloları, su boruları ve sulama kanalları yapımında da kompozitler büyük öneme sahiptir. Kompozitlerin tarım sektöründe yaygınlaşması ile isteğe göre ışık geçirgenliği, tabiat şartlarına ve korozyon dayanıklılık, düşük yatırım, kolay montaj gibi avantajlar sağlanmaktadır. (Bataev, 2002)

2.1.2. Kompozitlerin Sınıflandırılması

Kompozit malzemeleri değişik şekilde sınıflandırmak mümkündür. Matris malzemesinin türüne göre metal, seramik ve polimer kompozitler olarak sınıflandırılmaktadır. (Hull ve Clyne, 1996)

- Metal matrisli kompozitler: Kompozitler için matris malzemesi olarak hafif metaller, çok cazip gelmektedir. Bunlar polimerlerden daha yüksek elastik modül, dayanım ve

tokluğa sahip olup yüksek sıcaklıklarda özellikleri daha da iyidir. Ancak metal matrisli kompozit üretimi çok zordur. Bu kompozitler, her elyafla iyi ara yüzey bağı oluşturmazlar. Metallerle en kolay bağ oluşturan, silisyum karbür (SiC) ile kaplanmış boron elyaftır. Fakat bu elyaf diğer elyaf türlerine göre pahalıdır. Metal matrisli kompozitlerde çok yaygın olarak kullanılan matris malzemesi, düşük yoğunluklu, iyi tokluk ve mekanik özelliklere sahip olan hafif metaller ve alaşımlarıdır. Bu hafif metal alaşımları dayanım ve özgül ağırlık oranlarının iyi olması nedeniyle hafif yapı konstrüksiyonlarında tercih edilmektedir. Atmosfere karşı korozyon dayanımının da çok yüksek olması diğer karakteristik özelliklerinden biridir. Genellikle; Al, Ti, Mg, Ni, Cu ve Zn matris malzemesi olarak kullanılır. (Hull ve Clyne, 1996)

- Seramik matrisli kompozitler: Seramikler, metal ve metal olmayan bileşiklerden meydana gelen inorganik bileşen olup, doğada kayaların dış etkilere karşı parçalanması sonucu oluşan kaolin, kil vb. maddelerin yüksek sıcaklıkta pişirilmesi ile elde edilen malzemelerdir. Bunlar farklı şekilde silikatlar, aluminatlar ile metal oksitlerden oluşurlar. Genelde, seramik matrisli kompozitler, iyonik veya iyonik + kovalent bağ karışımına sahip oldukları için çok kararlıdır. Bu nedenle çok sert, gevrek ve yüksek sıcaklığa dayanıklıdır. Seramik malzemeler endüstriyel fırınlar tuğla, betondan elektronik ve optik araçlarda kullanılan yeni malzemelere kadar geniş bir alanı kapsar. Seramikler, gevrek olduklarından mikro yapı kusurları çentikler ve mikro-çatlaklar gerilme yığılmasına yol açtıklarından çekme dayanımı düşüktür. Basma dayanımları ise çok yüksektir. Bu malzemelerin yüksek sıcaklık özelliği iyidir. Yaygın olarak kullanılan seramik mühendislik malzemeleri, silisyum karbür (SiC), silisyum nitrür (Si₃N₄) ve alüminyum oksit (Al₂O₃) olarak gösterilebilir. Seramiklerle, kompozit malzeme oluşturulduğunda bu malzemeler yaklaşık 1200 °C'ye kadar kullanılabilir. Karbon matris içine gömülen karbon elyaftan oluşan kompozit malzemeler ise yüksek sıcaklıklarda yaklaşık 3000 °C'de olağanüstü özelliklere sahiptir. (Hull ve Clyne, 1996)
- Polimer matrisli kompozitler: Kolay üretilmesi ve maliyetinin düşük olması sebebiyle en yaygın kullanım alanına sahip kompozitler, polimer matrisli kompozitlerdir. Polimerler, monomer adı verilen, kimyasal ünitelerden meydana gelen zincir şeklinde bir yapıya sahip sentetik malzemedir. Bir monomer polimerizasyon yoluyla başka monomer molekülleri ile birleşerek tekrarlanan ünitelerden oluşan çok

uzun zincir şeklinde bir makro-molekül meydana getirilir. Korozyon direnci sebebiyle denizcilik uygulamaları, hafifliği sebebiyle otomotiv ve diğer taşımacılık endüstrileri, spor malzemeleri, iç dekorasyon gibi alanlarda yoğunlukla polimer matrisli kompozitler kullanılmaktadır. (Hull ve Clyne, 1996)

Kompozit malzemeleri yapı bileşenlerinin şekline göre aşağıdaki gibi sınıflandırılmaktadır. (Ersoy, 2001; Şahin, 2006)

- Elyafli kompozitler: Günümüzde üretilen kompozitlerin %90'ı, liflerle takviye edilmiş kompozitlerdir. Elyaf takviyeli kompozitlerde dışarıdan yapılan yüklemeleri karşılayan ana bileşen elyaftır, matris ise lifleri istenilen geometride bir arada tutan çevreyi oluşturur. Bu nedenle takviye amacıyla kullanılan elyafın mekanik dayanımı matristen belirgin yüksek olmalıdır. (Ersoy, 2001; Şahin, 2006)
- Parçacıklı kompozitler: Bir matris malzeme içinde başka bir malzemenin parçacıklar halinde bulunması ile elde edilirler. Yapının dayanımı parçacıkların sertliğine bağlıdır. En yaygın tip polimer matris içinde yer alan metal parçacıklardır. Metal parçacıklar ısı ve elektriksel iletkenlik sağlar. Metal matris içinde seramik parçacıklar içeren yapıların, sertlikleri ve yüksek sıcaklık dayanımları yüksektir. Parçacık takviyeli kompozitlerinin mekanik özellikleri zayıftır. Bu nedenle, daha çok mekanik dayanımın önemli olmadığı süs ve dekoratif eşyaların, genel amaçlı ürünlerin ve yük etkisinde kalmayacak diğer tür malzemelerin yapımında yararlıdırlar. (Ersoy, 2001; Şahin, 2006)
- Tabakalı kompozitler: Yapısal yönden parçacıklı ve liflerle donatılı kompozit malzemedir farklılık göstermektedir. Tabakalı kompozit yapı, en eski ve en yaygın kullanım alanına sahip olan tiptir. Farklı lif yönlenmelerine sahip tabakaların bileşimi ile çok yüksek dayanım değerleri elde edilir. Isıya ve neme dayanıklı yapılardır. Metallerle göre hafif ve aynı zamanda dayanıklı olmaları nedeniyle tercih edilen malzemelerdir. Çok değişik kombinasyonlarda tabakalanmış kompozitlerin üretimi mümkündür. Korozyon direnci zayıf metaller üzerine, daha yüksek dirençli metallerin veya polimerlerin kaplanmasıyla korozyon özelliğinin, yumuşak metallerin sert malzemelerle birleştirilmesiyle sertlik ve aşınma direncinin, farklı lif yönlenmesine sahip tek tabakaların birleştirilmesiyle çok yönlü yük taşıma özelliğinin geliştirilmesi mümkün olmaktadır. (Ersoy, 2001; Şahin, 2006)

- Karma kompozitler: Aynı kompozit yapıdaki iki ya da daha fazla lif çeşidinin bulunması olasıdır. Bu tip kompozitlere hibrid (hybrid) kompozitler denir. Bu alan yeni tip kompozitlerin geliştirilmesine uygun bir alandır. Örneğin, kevlar ucuz ve tok bir liftir, ancak basma dayanımı düşüktür. Grafit ise düşük tokluğa sahip, pahalı ancak iyi basma dayanımı olan bir liftir. Bu iki lifin kompozit yapısında hibrid kompozitin tokluğu grafit kompozitden iyi, maliyeti düşük ve basma dayanımı da kevlarlı kompozitden daha yüksek olmaktadır. (Ersoy, 2001; Şahin, 2006)

2.1.2.1. Polimer Matrisli Kompozitler

Metal ve seramiklere göre çok daha kompleks olan polimerler, kompozit üretiminde matris olarak kullanıldığında kolay form verilebilen, kullanım ömrü uzun, korozyona dirençli, birim kütle başına taşıyabileceği yük kapasitesi yüksek, aşınma dayanımı ile darbe özellikleri iyi malzemelerdir. Monomerler uygun koşullarda polimerizasyon tepkimesi sonucu birbirleriyle kimyasal bağ yaparak polimer moleküllerine dönüşürler. (Saçak, 2014)

Bir lineer polimerin yapısı pişmiş makarnayı andırır, zincirleri birbiri ile dolaşmış halde bulunur. Bazı basit yapıları polimerlerde lokal düzen oluşabilir. Amorf ana yapı içinde küçük kristal yapıları bölgeler kristalitler olarak adlandırılır ve oluşan kristaller rastgele yönelirler. Kristalleşme sırasında soğuma hızı yavaş olursa kristalleşme derecesi artar. Mekanik özelliklerde genel olarak, kristalleşme derecesi ile artar. Polimerler hafif olmaları ve kolay işlenebilmelerinden dolayı geniş bir uygulama alanına sahiptirler. Karışık geometriye sahip şekiller bile kolaylıkla bir kalıba enjekte edilme yoluyla üretilmektedir. (Chawla, 1998; Ngo, 2020)

Hacimsel bazda yıllık polimer kullanımı metalleri aşmaktadır. Polimerlerin ticari ve teknik bakımından önemli olmasının sebepleri şöyle özetlenebilir: (Bondaletova, 2013)

- Polimerler, genellikle ekstra işleme gerek kalmadan karmaşık parça geometrilerinde kalıplanabilir,
- Metal ve seramiklere göre düşük yoğunluğa sahiptirler ve dayanım/yoğunluk oranının iyidir,
- Yüksek korozyon direnci, düşük ısı ve elektrik iletkenliğine sahiptirler,

- Hacimsel bazda genellikle polimerleri üretmek için az enerjiye gerek duyulur. (Çünkü malzemelerin çalışma sıcaklıkları metallere göre daha düşüktür.)
- Polimerler, yaygın şekilde kompozit malzemelerde kullanılırlar. (Bondaletova, 2013)

Polimerlerin bu avantajlarına rağmen aşağıda belirtilen dezavantajları da vardır. Bunlar da şöyle özetlenebilir: (Bondaletova, 2013)

- Metaller ve seramiklerden daha düşük dayanıma sahip olmaları,
- Düşük elastik modüle sahip olmaları,
- Polimerlerin visko-elastik özellikler sergilemesi ve dolayısı ile de yükleme şartlarına sahip olmasıdır. (Bondaletova, 2013)

Kompozit malzemelerde polimer matris olarak kullanılan genelde üç tip polimer matris türü mevcut olup, bunlar; (Saçak, 2014)

1. Termoplastikler,
2. Termosetler,
3. Elastomerler'dir.

Termoplastikler, ısıtıldığında yumuşayan ve soğutulduğunda sertleşen polimerlerdir. Normal sıcaklıklarda, termoplastikler katı (camsı veya kristal) haldedir. Termoplastik malzemelerin en önemli özelliği, yeniden ısıtıldıklarında viskozitelerinin düşmesi ile akışkan hale gelip yumuşayarak yeniden şekillendirilebilmeleridir. Bu ısı alışverişi termoplastik malzemenin kimyasal özelliklerini değiştirmez. Yani termoplastikler çevre açısından daha az zararlı, geri dönüştürülebilen malzemelerdir. Termoplastiklerin yeniden ve kolay işlenebilir olmaları, ısı ile şekillendirilebilmeleri, yüksek tokluk, darbe direnci ve çevresel etkilere dayanım gibi özellikleri kompozit üretimi için oldukça dikkat çekicidir. En yaygın olarak kullanılan termoplastikler ise polietilen (PE), polivinil klorür (PVC), poliamid (PA), polikarbonat (PC), polistiren (PS), polipropilen (PP)'dir. (Bondaletova, 2013)

Termosetler yoğun çapraz bağ içeren üç boyutlu sert polimerlerdir. Bu tür polimer türleri ısı ile eritilemezler ve yeniden şekillendirilemezler. Yüksek sıcaklıklarda zincir ve bağ kırılmaları sonucu parçalanarak bozunmaktadırlar. Termoset polimerler şekillendirilmeden önce viskoz sıvı halindedir. Öpolimer ile çeşitli katkı ve dolgu

maddelerinin içeren ve kalıplama işleminden sonra kullanılabilirler. Termoset malzemeye dönüşebilecek olan bu viskoz sıvı reçine olarak bilinmektedir. Bu nedenle termoset polimer yerine termoset reçineler tanımlaması daha sık kullanılır. Termosetlerin dayanımları termoplastiklere göre yüksektir. Termoplastiklerin özelliklerinde farklar, termal olarak kararlı oluşan yapı, çapraz bağ, moleküller içindeki yapının kovalent bağlı olmasından kaynaklanmaktadır. Bu gruba giren polimerler ise poliesterler, epoksiler, fenolik reçineler, furan reçineler, amino reçineler ve silikonlar'dır. (Şahin, 2006)

Elastomerler, termoset polimerler gibi çapraz bağlı olan uzun zincir moleküllerinden oluşmaktadır. Elastomerleri termoplastiklerden ayıran en önemli fark ise, molekül zincirlerinin az olsa da doymamış C içeren belirli bölgelerde çapraz bağlarla bağlı olmalarından kaynaklanmaktadır. Bu yüzden de zayıf kuvvetlerle deforme olabilen ve yüksek esneklik gösteren elastomerlerin üzerinden kuvvet kaldırılırsa bu elastiklik özelliklerinden dolayı kolayca eski şekillerini alırlar. (Gerengi ve Göksu, 2021)

Elastomerler ısı ve basınç uygulaması ile enjeksiyon makinesi veya bir ekstrüzyon cihazı ile biçimlendirilebilir. Başlıca elastomerler; polibutadien, silikon kauçuk ve poliüretan kauçuktur. Endüstriyel alanda en fazla lastik üretiminde kullanılmaktadır. (Gerengi ve Göksu, 2021)

2.1.2.2. Elyaf Takviyeli Polimer Kompozitler

Teknolojik olarak en önemli kompozitler matris içindeki dağıtılan fazın elyaf olduğu kompozitlerdir. Elyaf takviyeli kompozit malzemelerde matris malzemesi elyaf takviye elemanını bir arada tutarak ona rijitlik kazandırır. Mühendislikte kullanılan takviye elemanlarının pek çoğu elyaf şeklinde üretildiklerinden dayanım ve rijitlikleri katı haldeki konumlarından yaklaşık 30-50 kat daha dayanıklı ve 3 kat daha rijit olduklarından kütle halindeki gösterdikleri özelliklerinden daha üstün performans gösterirler. Örneğin, karbon elyaf kütle halindeki grafitten yaklaşık 50 kat daha fazla dayanıma sahip bulunmaktadır. Çapları, genellikle 5-20µm olan liflerin, kompozitlerin mühendislik performansını etkileyen en önemli faktörler arasında olduğu bilinmektedir. Bunun dışında liflerin şekli, boyu, yönlendirilmeleri matrisin mekanik özellikleri ile yeterli lif/matris ara yüzey bağına sahip olmaları da gerekmektedir. (Rajak ve diğ., 2019)

Lif ve matris malzemesinin kompozit malzemedeki hacimsel oranları kompozit malzemenin mekanik özelliğini değiştirir. Kompozit malzemedeki lif oranı belli bir orana kadar arttıkça malzemenin mekanik özellikleri de artar, lif oranı daha da arttırılırsa kompozit malzemedeki matris malzeme miktarı düşeceğinden matris malzemesi lifleri birbirine bağlayamaz ve tam tersi dayanım düşürücü bir etki yaratır. (Martin, 2013)

Lif takviyeli polimer kompozitlerde en çok tercih edilen yüksek performanslı lif türleri; cam, karbon, aramid, bor lifi olarak sıralanabilir.

Kompozit malzeme üretiminde kullanılan lif türleri arasında cam elyafı büyük bir yer tutar. Lif takviyeli polimer matrisli malzemeler için cam elyaf; maliyeti, hafifliği, mekanik ve fiziksel özellikleri nedeniyle en yaygın kullanılan lif takviye elemanıdır. Ancak cam elyafların mekanik özellikleri, karbon lifler ile kıyaslandığında düşük modül ve çekme dayanımına sahiptir. Cam elyafın, üretim yöntemleri ve eklenen bazı kimyasallara göre farklı çeşitleri bulunmaktadır. (Bellenger, 2006)

Cam lifi kompozit malzemelerde en çok kullanılan takviye malzemesi olsa da karbon lifi yüksek performanslı kompozit malzemelerin üretiminde yaygın olarak kullanılmaktadır. Karbon lifi takviyeli kompozitler, cam elyaf takviyeli olanlara göre daha hafif, dayanım ve rijitlik gibi mekanik özellikler bakımından daha üstün olması nedeniyle karbon lifinin kullanımı artmaktadır. Organik lif olarak kabul edilen karbon ve grafit liflerde hammadde olarak poliakrilonitril (PAN), Selüloz (Rayon) ve Zift (Pitch) kullanılır. (Martin, 2013)

Karbon lifi kompozit malzemenin sertlik, korozyon dayanımı, yüksek sıcaklık dayanımı, yüksek dayanım ve titreşim sönümleme gibi özellikleri nedeniyle havacılık, uzay ve savunma sanayi, spor malzemeleri yapımı gibi pek çok endüstriyel alanda tercih edilmektedir. (Martin, 2013)

Diğer bir yüksek performans lifi olan aramid, piyasada daha çok ticari isimleri Kevlar ve Twaron ile anılmaktadır. Özgül rijitlik bakımından Kevlar 49 daha iyi performans gösteren bir malzemedir. Aramid lifinin avantajlı özellikleri yanında bazı eksiklikleri de vardır. Bunlar; bazı türlerinin ultraviyole ışın, asit ve tuzlara karşı hassas olması, malzemenin kumaş ya da lif halinde iken kesme ve katlama gibi işlenmesinin zor olması, matris malzemesi ile iyi birleşme olmaması durumunda ise oluşan mikro çatlakların

malzemenin su emmesine neden olmasıdır. Aramid lifler askeri alanda, denizcilik, havacılık ve otomotiv gibi sektörlerde çok farklı amaçlarla kullanılırlar. (Bondaletova, 2013)

Aramid lif, düşük yoğunluk, yüksek tokluk ve yüksek darbe dayanımı ile iyi mekanik özellikler sunar. Aramid lif hem elektrik hem de ısı için iyi bir yalıtıcıdır ve organik çözücülere, yakıtlara ve yağlama maddelerine karşı dayanıklıdır. Ancak ultraviyole (UV) ışığına, yüksek sıcaklığa ve yüksek neme karşı duyarlıdır. Aramid lifin gerilme dayanımı, cam lifin dayanımından daha yüksektir. (Bondaletova, 2013)

Bor elyaflar, kendi içlerinde kimyasal yapılarından dolayı kompozit yapıda olan lif türüdür. Diğer liflere oranla yüksek çekme dayanımına ve elastik modülüne sahiptirler. Yüksek teknik özelliklere sahip bu lif türü, özellikle uçak parçalarında kullanılmak üzere geliştirilmiştir. Ancak karbon liflere kıyasla maliyetlerinin oldukça yüksek olması, kullanım yerlerini gittikçe sınırlamaktadır. (Bondaletova, 2013)

2.2. Çalışmada Kullanılan Malzemeler

2.2.1. Poliamid Çeşitleri

Yarı kristalin bir yapıya sahip olan ve 1930'ların ortalarında keşfedilen poliamid malzemesi 1939 yılında Amerikan DuPont şirketi tarafından ticarileştirilmiştir. Yüksek mekanik, ısı, kimyasal dayanım, iyi derecede yorulma ve sürtünme dayanımı gibi üstün özellikleri sayesinde kısa süre içerisinde yüksek performans gerektiren mühendislik uygulamalarında kullanımı hızla artmıştır. (Billmeyer, 1962)

Poliamidlerin, polimerizasyonda kullanılan monomerlerin sayısı ile belirlenen iki ana kategorisi vardır. Birinci grup, polimerizasyon işleminde sadece bir monomer kullanılır. Bu monomerin bir ucunda bir amid grubu ve diğer ucunda bir karboksil grubu vardır ve iki uç grup arasında bir karbon zinciri bulunmaktadır. Monomer zincirindeki karbon sayısı, polimerin elde edilen adını belirler. Bu poliamid çeşidine PA6 örnek olarak verilebilir. (Buchenauer, 2016)

Poliamidlerin ikinci grubunu, polimerleşmek için iki baz monomer birimi gerektirir. Bir monomer, aminleri ayıran bir karbon zincirine sahip çift amid uç gruplarına sahipken,

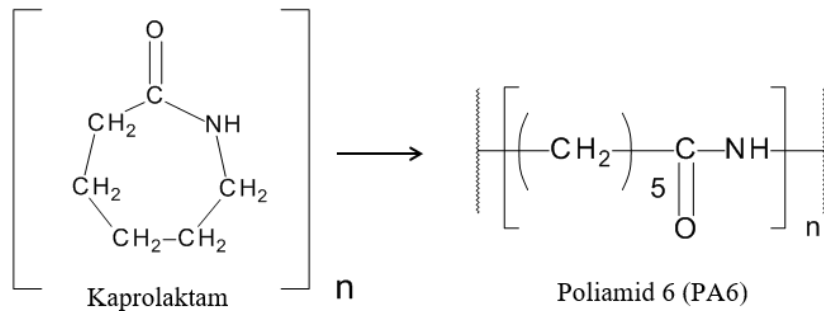
diğer monomer iki karboksil uç grubuna sahiptir. Bu tip poliamid örneği olarak da PA6,6 verilebilir. (Buchenauer, 2016)

Farklı tipteki monomerlerin kullanılmasıyla farklı karakteristik özelliklerde üretilen poliamidler genel olarak amid grubu içermeleri sebebiyle farklı nem çekme özelliklerine sahip polimerlerdir. Polimer ana zincirinde amid grubunun miktarı ile nem çekme miktarı doğru orantılı olarak artış göstermektedir. Aynı şekilde polimer ana zincirinde amid grubunun artması zincirler arası hidrojen bağı etkileşimi artıracığından kristaliniteyi ve buna bağlı olarak malzemenin ısı ve kimyasal dayanımını artırmaktadır. (Strong, 2006)

Farklı karakteristik özelliklere sahip poliamidler, uygulama alanının gerektirdiği özelliklere göre birçok uygulamada kullanılmaktadır. Özellikle başta otomotiv olmak üzere elektrik-elektronik, medikal, inşaat, güvenlik malzemeleri, ulaştırma gibi birçok sektörde ve özel uygulamalarda tercih edilmektedir. (Strong, 2006)

2.2.1.1. Poliamid 6

Yarı kristalin yapıya sahip poliamid 6, kaprolaktam monomerinin halka açılması polimerizasyonu ile elde edilmektedir. Şekil 2.1’de PA6’nın polimerizasyon tepkimesi gösterilmektedir. (Taşdemir, 2019)



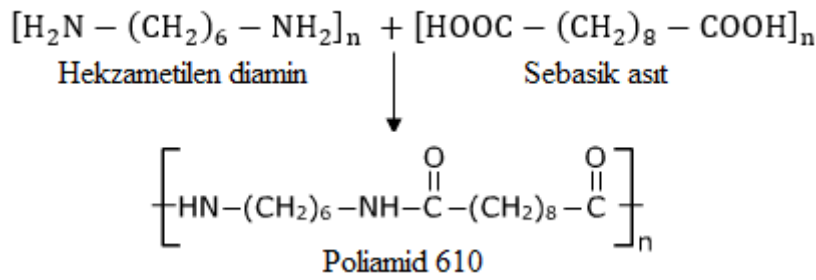
Şekil 2.1. PA6’nın polimerizasyon tepkimesi

İyi derecede yorulma dayanımı, yüksek mekanik dayanım, kimyasal dayanım, yüksek ısı dayanım gibi özellikleri sayesinde mühendislik uygulamalarında en fazla kullanılan polimer türlerindendir. Özellikle yüksek sürekli kullanım sıcaklığına sahip olmaları sebebiyle otomotiv kaput altı uygulamalarda sıklıkla tercih edilmektedir. Bünyesinde bulundurdıkları amid grupları sebebiyle neme karşı hassas olan poliamidler, proses edilmeden önce belirli sıcaklıklarda belli bir zaman ön kurutma işlemine tabi tutulmalıdır.

Aksi takdirde proses sırasında yüksek sıcaklıklarda oluşan gaz kabarcıkları mekanik özellikleri olumsuz etkilemekle birlikte, çeşitli yüzey problemlerine de sebep olabilmektedir. Çeşitli endüstrilerde uygulamanın gerektirdiği özelliklere göre takviye malzemeleri, darbe artırıcı, yanma geciktirici katkı, stabilizatörler gibi katkılarla uyum içerisinde karıştırılarak kullanılabilir. (Braun ve diğ., 2001; Elsevier Science, 1999; Taşdemir, 2019)

2.2.1.2. Poliamid 610

Uzun zincirli poliamidler ile konvansiyonel poliamidler arasında özelliklere sahip poliamid 610, hekzametilen diamin ve sebasik asit monomerlerinin polimerizasyon tepkimesi ile elde edilirler. Şekil 2.2’de PA610’nun polimerizasyon tepkimesi gösterilmiştir. (Kaya, 2005)



Şekil 2.2. PA610’nun polimerizasyon tepkimesi

Kısa zincirli poliamidler olarak bilinen PA 6 ve 66’ ya göre daha düşük su absorpsiyonu ve iyi boyutsal kararlılık özellikleri PA610’un belirgin özellikleri olup değişen iklim koşullarında mekanik özelliklerinde herhangi bir değişim olmaksızın hassas boyutlar gerektiren endüstriyel uygulamalarda tercih edilmektedir. Düşük metilen/amid oranı malzemenin kimyasallara karşı daha dayanıklı olmasını sağlamaktadır. (Ulusoy, 2016)

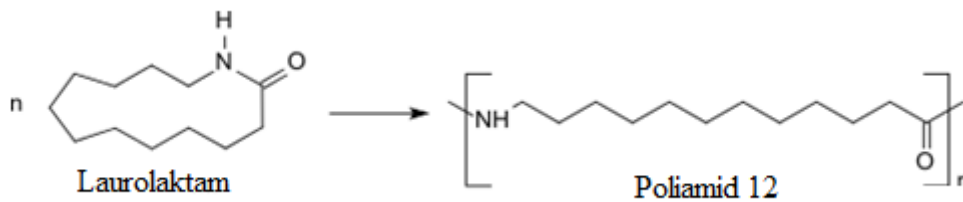
Erime sıcaklığı 220 °C civarında olan PA610 üretiminde diasit monomeri olarak genellikle hint yağı (castor oil) bitkisi ve çekirdeklerinden ekstrakte edilen ‘sebasik asit’ kullanılması sebebiyle ürünlerin çoğu bio-bazlı (bio-based) olarak tanımlanır. Doğal kaynaklardan elde edilen sebasik asit miktarı genellikle ürünün teknik formlarında belirtilir. (Stanzione ve La Scala, 2016)

Uzun zincirli poliamidler içerisinde en iyi sertlik-dayanım seviyelerine sahip ürünlerden biri olan PA610, PA6 ve PA66 gibi ürünlerin yüksek mekanik özelliklerinin, uzun zincirli poliamidlerin ise farklı ortam koşullarında kullanılabilirlik özelliklerinin gerektiği yerlerde alternatif olarak ön plana çıkar. PA12'ye göre de daha yüksek ısıl dayanıma ve ısıl yaşlanma direncine sahip olduklarından bu özelliklerin dengelendiği birçok uygulamada kullanılırlar. (Ulusoy, 2016)

İyi seviyede kimyasal dirence sahip olan PA610' un hidroliz direnci PA6 ve PA66' ya göre daha yüksektir. Bu özelliği sebebiyle PA 610 tesisat sistemlerinde ve soğutma kanal sistemlerinde kullanılan konektör yapımında üstün özelliklerde malzeme kullanım olanağı sunar. Ayrıca yüksek kimyasal dirençleri sebebiyle yakıt sistemlerinde, yağ karterlerinde ve çeşitli bağlantı elemanlarının yapımında kullanılırlar. (Ulusoy, 2016)

2.2.1.3. Poliamid 12

Laurolaktam monomerinin polimerizasyonu ile sentezlenen PA12, % 0,7-0,8 gibi çok düşük su absorplama değerine sahip poliamid çeşididir. Şekil 2.3'te PA12'nin polimerizasyon tepkimesi verilmiştir. Diğer poliamid çeşitlerine nazaran 172-178 °C gibi düşük erime sıcaklığına sahip olan PA12, iyi derecede kimyasal dirence sahip olmakla birlikte konsantre çinko klorür çözeltisi içerisinde dahi gerilim çatlaması göstermez. (Ulusoy, 2016)



Şekil 2.3. PA12'nin polimerizasyon tepkimesi

Malzemenin sahip olduğu düşük su absorpsiyonu yüksek boyutsal kararlılık sağlamakla birlikte farklı iklim koşullarında kullanım güvenliği sağlar. Ayrıca yüksek elastikiyetleri sebebiyle ayakkabı taban uygulamalarında kullanımına olanak sağlar. Aynı şekilde pinomatik sistem parçalarında tenis raketlerinde, spor saat kordonlarında sahip olduğu tokluk ve esneklik özellikleri sebebiyle kullanılır. (Karsakova, 2008)

Düşük sıcaklıklardaki darbe dayanımları sebebiyle kayak botları, badminton topu ve tenis raketleri, spor kol saati kordonları gibi uygulamalarda kullanılır. Pinomatik sistem parçalarında sahip olduğu tokluk ve esneklik özellikleri nedeniyle kullanılır. Otomotiv endüstrisinde özellikle kimyasal direnç ve yorulma dayanımı özellikleri sebebiyle yakıt, fren ve diğer hat sisteminde kullanılır. Isıl ve kimyasal dayanımı sebebiyle yakıt sistemindeki konektör yapımında, ön camların silecek kollarındaki rulman üretiminde, cam sisteminin aparatlarında cam elyaf takviyeli PA12 kullanılır. (Mann ve diğ., 1999)

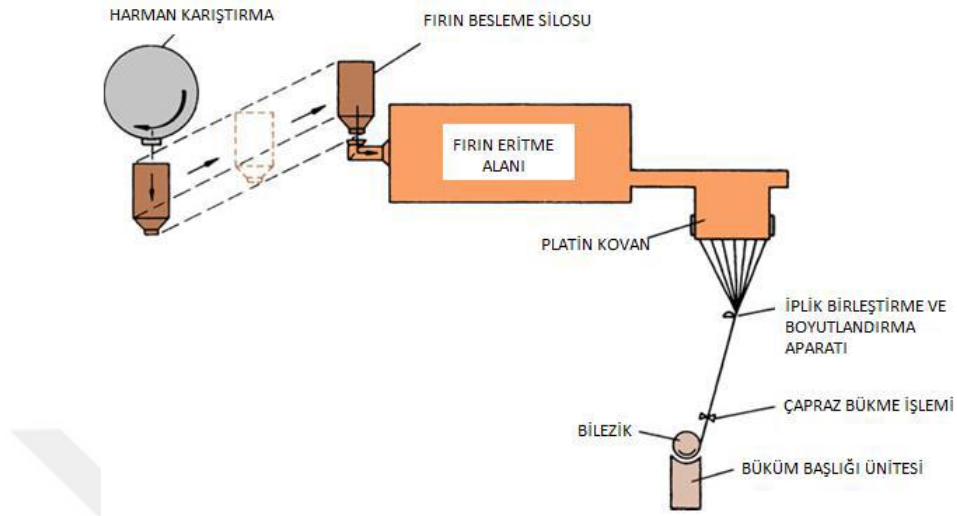
Çoğu PA12 türleri UL standartlarına göre HB yanma sınıfına girmektedir. Çeşitli halojenli veya halojensiz katkıların kullanımıyla hazırlanan yanma geciktiricili PA12'ler toplu taşıma araçlarında havacılıkta ve kablo izolasyon uygulamalarında korozyon direnci ve düşük duman yoğunluğu sebebiyle kullanılır. (Ulusoy, 2016)

2.2.2. Cam Elyaf

Cam elyaflar ilk takviye lifleridir ve ekonomik olmalarından dolayı günümüzde de öneminin korumaktadır. Uzay ve havacılıkta, askeri alanda, otomotivde, endüstride ve günlük eşyaların yapımında kullanılan kompozitlerin çoğu cam elyafla takviye edilmişlerdir. Karbon ve aramit liflerle takviyeli kompozitlerin özellikleri, cam elyaf takviyeli olanlardan daha iyi olmakla birlikte pahalıdır, ayrıca hızlı ve ekonomik üretimleri yapılamamaktadır. Bu nedenle, karbon ve aramit liflerden genelde yüksek performanslı kompozitler hazırlanır.(Chawla, 1998)

Cam elyafın hammadde bileşenleri olan silika, soda, alüminyum oksit, magnezyum oksit, kolemanit çok küçük parçalar halinde öğütülerek, homojen bir karışım elde etmek için karıştırılır. Bu karışım 1300 °C-1600 °C sıcaklıktaki bir fırında eritilerek sıvı haline getirilir. Bu eriyik platin alaşımlı bir potanın altında açılmış mikron seviyesinde binlerce delikten basınç etkisiyle 50-70 m/sn gibi yüksek bir hızda aşağı doğru demetler halinde çekilerek yıpranmaya karşı dayanımın artması için kaplama işlemi yapılarak makaralara sarılır. Cam elyafın bu kaplama malzemeleriyle kaplama sebebi nemin elyaf tabakasının içerisine girerek elyafın yapısının bozmasını engellemek içindir. (Chawla, 1998; Sathishkumar ve diğ., 2014) İşlem sonrasında makaralara sarılı cam elyafdan çok uçlu bobin, keçe ya da kırılmış lifler üretilerek kompozit malzemelerde takviye elemanı

olarak kullanılacak hale getirilir. Şekil 2.4'te cam elyaf üretiminin şematik gösterimi verilmiştir. (Chawla, 1998)



Şekil 2.4. Cam elyaf üretiminin şematik gösterimi (Chawla, 1998)

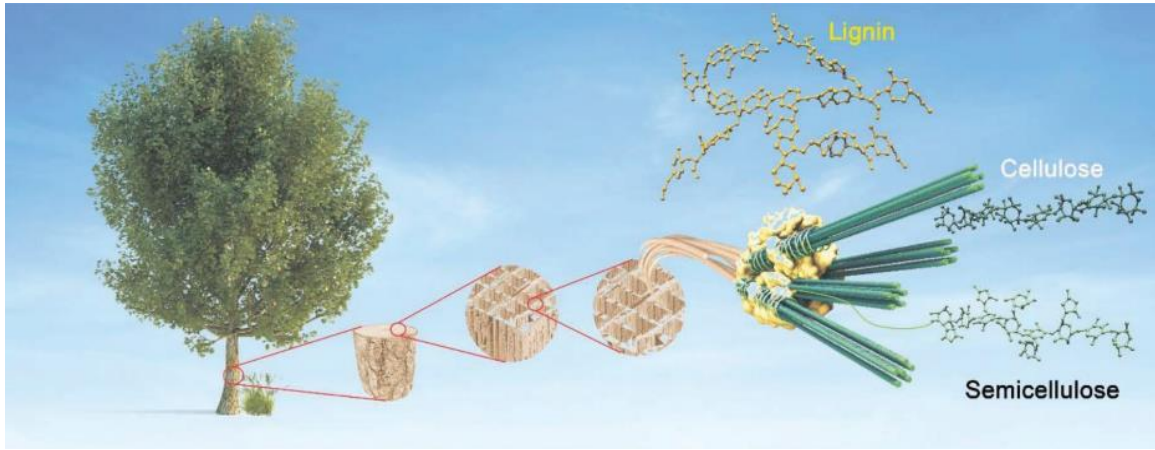
Cam elyaf birçok özelliği ile sanayide her geçen gün daha fazla yer almaktadır. Cam elyafın başlıca özellikleri ise şöyle özetlenebilir: (Bondaletova, 2013)

- Yüksek çekme dayanımına sahiptirler, birim ağırlık başına dayanımı çeliğinkinden yüksektir.
- Isıl direnci düşüktür. Yanmazlar, ancak artan sıcaklıkta yumuşarlar. Bu özellikleri katkı malzemeleri kullanılarak iyileştirilebilir.
- Kimyasal malzemelere karşı dirençlidirler.
- Nem emebilme (absorbsiyon) özellikleri yoktur, ancak cam elyafli kompozitlerde cam ile matris arasında nemin difüzyonu ile bir bozulma olabilir. Özel elyaf kaplama işlemleri ile bu etki ortadan kaldırılabilir.
- Elektriği iletmezler. Bu özellik sayesinde elektriksel yalıtımın önem kazandığı durumlarda cam elyafli kompozitler kullanılır. (Bondaletova, 2013)

2.2.3. Lignin

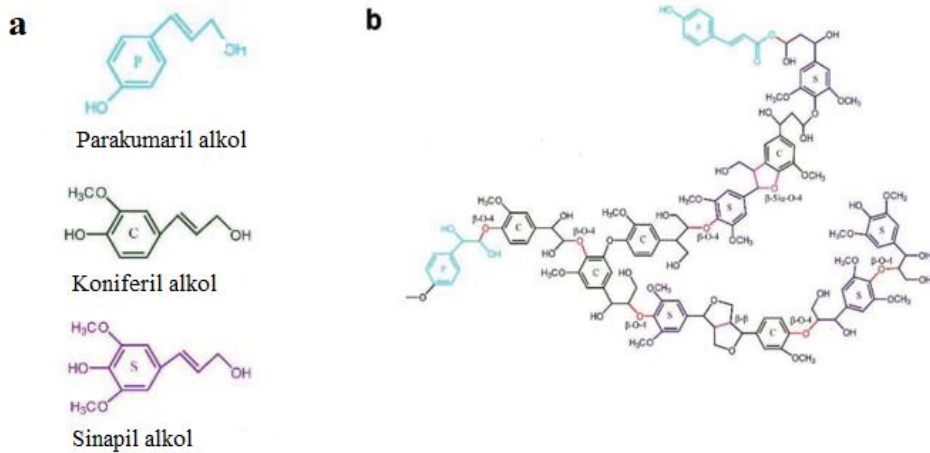
İlk olarak Fransız bilim adamı Payen (1838) tarafından odundan izole edilen ve daha sonra 1857'de Schulze tarafından şu anki adı verilen lignin, odun anlamına gelen latin adı lignumdan türetilmiştir. Hücre duvarının geçirgenliğini ve ısıl kararlılığını değiştirmek gibi çeşitli işlemlere sahip olan lignin, temel olarak bitki dokusuna kuvvet ve sertlik katan

yapısal bir malzeme olarak işlev görür. Lignin, hücre duvarının polisakkarit iskeletini güçlendirerek, lignoselülozik biyokütleyi diğer polisakkaritler bakımından zengin materyallerden ayırır. Lignin odunsu bitkilerin kuru ağırlığının %15-40'ını oluşturduğundan, yeryüzündeki en bol aromatik polimer ve selülozdan sonra ikinci çok fazla bulunan organik polimerdir. Yıllık 10 milyar tonluk bir büyüme hızında üretildiği bildirilmektedir. Bu nedenle lignin, kimya endüstrisi için önemli bir aromatik katkı kaynağı olma potansiyeline sahiptir. Lignin, selüloz ve hemiselüloz ile, ağaçlar gibi bitkilerin üç ana bileşenini oluşturur (Şekil 2.5.). (Feofilova ve Mysyakina, 2016; Yang ve diğ., 2020)



Şekil 2.5. Ligninin biyobazlı kaynağı (Yang ve diğ., 2020)

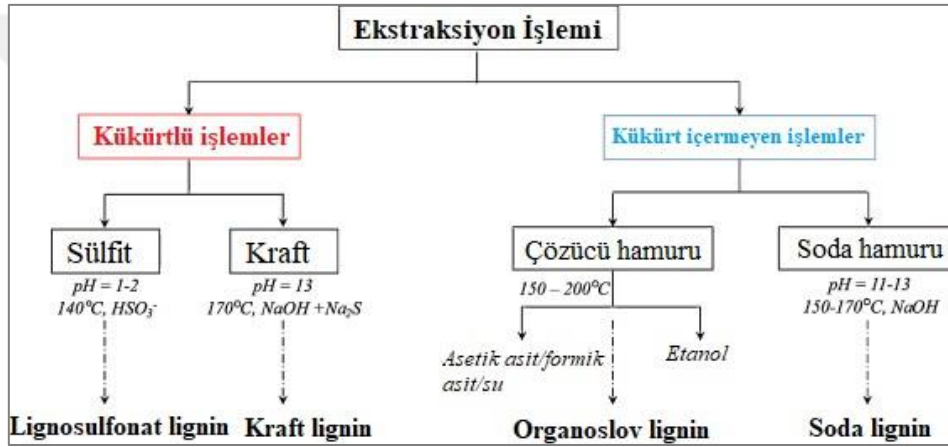
Ligninin esas olarak üç farklı sinnamil alkol monomerinden oluşmaktadır: parakumaril alkol (P), koniferil alkol (C) ve sinapil alkol (Şekil 2.6a).



Şekil 2.6. Ligninin a) üç farklı monomeri, b) kimyasal yapısı (Yang ve diğ., 2020)

Ligninin kompleks yapısı ve farklı yapıdaki bağların oluşumu bu monomerlerin fenoksi radikallerinin farklı şekillerde eşleşmesiyle meydana gelir (Şekil 2.6b). Lignin çeşitli fonksiyonel gruplara sahiptir, örneğin metoksi, alkol hidroksil, fenolik hidroksil, etil grubu, fenil, aldehit ve karbonil grupları olarak daha fazla kimyasal modifikasyon için bol aktif alanlar sağlamaktadır. (Yang ve diğ., 2020)

Genellikle lignin, tarım, kağıt ve kağıt hamuru endüstrilerinde yan ürün olarak üretilmektedir. Endüstriyel lignin kükürt ve kükürt içermeyen işlemler olmak üzere iki ana kategoride sınıflandırılmaktadır. Bu sınıflandırma Şekil 2.7’de gösterilmiştir. (Laurichesse ve Avérous, 2014)



Şekil 2.7. Ligninin sınıflandırılması (Laurichesse ve Avérous, 2014)

Yaklaşık 50 milyon ton endüstriyel lignin yıllık olarak üretilmektedir. Ancak, ne yazık ki, bugüne kadar bu endüstriyel ligninin %5'inden daha azı sanayide katkı maddeleri, dağıtıcılar, bağlayıcılar veya yüzey aktif maddeler olarak ticari kullanım alanı bulmuştur. Geri kalan ligninin ise yaklaşık %95'i enerji olarak geri kazanmak için yakılmakta veya sulara boşaltılmaktadır. (Laurichesse ve Avérous, 2014)

Ligninin, yenilenebilirlik, fazla miktarda olması ve düşük maliyet gibi birçok avantajının yanında, kullanım alanının çeşitlendirilmesi her zaman ilgi çekici olmuştur. Geleneksel olarak çimento, dağıtıcılar ve dolgu maddeleri için su azaltıcılar hazırlamak yerine bilim adamları, yüksek ısı kararlılığı ve kömür oluşturma kabiliyeti nedeniyle son zamanlarda ligninden türetilen alev geciktiricilerin (flame retardant-FR'ler) geliştirilmesine odaklanmışlardır. (Calvo-Flores ve Dobado, 2010; Thakur ve diğ., 2014; Upton ve Kasko, 2018) Bu eğilim kısmen, dünya çapında giderek yasaklanan dekabromodifenil eter

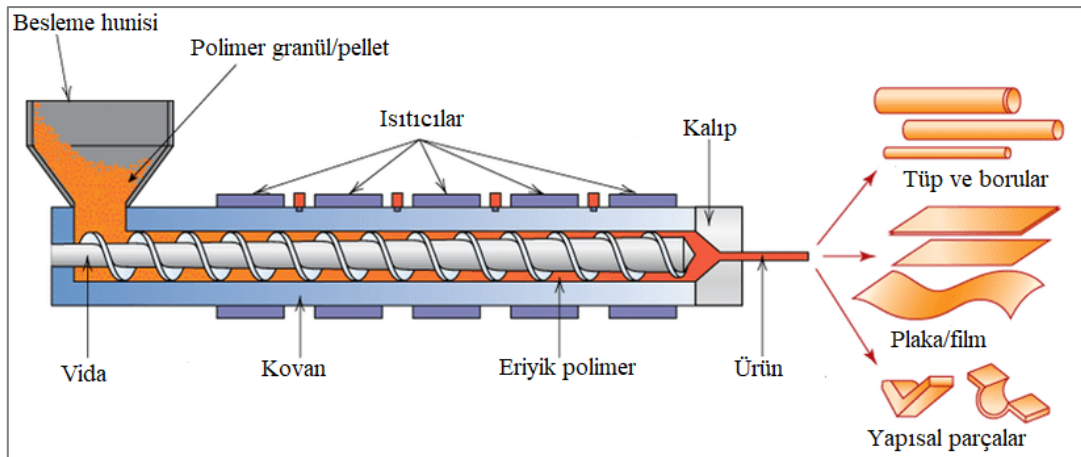
(DBDPO), tetrabromobisfenol A (TBBA), polibromlu dibenzofuran (PBDF) ve heksabromosiklododekan (HBCD) gibi geleneksel halojenli FR'lerin potansiyel zehirlilik (toksisite) sorunundan kaynaklanmaktadır. (Law ve diğ., 2006; Zhang ve diğ., 2016)

Polimerler için alev geciktirici katkı maddeleri olarak ligninlerin kullanımı, büyük ölçüde ısı kararlılığı ve kömür oluşturma yeteneklerine bağlıdır. Ligninlerin türleri veya kaynakları, tipik olarak 200 ila 500 °C arasında değişen bir birincil bozunma sıcaklığı ile, ısı bozunma davranışlarını doğrudan belirlemektedir. Sonuç olarak lignin'in ısı bozunma sırasında yüksek kömür kalıntıları oluşturma kabiliyeti, yoğun fazda işlev görerek nihai polimer kompozitlerin alev geciktiriciliğinin artmasına yol açmaktadır. (Mandlekar ve diğ., 2019; Yang ve diğ., 2020)

2.3. Çalışmada Kullanılan Üretim Teknikleri

2.3.1. Ekstrüzyon İşlemi

Ekstrüzyon, polimer ve katkı maddelerinin karıştırılarak homojen ve akıcı bir hale getirilmesi, belirli bir şekil vermek üzere dar ve şekilli bir kalıptan basınçla geçirilmesi olarak tanımlanabilir. Ekstrüzyon işlemi, ekstrüder olarak adlandırılan cihazlarda yapılmaktadır. Şekil 2.8'de ekstrüderin genel görünümü gösterilmiştir. Ekstrüder, kovanında ısıtma elemanları ve ortasında dönen tek veya çift vidası ve sonunda kalıbı olan bir cihazdır. Esas olarak bir kovan ve bu kovan içerisinde dönen bir vidadan ibarettir. (Kaya, 2005)



Şekil 2.8. Ekstrüderin genel görünümü (Taşdemir, 2020)

Kullanım yerine göre ekstrüder kovanı içerisinde tek veya çift vida bulunmaktadır. Tek vidalı ekstrüderler basit ve kullanışlıdır. Çift vidalı olanlar daha iyi karıştırma, polimer karışımlarını hazırlama ve ısıya karşı hassas olan polimerlerin işlenmesinde kullanılırlar. Çift vidalı ekstrüderlerle daha mükemmel ve homojen polimer/kompozit karışımı elde edilmektedir. Bu tip ekstrüderlerde vida en önemli kısımdır. Çünkü taşıma, eritme, karıştırma gibi işlemler burada gerçekleşmektedir. Vidalı ekstrüderlerin temel işlevi oldukça basittir. Öncelikle malzemeler vidanın bir ucundaki besleme bölmesinden kovan içerisine girmekte ve vidanın hareketi ile oluşan sürtünme ısıyla erimekte ve erimiş polimerler kovan ucuna bağlı kalıptan çıkarak şekillendirilmekte ve soğumaktadır. Kalıbın şekline göre polimer karışımına ya da kompozite istenen şekil verilebilmektedir. (Kaya, 2005)

2.3.2. Enjeksiyon Kalıplama

Enjeksiyonlu kalıplama, yüksek basınç koşullarında, çoğu termoplastik, bazı termoset ve bazı elastomerler de dahil olmak üzere, ısı ile yumuşatılmış malzemeleri kalıplama için en sık kullanılan işleme yöntemlerinden biridir. Plastik sektöründe genellikle farklı boyut ve şekillerde nesneler üretmek için kullanılır. (Ekici ve diğ., 2016)

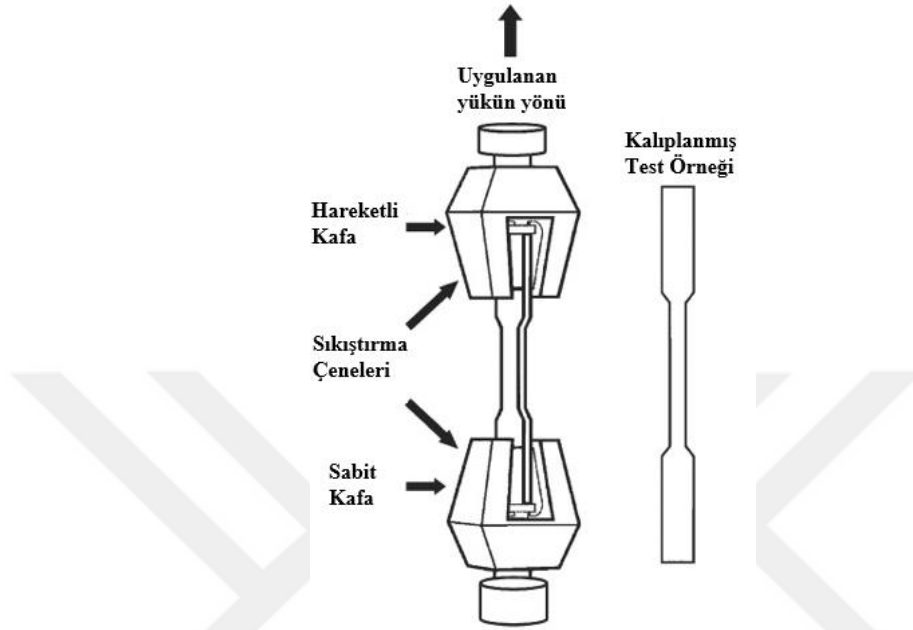
Enjeksiyon makinaları, enjeksiyon ünitesi ve sıkıştırma ünitesi olmak üzere iki kısımdan oluşur. Enjeksiyon ünitesi, malzemenin kovan içine beslendiği bir besleme hunisi ve erimenin gerçekleştiği vidalı ekstruder kısmından oluşur. Sıkıştırma ünitesi ise kalıbın ve bunun açılıp kapanmasını sağlayan bir pistonun olduğu kısımdır. Enjeksiyon ünitesinde sıcaklık ve basınç yardımıyla eriyik hale getirilen malzeme ileri geri hareket ederek, piston görevi gören vidalar yardımıyla sıkıştırma ünitesine enjekte edilir. Eriyik ile dolan kalıp kapanır ve malzeme katılaşmaya kadar beklenir. Ardından kalıp açılır ve şekli verilen ürün kalıptan çıkarılır. (Ekici ve diğ., 2016)

2.4. Çalışmada Kullanılan Karakterizasyon Yöntemleri

2.4.1. Çekme Testi

Çekme testi, herhangi bir malzemenin mekanik özelliklerinin mikro yapısı ya da morfolojisine bağlı olarak tespit edilen mekanik bir yöntemdir. Test, genellikle universal test cihazı adı ile bilinen çekme cihazları yardımı ile yapılmaktadır. Çekme cihazı,

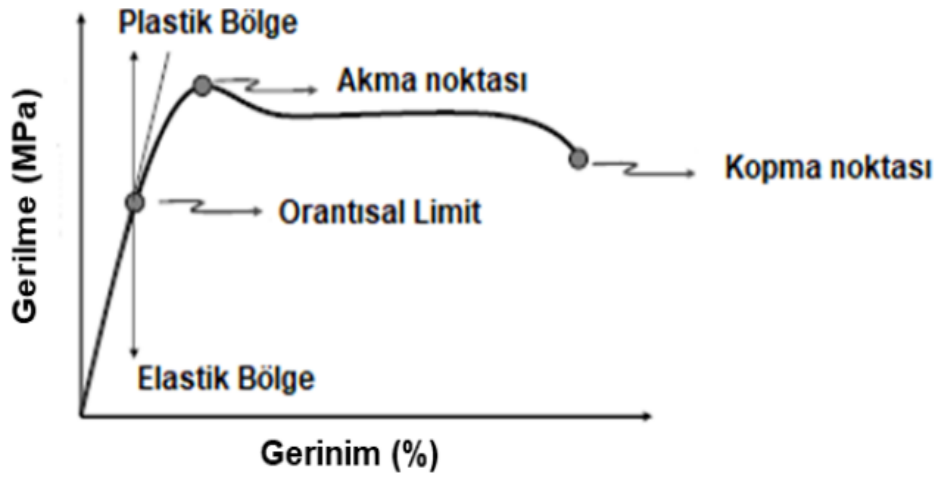
genellikle alt çenesi sabit, üst çenesi hareketli bir çene sisteminden oluşmaktadır. Şekil 2.9’da çekme cihazının ve test örneğinin genel görünümü örnek olarak verilmiştir. (McKeen, 2008)



Şekil 2.9. Çekme cihazının ve test örneğinin genel görünümü (McKeen, 2008)

Çekme testi, standartlara göre hazırlanan test örnekleri ile gerçekleştirilir. Test örneklerine sabit bir hızda deformasyon uygulanır ve bu deformasyonda meydana gelen gerilmedeki değişim ise yine deformasyona karşı ölçülmektedir. Testin sonunda malzemelere ait modül, kopma uzaması, kopma ve çekme dayanımı gibi değerler elde edilir. Buna ek olarak, test sırasında gerilme ve uzama miktarının değişimlerinin grafiğe geçirilmesi ile malzemeye ait gerilme-gerinim eğrileri oluşturulur. Bu eğriler numune boyutlarından bağımsızdır. (McKeen, 2008)

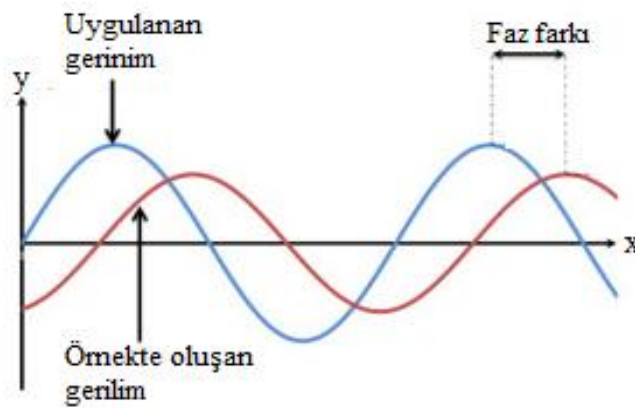
Gerilme-gerinim eğrilerinde eğri altındaki toplam alan malzemenin kırılması için gerekli enerji ile ilişkilidir. Ayrıca malzemeye ait tokluğun da bir ölçüsüdür. Malzeme küçük gerilimler altında elastikiyetini korumaktadır ve de oluşan şekil değişimleri geçicidir. Orantısal limit noktası, numunenin elastik özellik gösterdiği en yüksek noktadır. Orantısal limit noktasından sonra numune elastik bölgeden plastik bölgeye geçer. Plastik bölgede meydana gelen değişimler ise kalıcıdır. Örnek bir gerilme-gerinim eğrisi Şekil 2.10’da gösterilmiştir. (F.W.Billmeyer, 1962)



Şekil 2.10. Çekme testinden elde edilen gerilme-gerinim eğrisi (Billmeyer, 1962)

2.4.2. Dinamik Mekanik Analizi (DMA)

Dinamik mekanik analiz (DMA) yönteminde örneğin üzerine bir gerilim döngüsü uygulanmaktadır. DMA’da analiz edilecek örneğe sıcaklık, gerilim ve frekans etki olarak uygulanabilir ve bu etkilere örneğin verdiği tepkiler ölçülmektedir. Bu yöntemde moleküllerin hareketlerine bağlı olarak, elde edilen hal değişimleri belirlenir. Viskoelastik karakterdeki malzemelerin sıcaklık, zaman ve frekansa bağlı olarak mekanik özellikleri tespit edilebilmektedir. Test esnasında örneğe bir gerinim uygulanır ve numune tarafından buna yanıt olarak verilen gerilim ölçülür. Şekil 2.11’de görüldüğü gibi malzemenin uygulanan kuvvete verdiği yanıtın gecikmesi sonucu oluşan faz farkından faz açısı δ belirlenir. (Menard, 2020)



Şekil 2.11. DMA’da malzemeye uygulanan gerinim ve malzemede oluşan gerilim eğrileri (Kawak ve diğ., 2017)

DMA ile malzemelerin depolama modülü (storage modulus E'), kayıp modülü (loss modulus E''), ve sönümleme faktörü ($\tan \delta$); sıcaklık, zaman ya da frekansa bağlı olarak belirlenebilir. Polimer malzemelerin camsı geçiş bölgesi gibi kritik geçiş bölgeleri de DMA ile belirlenebilmektedir. Depolama modülü E' , viskoelastik malzemenin elastik dayanımını ifade eder ve bir çevrim boyunca depolanan enerjiyle orantılıdır. Kayıp modülü E'' , bir çevrimde kaybolan enerji ile orantılı olarak ifade edilir. Örneğin titreşim enerjisi titreşim hareketi boyunca ısıya dönüşür ve geri döndürülemez. Kayıp faktörü ($\tan \delta$) kayıp modülünün depolama modülüne oranı olarak ifade edilir. Viskoelastik sistemin sönüm özelliğini belirtir. (Menard, 2020)

2.4.3. Su Absorpsiyon Analizi

Uzun karbon zincirlerinden oluşan polimerlerin hemen hemen hepsi, kimyasal ve fiziksel özelliklerine bağlı olarak çeşitli oranlarda su Emilimi değerine sahiptir. Bu emilen su polimer malzemelerin yapısında plastikleştirici görevi alarak malzemenin özelliklerini ters yönde etkilemektedir. (Taşdemir, 2018)

Polimerlerin su Emilimini gösteren test oldukça basittir. Tartılan örnekler, belli sıcaklıkta su içine daldırılarak 24 saat (veya daha fazla) suda bekletilir. Sonra sudan çıkan örnekler tekrar tartılır ve ağırlıktaki artış kaydedilir. Elde edilen sonuçlar ile % su emme miktarı hesaplanır. (Taşdemir, 2018)

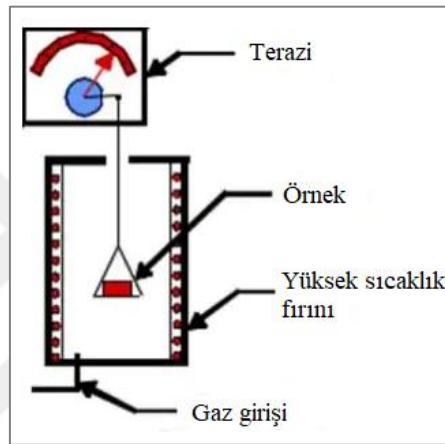
Çeşitli polimerler değişik miktarda su emebilir. Emilmiş olan su polimerlerin farklı özelliklerini önemli ölçülerde etkiler. Benzer şekilde su emildikçe boyutları değişen polimerlerde bu özellik önemlidir. Bu nedenle, belirli uygulamalarda kullanılacak polimer türü belirlenirken, su emme deneyi de sıklıkla yapılmaktadır. (Taşdemir, 2018)

2.4.4. Termogrametrik Analizi (TGA)

Isıl analiz için kabul edilen genel tanım: “Maddeye kontrollü sıcaklık uygulandığında, maddenin fiziksel özelliklerinin sıcaklığın fonksiyonu olarak ölçüldüğü bir tekniktir. Bu yöntemler polimer, ilaç, killer ve mineraller, metaller ve alaşımlar gibi çok çeşitli endüstri ürünlerinin hem kalite kontrol hem de ısıl kararlılıklarının araştırıldığı çalışmalarda yaygın olarak kullanılmaktadır. (Skoog ve Leary, 1992)

Termogravimetrik analizde kontrol edilen bir atmosferdeki bir numunenin kütlesi, sıcaklığın veya zamanın fonksiyonu olarak artan sıcaklığa karşı kaydedilir. Kütlenin veya kütle yüzdesinin sıcaklığa karşı grafiği termogram veya ısı bozunma eğrisi olarak adlandırılır. (Skoog ve Leary, 1992)

Bir termogravimetrik analiz cihazı temel olarak duyarlı bir analitik terazi, fırın, inert ya da bazen reaktif bir atmosfer oluşturmaya yarayan bir atmosfer kontrol ünitesi ve enstrümental kontrol sağlayan bir bilgisayar sisteminden oluşur. Şekil 2.12’de termogravimetrik analiz sisteminin şematik gösterimi verilmiştir. (Skoog ve Leary, 1992)



Şekil 2.12. Termogravimetrik analiz sisteminin şematik gösterimi (Uslu, 2016)

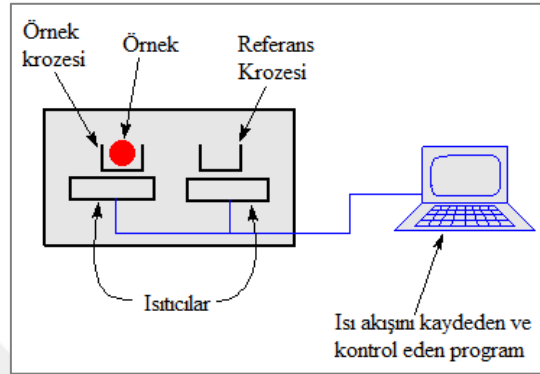
Termogrametrik analiz büyük ölçüde bozunma ve yükseltgeme tepkimeleri ile buharlaşma, süblimleşme ve desorpsiyon gibi fiziksel işlemlerle sınırlandırılır. Termogrametrik analiz uygulamalarının yoğunlaştığı en önemli alan polimerle ilgili çalışmalar olarak gösterilebilir. Termogramlar, hazırlanan çeşitli polimer ürünleri için bozunma mekanizmaları hakkında bilgi verir. Bunlara ek olarak, bozunma şekilleri her bir polimer için karakteristik olduğundan, bunların tanınmalarında da kullanılabilir. (Skoog ve Leary, 1992)

2.4.5. Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC)

Diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC), numune ve referans ısı akışı arasındaki farkı, kontrollü bir sıcaklık programı uygulayarak sıcaklığın bir fonksiyonu olarak inceleyen ısı bir yöntem olarak tanımlanabilir. DSC ile malzemenin ısı geçişlerdeki entalpi değişimi (ΔH), erime sıcaklığı (T_m), camsı geçiş sıcaklığı (T_g), kristallenme sıcaklığı

(T_c), ısıl bozunma sıcaklığı ve çapraz bağlanma sıcaklığı ölçülebilir. DSC, ısıl yöntemler içinde günümüzde en fazla kullanılanıdır. (Skoog, 1998)

DSC hücresi esas olarak iki adet kalorimetreden oluşur (Şekil 2.13). Bunlardan birine örnek içeren, diğerine ise referans içeren kroze (pan) yerleştirilir.



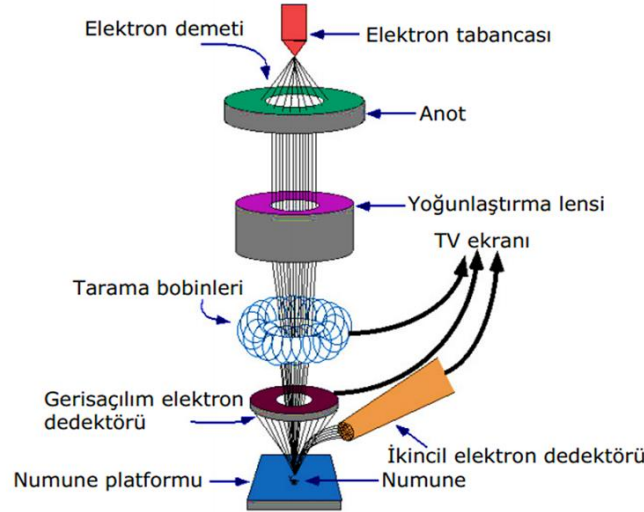
Şekil 2.13. DSC'nin şematik gösterimi (Sultan, 2018)

Değişen sıcaklıkla birlikte her iki krozeye aktarılan ısı farkı milivolt olarak algılanarak buradan örnek krozesindeki örneğin aldığı veya verdiği ısı kaydedilir. Bu ısı farkı organik veya inorganik esaslı herhangi bir malzemedeki enerji alışverişi ile paralel giden herhangi bir fiziksel veya kimyasal değişimi, sıcaklığın veya zamanın fonksiyonu olarak açıklayabilme olanağı verir. Bu tür ısıl analizde de örnek madde ve bir referans madde belli bir sıcaklık programı altında kontrollü olarak ısıtılır veya soğutulur. Bu esnada eğer örnekte, fiziksel ya da kimyasal bir değişiklik oluyorsa ya enerji açığa çıkacak ya da enerji absorplanacaktır. Dolayısıyla referans madde ve örnek sıcaklıklarını aynı düzeyde tutabilmek için sistem tarafından örnekten ısı alınması veya örneğe ısı verilmesi gerekir. Bu ısı alışverişi, örnek maddenin geçirdiği dönüşümde söz konusu olan enerji değişimi ile aynıdır. Sonuç olarak, DSC’de bu enerji dengesi gözlenir ve yorumlanır. (Taşdemir, 2018)

2.4.6. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

Taramalı Elektron Mikroskobunda (SEM) görüntü, yüksek voltaj ile hızlandırılmış elektronların numune üzerine odaklanması, bu elektron demetinin numune yüzeyini taratılması sırasında elektron ve numune atomları arasında oluşan çeşitli girişimler sonucunda meydana gelen etkilerin uygun algılayıcılarda toplanması ve sinyal

güçlendiricilerinden geçirildikten sonra bir katot ısınları tüpünün ekranına aktarılmasıyla elde edilir. Modern sistemlerde bu algılayıcılardan gelen sinyaller dijital sinyallere çevrilip bilgisayar monitörüne verilmektedir. Şekil 2.14'te taramalı elektron mikroskobunun şematik görüntüsü görülmektedir. (Özkan ve Yörücü, 1986)



Şekil 2.14. Taramalı elektron mikroskobunun şematik görüntüsü (Taşkın, 2014)

Yüksek enerjili demet elektronları numune atomlarının dış yörünge elektronları ile elastik olmayan girişimi sonucunda düşük enerjili Auger elektronları oluşur. Bu elektronlar numune yüzeyi hakkında bilgi taşır ve Auger Spektroskopisinin çalışma prensibini oluşturur. Yine yörünge elektronları ile olan girişimler sonucunda yörüngelerinden atılan veya enerjisi azalan demet elektronları numune yüzeyine doğru hareket ederek yüzeyde toplanırlar. Bu elektronlar ikincil elektron (seconder electrons) olarak tanımlanır. İkincil elektronlar numune odasında bulunan sintilatörde toplanarak ikincil elektron görüntüsü sinyaline çevrilir. İkincil elektronlar numune yüzeyinin 10 nm veya daha düşük derinlikten geldiği için numunenin yüksek çözünürlüğe sahip topografik görüntüsünün elde edilmesinde kullanılır. (Demirel, 2007)

Mikroskopta yapılacak incelemelerde numuneler genellikle inorganik ve organik olarak iki grupta toplanabilir. Ayrıca inorganik numuneler de metal ve metal-olmayanlar şeklinde iki gruba ayrılabilir. Metal numuneler iletken oldukları için yüzeyleri kaplama yapılmadan incelenebilir. Ancak metal olmayan yalıtkan numunelerin yüzeyleri en fazla 20 nm mertebesinde iletkenliği sağlayan altın veya karbon ile kaplanması gerekmektedir.

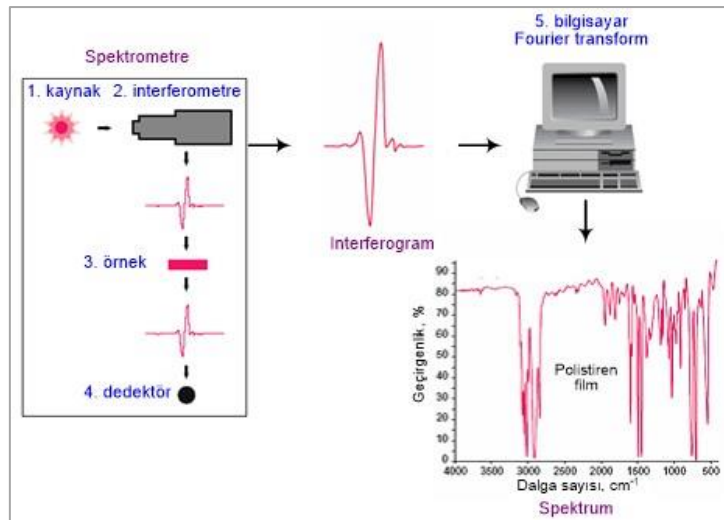
Karbon kaplama genellikle X-ışınları ile yapılacak analizlerde uygulanır. Yüksek çözünürlüğe ve kontrasta sahip numune görüntüsü elde etmek için, incelenen numuneler metal olsa bile yüzeylerine altın kaplama işlemi uygulanmaktadır. (Demirel, 2007)

2.4.7. Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektropisi (FTIR)

Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi (FTIR), malzeme içindeki fonksiyonel grupların türlerini, yapıdaki bağların durumunu ve bağlanma yerlerinin tanımlamada kullanılan en etkin spektrofotometrik analiz yöntemlerinden biridir. (Bower, 2002)

Malzemelerin içindeki molekülleri oluşturan atomlar sürekli olarak hareket halledirler. Bu hareketler de titreşimleri meydana getirir. Titreşim hareketleri ise bağlardaki hareketlerin oluşmasını sağlar. Kızılötesi ışınlar moleküllerin titreşim hareketleri tarafından soğurulmaktadır. Işıma şiddeti zamanın bir fonksiyonu olarak alınır ve her dalga boyunda ayrı ayrı tarama gerekmeden yüksek çözünürlükte spektrumlar elde edilir. (Beşergil, 2015)

FTIR analizinde, kaynaktan elde edilen ışın demeti spectral kodlamanın yapıldığı interferometre vasıtası ile örnek üzerine aktarılır ve ışın demeti örneğin özelliğine göre yansıtılır veya absorplanır. Örnekten geçen ışın demeti detektöre ulaşır ve sinyaller ölçülür. Ölçülen sinyaller sayısallaştırılarak bilgisayara gönderilir. Şekil 2.15'te FTIR cihazının çalışma prensibi gösterilmiştir. (Beşergil, 2015)



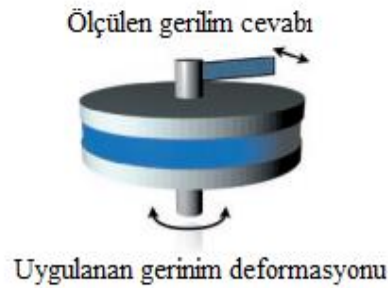
Şekil 2.15. FTIR'ın çalışma prensibi (Beşergil, 2015)

2.4.8. Reoloji Analizi

Reoloji malzemelerin gerilme altındaki akışını ve deformasyonunun incelendiği bir bilim dalıdır. Polimerik malzemelerin davranışları elastik katı ve viskoz sıvı davranışlarının arasında kalmaktadır. Polimerlerin bu davranışını tarif edebilmek için uygulanan kayma kuvveti ve/veya sıcaklığın etkisi ile zamana bağlı olarak bir katı veya akışkan gibi davranış sergiledikleri için “viskoelastik” kelimesi kullanılır. (Çelebi, 2009)

Reoloji özellikle polimerlerin viskoz akışının incelenmesinde çok önemlidir. Çünkü malzemelerin özellikleri, yapısı ve işlenmesi arasındaki ilişki hakkında bilgi vermektedir. Reoloji, viskozite, elastikiyet ve zamana dayalı olarak doğru işleme davranışına sahip malzemeler geliştirmek için malzemelerin mekanik davranışını gerilmelerin (kayma hızı), gerinmenin, sıcaklığın ve basıncın bir fonksiyonu olarak tanımlamaya yardımcı olur. (Çelebi, 2009)

Salınımlı reometreler, polimer erimelerin ve katıların kayma, zaman, frekans ve sıcaklığın bir fonksiyonu olarak akış ve viskoelastik özelliklerini belirler. Ölçümden önce, sabit bir plakaya az miktarda örnek malzeme yerleştirilir (Şekil 2.16) Daha sonra üstten dönen bir plaka önceden tanımlanmış bir boşluk boyutuna yaklaşır ve ölçüm başlatılabilir. Polimer eriyiği ve kalınlık doğru bir şekilde ayarlandığında salınımlı bir kayma kuvveti zamana bağlı bir gerinim ile uygulanmaktadır. Plastiklerin işlenmesinde, malzeme eriyik halinde olduğu için reolojik özellikler önemlidir. Burada, ortaya çıkan kayma gerilmesinde polimer eriyik viskozitesi ve ayarlanan sıcaklık bilgisi, optimum işlem sonuçlarının elde edilmesi için oldukça önemlidir. (Weitz ve diğ., 2007)

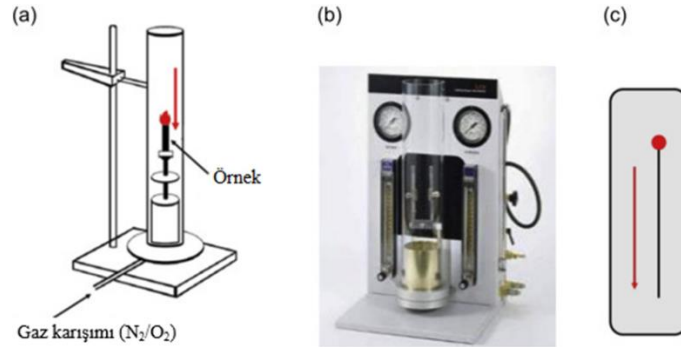


Şekil 2.16. İki plaka arasına yerleştirilmiş bir numunenin reometredeki şematik gösterimi (Weitz ve diğ., 2007)

2.4.9. Sınırlayıcı Oksijen İndeksi (LOI)

Sınırlayıcı oksijen indeksi (Limiting oxygen index-LOI) test metodu: LOI test metodu malzemelerin alevlenebilirliği ve yanma karakteristiklerini belirlemek için kullanılan test yöntemlerinden birisidir. LOI değeri, bir malzemenin yanması için gerekli olan minimum oksijen miktarı anlamına gelmektedir. Yüksek LOI değeri standart atmosfer ortamlarında o malzemenin daha zor yanma karakteristiğine sahip olduğunu göstermektedir. (Koncar, 2019)

Teste göre oksijen indeksi: belirli deney şartlarında yanmakta olan bir numune üzerine, yanmanın devamını sağlamak için, ortam sıcaklığında gönderilen oksijen-azot gazları karışımındaki oksijenin hacimce yüzdesi için mümkün en küçük konsantrasyondur. Testte prensip olarak, küçük bir deney numunesi, içerisinden yukarı doğru bir oksijen ve azot karışımı geçen bir baca içine düşey olarak yerleştirilir. Deney numunesinin üst ucu tutuşturulur ve arkasından deney numunesinin yanma davranışı gözlenerek yanmanın devam süresi veya yanan deney numunesi uzunluğu, bu tür bir yanma için önceden belirlenmiş sınır değerlerle mukayese edilir. Farklı oksijen konsantrasyonlarında, bir seri deney numunesi kullanılarak yapılan deneylerle, yanmanın devam etmesi için gerekli en az oksijen konsantrasyonu değeri belirlenir (Şekil 2.17). (Levchik, 2007)

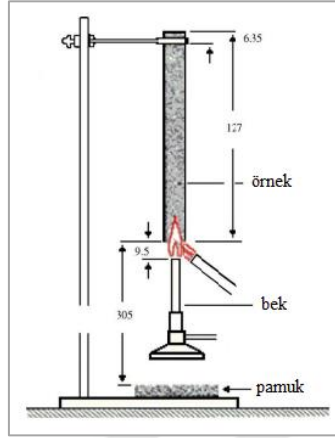


Şekil 2.17. LOI testi (a)cihazın şematik düzeni, (b) LOI cihazı, (c) numune yanma yönü (Koncar, 2019)

2.4.10. UL-94 Testi

UL-94 testi, malzemenin bir kaynak tarafından tutuşturulduklarında kaynağın uzaklaşmasının ardından üzerlerinde bulunan alevi ne kadar hızlı söndürdüklerini test

etmektedir. Şekil 1.18’de dikey olarak yapılan bir UL-94 testinin şematik düzeni gösterilmektedir. (Taşdemir, 2018)



Şekil 2.18. UL-94 Testinin Şematik Gösterimi (Taşdemir, 2018)

Bir ürünün, alevlenmesine maruz bırakılan polimer malzemelerin tutuşabilme ve alev yayılımını ölçerek, gerekli düzenlemelere uyup uymadığını kontrol etmek için ortak bir yöntem vardır. Alev, polimerin altından 10 saniye süreyle uygulanır ve alevin kendi kendini söndürmesi için gerekli süre olan yanma süresi (t_1) kaydedilir. İkinci aşamada, alev 10 saniye daha uygulanır ve yangın parlaklığının kaybolması için gereken süre olan (t_2) ve kalan son kızarıklık süresi (t_3) kaydedilir. Test boyunca örneğin altında bulunan pamuğun tutuşmasına neden olabilecek yanarak düşen damlalar gözlemlenmeli ve not edilmelidir. Tablo 2.1’de V2, V1 ve V0 olarak adlandırılan UL-94 sınıflandırması için kriterler verilmiştir. (Rajak ve diğ., 2019b; Taşdemir, 2018)

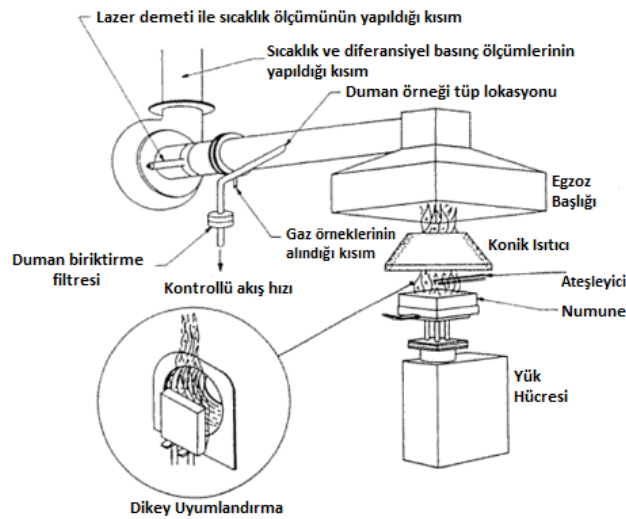
Tablo 2.1. UL-94 testi sınıflandırılması

	UL-94 V0	UL-94 V1	UL-94 V2
Her uygulanan alevden sonra numunenin kendini söndürme süresi (saniye)	$\leq 10s$	$\leq 30s$	$\leq 30s$
Ardışık 10 alev uygulamasından sonra numunenin toplamda kendini söndürme süresi (saniye)	$\leq 50s$	$\leq 250s$	$\leq 250s$
İkinci alev uygulamasından sonra kendini söndürme süresi	$\leq 30s$	$\leq 60s$	$\leq 60s$
Numunelerin tamamen yanması	Hayır	Hayır	Hayır
Yanma anında numuneden düşen eriyiklerin alt plaka üzerinde tutuşması istenmeyen malzeme	Pamuk	Pamuk	Pamuk

2.4.11. Konik Kalorimetre

Konik kalorimetre yöntemi, malzemelerin yanma özelliklerinin incelenmesinde yaygın olarak kullanılan yöntemlerden biridir. Konik kalorimetre testinde malzemelerin yanmaya karşı dayanımlarının ve malzemelerin yanma özellikleri ile ilgili ısı yayılım hızı (heat release rate, HRR), toplam ısı yayılım (total heat release rate, THR) miktarı, kritik tutuşma ısı akısı, tutuşma zamanı, karbon monoksit ve karbon dioksit gibi egzoz gaz konsantrasyonları gibi parametreler tespit edilebilmektedir. (Usta, 2013)

Konik kalorimetre cihazı ismini kesik tepeli konik ısıtıcıdan almaktadır. 100x100mm'lik kesit alınarak hazırlanan numuneler 100 kW/m² ye kadar ısı akısına maruz bırakılıp ısınumune yüzeyinden saçılması sağlanabilmektedir. Test cihazı temel olarak elektrikli ısıtıcı, yanma kaynağı ve gaz biriktirme sisteminden oluşmaktadır. Test esnasında numune yatay bir şekilde yalıtkan seramik malzemenin üzerine konumlandırılmaktadır. Araştırma şekline bağlı olarak cihazın dikey konumlandırılma seçeneği de bulunmaktadır. Konumlandırma işlemi tamamlandıktan sonra elektrikli ısıtıcıdan gelecek ısı akısı genellikle 25-75 kW/m² ısı çıkışı sağlanacak şekilde ayarlanmaktadır. Numunenin yerleştirildiği odacığa verilen gaz karışımı minimum yanma limitinin üzerine çıktığı andan itibaren elektrikli ateşleyici kaynağı ile gaz yakılarak yanma işlemi başlatılmaktadır. Yanma sonrası cihaz öngördüğü verileri matematiksel model haline getirerek yukarıda verilerin çıkışını sağlamaktadır. Şekil 2.19'da konik kalorimetre cihazının şematik görüntüsü verilmiştir. (Altun, 2015)



Şekil 2.19. Konik kalorimetre cihazının şematik görüntüsü (Altun, 2015)

3. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

Sahip oldukları birçok avantaj sebebiyle farklı sektörlerde kullanım miktarı her geçen gün artan polimer kompozit malzemeler üzerine yapılan çalışmalar son zamanlarda hızla artmıştır. Özellikle hafiflik ve yüksek mekanik dayanım gerektiren uygulamalarda tercih edilen bu malzemelerin farklı özelliklerini incelemek ve geliştirmek amacıyla çeşitli çalışmalar gerçekleştirilmiştir.

Bu bölümde tezin amacına yönelik olarak PA6/PA610 ve PA6/PA12 karışımı ve cam elyaf takviyeli PA6/PA610 ve PA6/PA12 kompozitleri üzerine yapılan çalışmalar incelenmiştir. İncelenen çalışmalardan bazıları aşağıda özet olarak verilmiştir

3.1. PA6 ve PA610 Üzerine Yapılan Çalışmalar

Ruehle ve arkadaşları tamamen yenilenebilir PA11 ve kısmen yenilenebilir PA-610'nun karışımlarını üretmiş ve PA11/PA610 karışımlarının her oranda termodinamik olarak karışabilir olduğunu bulmuşlardır. Karışımların ısı özellikleri DSC ve DMTA ile incelenmiştir. Karışabilirlik sonucu DMTA analizindeki tek bir camsı geçiş sıcaklığının gözlemlenmesiyle desteklenmiştir. DSC eğrileri ile karışımın saf PA11 ve PA610 arasında ısı geçişler gösterdiği sonucunu gözlemlemişlerdir. Polimer karışımlarının mekanik özelliklerinin, iki homopolimer için belirlene değerler arasında orta düzeyde olduğunu bulmuşlar. PA11'e dahil edilen (ağırlıkça %25) PA610, kopma uzamasını korurken hem çekme modülünde hem de dayanımda önemli artışa neden olmuştur. Çekme modülü 1.3'ten 1.9 GPa'a ve gerilme dayanımı 50'den 70 MPa'a yükselirken kopma uzaması %275'in üzerinde bir değerde sabit kalmıştır. Çalışmada, karışımların potansiyel ticari değere sahip olduğunu gösteren özelliklerde olduğu sonucuna varılmıştır. (Ruehle ve diğ., 2013)

Stanzione ve arkadaşları çalışmalarında yarı kristalli kısmen biyolojik olarak yenilenebilir PA610'nu, PA410 ile eriyikten karıştırma yöntemiyle hazırlamışlardır. İkili bir polimer karışımındaki erime noktasının düşmesiyle PA410/PA610 ikili karışım sistemi tüm bileşimlerde karışabilir olduğunu belirlemişler. Tavlamadan önce ve sonra numunelerde mekanik özellikler ölçülmüş ve ağırlıkça %20 ve ağırlıkça %40 PA410 içeren karışımlar, her iki homopolimerdende daha yüksek çekme ve burulma modülü,

darbe direnci ve α - gevşeme sıcaklıklarıyla üstün özellikler göstermiştir. Bu çalışmanın sonuçları, fiziksel özelliklerin, karışım bileşiminin değiştirilmesiyle ayarlanabileceğini göstermektedir (Stanzione ve La Scala, 2016).

Birch ve çalışma arkadaşları selüloz liflerin geri dönüştürülmüş RPA6 ve PA610 karışımı üzerindeki etkisini incelemişler. Çekme dayanımı %5 ve %10 selüloz içeriği ile yaklaşık olarak aynı kalmış, ancak %30 selüloz içeriği ile azalmıştır. En yüksek eğilme dayanımı, %20 selüloz içeriğinde gözlenmiştir. Bu sonuçlar, poliamid kompozitlerde %20'ye kadar selüloz lifi ilavesinin kullanılabileceğini göstermiştir. RPA6 ve PA610'un harmanlanması genellikle ara özellik değerleriyle sonuçlanmıştır. PA610'un eklenmesi, RPA6'nın mekanik veya ısı özelliklerini önemli ölçüde iyileştirmemiştir. (Birch ve diğ., 2015)

H. Ünal ve A. Mimaroglu tarafından yapılan bir çalışmada, PA6'nın mekanik özellikleri üzerinde kısa GF ve mika takviye malzemelerinin etkisi araştırılmıştır. PA6'ya ağırlıkça %10 ila %30'luk takviye malzemeleri ilave edilmiş ve kompozitin özelliklerini mekanik testler ile incelenmiştir. PA6'ya eklenen GF ve mika polimerin sertliğini ve dayanımını iyileştirmiş, ancak darbe dayanımı ve kopma uzamasını önemli ölçüde azaltmıştır. Ayrıca, çalışmada PA6 matriste kullanılabilecek en uygun cam elyaf yükleme oranının ağırlıkça %30 olduğu raporlanmıştır (Unal ve Mimaroglu, 2012).

Nuruzzaman ve arkadaşları, GF takviyeli poliamidin mekanik özellikleri üzerine deneysel çalışma yapmışlardır. Çalışmada, GF takviye malzemesinin PA kompozitlerin mekanik özellikleri üzerindeki etkisini araştırmak için saf PA6 ve dört farklı oranda PA6/GF kompozitleri enjeksiyon kalıplama yöntemiyle hazırlanmıştır. Kompozit örneklerle çekme testi ve darbe dayanımı testleri yapılmıştır. Çekme test sonuçları, saf PA6 için düşük çekme dayanımı ve modül sergilerken, poliamid kompozitlerde GF oranının artması ile kademeli olarak çekme dayanımında ve modül değerlerinde artış göstermiştir. Ayrıca %20 GF içeren poliamid kompozitinde en yüksek çekme dayanımı ve modül değeri gözlemlenmiştir. Kopma uzaması saf PA için oldukça yüksekken, poliamid kompozitlerinde kopma uzamasında azalma görülmüştür. İzod darbe testi sonuçları, %5 GF/PA kompozitin en düşük darbe dayanımına sahip olduğunu, %15 GF içeren kompozitin ise en yüksek darbe direncine veya tokluğuna sahip olduğunu göstermiştir. Elde edilen sonuçlar, poliamid kompozitlerin mekanik özelliklerinin cam elyafın ağırlık

yüzdesinden önemli ölçüde etkilendiğini ortaya koymaktadır (Nuruzzaman ve diğ., 2016).

Nuruzzaman ve ark. tarafından yapılan diğer bir çalışmada poliamid-polipropilen (PP) esaslı polimer karışımı içeren kompozitlerin çekme özellikleri üzerine GF yükleme oranının etkisi incelenmiştir. Çalışmada, ağırlıkça %0, %3, %6, %9 ve %12 GF içeren PA6-PP-GF kompozitleri enjeksiyon kalıplama yöntemi ile hazırlanmıştır. Kompozitlerin çekme özellikleri araştırılmış ve lif içeriğinin özelliklere etkisi analiz edilmiştir. Deneysel veriler, matrise eklenen lif oranının artması ile kompozitin çekme dayanımı ve modülünde kademeli olarak bir artış olduğunu göstermiştir. Genel olarak, kompozitlerin akma dayanımı, kırılma dayanımı ve kopma gerilmesinin GF yükleme oranından etkilendiğini ortaya koymuştur (Nuruzzaman ve diğ., 2019).

Chaichanawong ve arkadaşları, GF takviyeli PA kompozitlerin mekanik özellikleri üzerine nemin etkisini inceleyen bir çalışma yapmışlardır. Çalışmada, nemin mekanik özellikler üzerindeki etkisini araştırmak için farklı ağırlık yüzdelere sahip kısa GF/PA kompozitleri hazırlanmış ve özellikleri incelenmiştir. Sonuçlar cam elyafın neredeyse hiç nem emilimi olmadığından dolayı nemin esas olarak PA içine emildiğini gösterilmiştir ve nem absorpsiyonunun GF/PA kompozitlerin mekanik özelliklerini önemli ölçüde etkilediği raporlanmıştır (Chaichanawon ve diğ., 2016).

Thomason ve arkadaşlarına göre, GF destekli poliamidler, yüksek mekanik performans ve ısı direnç seviyeleri anlamında mükemmel kompozit malzemelerdir. Bununla birlikte, PA matrisli kompozitlerin mekanik özellikleri su ve diğer polar akışkanların emilimi üzerine kayda değer bir şekilde azalma göstermektedir. Bu kompozitlerin hidrotermal bir ortamdaki mekanik performansı lif ve matris özelliklerinin birleşimine ve lif-matris ara yüzey boyunca gerilimleri transfer edebilme kabiliyetine bağlıdır. Lif içeriği, çapı, yönelimi ve ara yüzey dayanımı enjeksiyonla üretilen termoplastik kompozitlerin sergilediği özelliklerin nihai dengesinde birincil derecede önemlidir. Kısa lif takviyeli termoplastikler otomobil endüstrisinde yıllardır kullanılmıştır ve kaput altı uygulamalarda PA matrisli kompozitlerin kullanımında son zamanlarda önemli bir artış meydana gelmiştir.(Thomason ve Ali, 2009)

3.2. PA6 ve PA12 Üzerine Yapılan Çalışmalar

Salmoria ve arkadaşları, seçici lazer sinterleme (SLS) yöntem ile PA6 ve PA12 ikili bir polar sistemin işlenmesini araştırmışlardır. Çalışmada karışımların bileşimi, işleme koşulları ve ardından üretilen numunelerin dinamik mekanik özellikleri üzerindeki etkileri değerlendirilmiştir. DMA analizinde, PA6/PA12 karışımları için E' modülü ve $\tan \delta$ değerlerinin davranışı, karışım bileşimindeki saf bileşenlerin oranına göre değişmiştir. PA6/PA12 karışımlarının davranışı, karışım bileşimiyle orantılı olarak saf bileşenlerin gevşeme davranışına göre değişiklik göstermiştir. Sürünme testinde, daha yüksek miktarda PA6 içeren karışımların daha fazla plastik deformasyona ve daha az elastik toparlanmaya sahip olduğunu göstermiştir. Yorulma testinde, 20/80 ve 50/50 karışımları, test koşulları altında iyi yorulma direnci belirlenmiştir. Seçici lazer sinterleme süreci kullanılarak karışımların üretimi, partikül boyutu ve eriyik akış davranışı gibi polimer tozu karakteristiklerinin seçilerek ve süreç parametrelerinin ayarlanması ile kontrollü yapı ve özelliklere sahip PA6/PA12 karışımları hazırlamanın mümkün olduğunu raporlanmıştır.(Salmoria ve diğ., 2012)

Arboleda-Clemente ve çalışma arkadaşları farklı miktarlarda çok duvarlı karbon nanotüp içeren (MWCNT) PA12/PA6 nanokompozitleri üzerine inceleme yapmışlardır. Hazırlanan nanokompozitlerin reolojik ve elektriksel özellikleri, nanodolgu içeriğinin bir fonksiyonu olarak değerlendirilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre, nanokompozitlerin morfolojisi, MWCNT'lerin dolgu içeriğinin fonksiyonu olarak matriste farklı dağılım derecelerine ulaşmasına rağmen, bazı lokalizasyonlarının iki poliamid arasındaki arayüzde olduğunu belirlenmiştir. Reolojik perkolasyon eşiğine ilişkin olarak, eriyik davranıştan katı davranışa geçiş hacimce %0,15 ile 0,31 arasında MWCNT'de gözlemlenmiştir. Dielektrik ölçümleri, yalıtıcıdan iletken malzeme geçişinin hacimce %0.15 ile %0.31 MWCNT arasında olduğunu göstermiştir. (Arboleda-Clemente ve diğ., 2017)

Laura Arboleda-Clemente ve arkadaşlarının yaptıkları diğer bir çalışmada MWCNT içeren PA12/PA6 karışımının yapı-özellik ilişkileri, nanodolgu miktarının bir fonksiyonu olarak araştırılmıştır. Karışmayan PA12/PA6 harmanının su difüzyon davranışına dolgu içeriğinin etkisi incelenmiştir. Sonuçlara göre nanotüplerin polimer matrisinde, kabul edilebilir bir dağılım seviyesinde olduğu SEM ile gözlemlenmiştir. MWCNT artışı,

reolojik testlerde ölçülen sertlikteki artışla uyumlu olmuştur. DSC'den elde edilen soğutma termogramları, CNT'lerin çekirdeklenme etkisinin PA6'da PA12'den daha önemli olduğunu göstermektedir. PA6 için, nanotüp yüzeyindeki poliamid kristalizasyonu ile ilgili olarak daha yüksek sıcaklıklarda ikinci bir kristalizasyon piki tespit edilmiştir. Su absorpsiyon deneyleri, su alımının azaldığını ve su moleküllerinin polimer matrisine difüzyonunun CNT nanokompozitlerde PA6'ya göre daha yavaş olduğunu kanıtlamıştır. Bu sonuçlar, yüksek CNT miktarlarına sahip kompozitlerde poliamidlerin kristalliğindeki artış ve nanotüplerin PA6 matrisine göçü ile ilişkilidir. Bu sonuçlar doğrultusunda PA/CNT kompozitlerinin su absorpsiyon davranışında iyi gelişmeler olduğu raporlanmıştır. (Arboleda-Clement ve diğ., 2016).



4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Deneysel çalışma bölümü, iki farklı poliamid karışımları (PA6/PA610 ve PA6/PA12) için üç farklı kısımdan oluşmaktadır. Birinci kısımda GF takviyesinde kullanılacak karışım oranının belirlenmesi için farklı oranlarda poliamid karışımları üretilmiştir, karışımların su absorpsiyonu ve mekanik özellikleri incelenmiştir. İkinci kısımda belirlenen orana dört farklı oranda GF eklenmiştir. Üçüncü kısımda ise GF takviyeli PA kompozitlerinin yanmazlık özelliğini iyileştirmek amacıyla kompozitlere lignin (LL) eklenmiştir.

4.1. Malzemeler

Tez kapsamında kullanılan malzemeler farklı firmalardan istenilen özelliklere göre temin edilmiştir. Malzemelerin satın alındığı firmalar ve özelliklerini gösteren çizelge Tablo 4.1’de verilmiştir.

Tablo 4.1. Deneysel çalışmada kullanılan malzemeler

Malzeme	Ticari Adı	Temin Edilen Firma	Özellikler
PA6	Nylem®6	EMAŞ PLASTİK	Pelet, yoğunluk 1.12-1.15 g/cm ³ , viskozite 2.3-2.8 cm ³ /g, erime sıcaklığı 221°C, enjeksiyona uygun
PA610	PA610	EPSAN PLASTİK	Pelet, yoğunluk 1.07 g/cm ³ , viskozite 2.5-2.7 cm ³ /g, erime sıcaklığı 220°C, enjeksiyona uygun
PA12	GRİLAMİD L16 NATURAL	PULVER KİMYA	Pelet, yoğunluk 1.01 g/cm ³ , erime sıcaklığı 178°C, enjeksiyona uygun
Kırpılmış cam elyaf	PA2(D)	ŞİŞECAM	Cam tipi: E Elyaf çapı: 11µ Elyaf boyu: 4.5mm Reçine Uyumu: poliamid
Lignin	SODYUM LİGNO SÜLFONAT	AKER KİMYA	Özgül ağırlık 1.28g/cm ³ Toplam sülfür: %3.38 pH=4.1,

4.2. Yöntem

Karışımların hazırlanmasında “DSM Xplore” marka aynı yönde dönen çift vidalı konik ve dikey yönlü mini ekstrüder kullanılmıştır (Şekil 4.1).



Şekil 4.1. Laboratuvar ölçekli mini-ekstrüder

Hazırlanan karışımların kalıplamak için “DSM Xplore” marka enjeksiyonla kalıplama cihazı kullanılmıştır (Şekil 4.2).



Şekil 4.2. Enjeksiyonla kalıplama cihazı

İlk kısımda PA karışımların üretimi gerçekleştirilmiştir. Ekstruzyon prosesi öncesinden nemi almak için malzemeler 80 °C ’de ve 12 saat boyunca vakumlu etüvde kurutulmuştur. Karışımlar besleme hunisi yardımıyla ekstrudere beslenmiştir. Harmanlama işlemi sırasında kovan sıcaklığı 240 °C ve vida hızı 80 rpm olarak ayarlanmıştır. Karıştırma süresi ise, 1 dakika besleme ve 3 dakika karıştırma olmak üzere toplam 4 dakika olarak

belirlenmiştir. Ekstruderden çıkan eriyik haldeki malzeme, enjeksiyon cihazının 240 °C'ye ayarlanmış haznesine aktarılmıştır. Ardından eriyik haldeki malzeme 25 °C sıcaklıktaki kalıba 10 bar basınçta basılmış ve üretilen numuneler kalıptan çıkarılmıştır. Hazırlanan karışımların bileşimleri Tablo 4.2'de verilmiştir.

Tablo 4.2. Hazırlanan karışımların bileşimleri

ÖRNEK	PA6 (%)	PA610 (%)	ÖRNEK	PA6 (%)	PA12 (%)
PA6	100	0	PA6	100	0
80-20	80	20	80-20	80	20
60-40	60	40	60-40	60	40
40-60	40	60	40-60	40	60
20-80	20	80	20-80	20	80
PA610	0	100	PA12	0	100

İkinci kısımda ise GF takviyeli PA kompozitlerin üretimi yapılmıştır. Üretim öncesinden malzemelerin nemini gidermek için 80 °C 'de ve 12 saat boyunca vakumlu etüvde kurutulma işlemi uygulanmıştır. Ağırlıkça %10, 20, 30 ve %40 GF içeren PA karışımlar besleme hunisi yardımı ile ekstrüdere beslenmiştir. Karıştırma işlemi sırasında kovan sıcaklığı 240 °C, vida hızı 80 rpm karıştırma süresi 3 dakika olarak ayarlanmıştır. Ekstrüzyon işlemi sırasında polimer malzemeler aynı anda beslenerek 2 dakika süreyle önceden karıştırıldı, daha sonra GF beslendi ve 1 dakika daha karıştırma yapılmıştır. Eriyik haldeki malzeme laboratuvar ölçekli enjeksiyon makinası kullanılarak 25 °C kalıp sıcaklığı ve 10 bar basınçta kalıplanmıştır.

Üçüncü kısımda GF takviyeli poliamid kompozitlerden mekanik özelliği iyi olan orana yanmazlık özelliğini geliştirmek amacıyla alev geciktirici katkı olarak üç farklı oranda lignin (LL) eklenmiştir. Kompozitler sadece GF takviyeli kompozit üretiminde kullanılan süreç koşulları kullanılarak üretilmiştir. Ağırlıkça %5, 7,5, ve 10 LL içeren GF takviyeli PA karışımlar besleme hunisi yardımı ile ekstrüdere beslenmiştir. Ekstrüzyon işlemi sırasında polimer malzemeler ve LL aynı anda beslenerek 2 dakika süreyle önceden karıştırıldı, daha sonra GF beslendi ve 1 dakika daha karıştırma yapılmıştır. Eriyik haldeki malzeme laboratuvar ölçekli enjeksiyon makinası ile kalıplanmıştır. Hazırlanan kompozitlerin bileşimleri Tablo 4.3'te verilmiştir.

Tablo 4.3. Hazırlanan kompozitlerinin bileşimleri

Örnek Kodu	Bileşen	% Bileşim
60-40	PA6/PA610	60PA6/40PA610
10 GF	PA6/PA610/GF	90(60PA6/40PA610) /10GF
20 GF	PA6/PA610/GF	80(60PA6/40PA610)20GF
30 GF	PA6/PA610/GF	70(60PA6/40PA610) /30GF
40 GF	PA6/PA610/GF	60(60PA6/40PA610) /40GF
30GF/5 LL	PA6/PA610/GF/LL	65(60PA6/40PA610) /30GF/5LL
30GF/7,5 LL	PA6/PA610/GF/LL	62,5(60PA6/40PA610) /30GF/7,5LL
30GF/10 LL	PA6/PA610/GF/LL	60(60PA6/40PA610) /30GF/10LL
60-40	PA6/PA12	60PA6/40PA12
10 GF	PA6/PA12/GF	90(60PA6/40PA12) /10GF
20 GF	PA6/PA12/GF	80(60PA6/40PA12)20GF
30 GF	PA6/PA12/GF	70(60PA6/40PA12) /30GF
40 GF	PA6/PA12/GF	60(60PA6/40PA12) /40GF
30GF/5 LL	PA6/PA12/GF/LL	65(60PA6/40PA12) /30GF/5LL
30GF/7,5 LL	PA6/PA12/GF/LL	62,5(60PA6/40PA12) /30GF/7,5LL
30GF/10 LL	PA6/PA12/GF/LL	60(60PA6/40PA12) /30GF/10LL

4.2.1. Çekme Testi

Üretilen numunelerin mekanik özelliklerini incelemek için çekme testi yapılmıştır. Test Instron marka (2712-020) Evrensel Çekme Testi cihazında (Şekil 4.3) ISO 527 standardına göre 5 mm/dk çekme hızında ve oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. Her bir

bileşim için 5 numune test edilip numunelerin çekme dayanımları, kopma uzamaları ve modül değerleri ortalama değer alınarak verilmiştir.



Şekil 4.3. Çekme testi cihazının genel görünümü

4.2.2. Dinamik Mekanik Analizi (DMA)

Numunelerin DMA testleri Metravib DMA50 cihazı kullanılarak yapılmıştır (Şekil 4.4). Ölçümler 25 °C-130 °C sıcaklık aralığında 1Hz frekansla kuvvet uygulanarak gerçekleştirilmiştir. Yapılan analiz sonucunda her bir örnek için, depolama modülü (E'), kayıp modülü (E'') ve sönümleme faktörü ($\tan\delta$) değerleri belirlenmiştir.



Şekil 4.4. DMA cihazı

4.2.3. Su Absorpsiyon Analizi

Karışımların su absorpsiyon özellikleri ASTM D570 standardına göre gerçekleştirilmiştir. İlk olarak test numuneleri 80 °C'de 4 saat etüvde kurutulmuştur. Kurutulan numuneler tartılarak damıtılmış suya daldırılmıştır. 24 saat sonra numuneler sudan çıkarılıp, temiz bir bezle kurutuldu ve nem emme seviyesini gösteren ağırlıktaki değişimi ölçmek için tekrar tartılmıştır. Ağırlıkta kaydedilen artış, "yüzde su absorpsiyon" olarak hesaplanmıştır (Denklem 4.1).

$$\% \text{ su absorpsiyon} = \frac{M_w - M_d}{M_d} \times 100 \quad (4.1)$$

Burada M_w 24 saat daldırma süresinden sonra numunenin ağırlığıdır ve M_d kuru ağırlık değerlerini ifade etmektedir. Her bir bileşim için test üç kere tekrar edilip, sonuçlar ortalama değer olarak verilmiştir.

4.2.4. Termogrametrik Analizi (TGA)

Üretilen örneklerin ısıl bozunma sıcaklıkları Mettler Toledo TGA 1 cihazı (Şekil 4.5) kullanılarak azot atmosferi altında gerçekleştirilmiştir. Örnekler 25 °C ile 700 °C aralığında, 10 °C/dakika ısıtma hızı ile test edilmiştir. Elde edilen sonuç verilerinden %5, %50 ağırlık kayıpları sıcaklığı, maksimum bozunma sıcaklığı ve 700 °C'deki kalıntı miktarı raporlanmıştır.



Şekil 4.5. TGA cihazı

4.2.5. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC)

Örneklerin ısı özelliklerini incelemek için kullanılan diğer bir analiz diferansiyel taramalı kalorimetre analizidir. Bu analiz Şekil 4.6’da gösterilen Mettler Toledo DSC 1 cihazı kullanılarak 25-260 °C aralığında 10 °C/dk ısıtma ve soğutma hızında iki basamaklı ısıtma kullanılarak azot atmosferi altında gerçekleştirilmiştir.



Şekil 4.6. DSC cihazının genel görünümü

Analiz sonucunda erime sıcaklığı (T_m), kristalizasyon sıcaklığı (T_c) ve entalpi değerlerine elde edilmiştir. DSC cihazının termogramlarından elde edilen veriler kullanılarak % kristanilite değeri hesaplanmıştır. % kristanilite değeri hesaplamak için kullanılan eşitlik aşağıda Denklem (4.2)’de gösterilmiştir.

$$X_c(\%) = \frac{\Delta H_m}{\Delta H_m^* \omega} \times 100 \quad (4.2)$$

Bu denklemde X_c ; % kristanilite değerini, ΔH_m ; erime entalpisini, ω ; matriste referans alınan polimerin ağırlıkça yüzdesini, ΔH_m^* ; değeri ise %100 kristalin haldeki polimerin erime entalpisini göstermektedir. Bu değerler çalışmada kullanılan PA6 için 230 J/g, PA610 için 254 J/g ve PA12 için 209 J/g olarak literatürden bulunmuştur. (Arboleda-Clemente ve diğ., 2016; Pagacz ve diğ., 2016)

4.2.6. Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektropisi (FTIR)

Polimerler arasında kimyasal bir etkileşim olup olmadığını gözlemlemek amacı ile Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi (FTIR) analizi yapılmıştır. Analiz Perkin Elmer Spectrum 100 model FTIR cihazı (Şekil 4.7) kullanılarak $650-4000\text{ cm}^{-1}$ dalga boyu aralığında gerçekleştirilmiştir. Elde edilen spektrumlar ile kimyasal etkileşimler incelenmiştir.



Şekil 4.7. FTIR cihazının genel görünümü

4.2.7. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

Numunelerin morfolojik özelliklerini incelemek için SEM analizi yapılmıştır. Analiz ODTÜ merkez laboratuvarında bulunan QUANTA 400F Field Emission SEM cihazında hizmet alımı ile gerçekleştirilmiştir. Analiz numunenin çekme testi sonucu oluşan kopma yüzeyinden yapılmıştır. İncelemeden önce numunelerin yüzeyleri altın ve paladyum ile kaplanmıştır.

4.2.8. Reoloji Analizi

Karışımların reoloji analizleri stres kontrollü salınımlı-rotasyonel reometre (Anton Paar MCR 102) ile paralel plaka geometrisi kullanılarak $240\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de incelenmiştir. Deney sırasında ısıtma kompartımanı azot ile sürekli olarak süpürülmüştür. Dinamik frekans taraması testleri 20 Pa 'da $0,1$ ile 628 rad/s frekansta yapılmıştır.



Şekil 4.8. Reometre cihazı

4.2.9. Sınırlayıcı Oksijen İndeksi (LOI)

Sınırlayıcı oksijen indeksi (LOI) değerleri, Mares Analiz Cihazı (M-LOI-01) ile $130 \times 6,5 \times 3.25$ mm boyutlarındaki test numuneleri kullanılarak analiz edilmiştir (Şekil 4.9).



Şekil 4.9. LOI cihazı

4.2.10. UL-94 Testi

Örneklerin aleve maruz kaldıkları andaki oluşan alevin sönme süreleri, alevin malzemeyi damlatarak başka bir yanıcı kaynağa alevi sıçratma veya sıçratmama kabiliyeti test etmek için UL-94 analizi yapılmıştır. Analiz için kullanılan düzeneğin şeması Şekil 2.18’de gösterilmiştir. Örneğin alt kısmı aleve maruz bırakılır ve bekin üst kısmı ile örneğin alt kenarı arasında 10 mm’lik bir boşluk bırakılır. Alev 10 saniye boyunca uygulanır ve uzaklaştırılır. Alevin sönmesi için gerekli olan t_1 süresi kaydedilir. Sönme olayı gerçekleştikten sonra, örnek tekrar 10 saniye boyunca aleve maruz bırakılır ve alev sönme süresi t_2 not edilir. Test boyunca örneğin alt kısmında konumlandırılmış halde bulunan pamuğu düşen damlalar tutuşturup tutuşturmaması da not edilmelidir. Bu veriler yardımı ile malzemenin tutuşabilirliği, her bir örneğin bireysel yanma süresi, tüm örneklerin toplam yanma süresi düşen damlaların pamuğu tutuşturmaları ile alakalı olarak üç kategoride (V0, V1, V2) sınıflandırılır. UL-94 testi için sınıflandırma şartları Tablo 2.1’de verilmiştir

4.2.11. Konik Kalorimetre

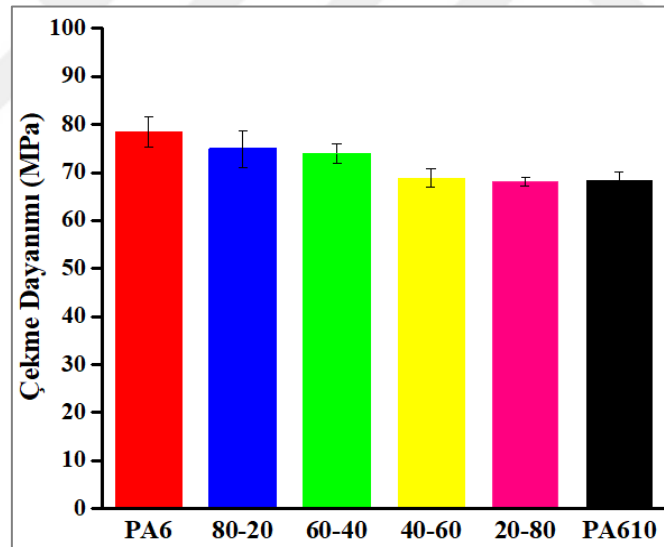
Numunelerin ısı salınım testleri ISO 5660-1 standardına göre 100 mm × 100mm × 6 mm boyutlarında ve yaklaşık olarak 65 gr ağırlığa sahip plakalar ile analiz edilmiştir. Plaka eldesi için örnekler önce ekstrüderde 240°C sıcaklıkta, makarna olarak üretilmiştir. Daha sonra pelletizer yardımıyla pellet haline getirilmiştir. 240°C sıcaklıkta, 80 bar basınçta, 3 dakika boyunca hidrolik pres yardımıyla plakalar elde edilmiştir. Konik kalorimetre testi BUTEKOM Bursa Teknoloji Koordinasyon ve AR-GE Merkezinden hizmet alımı ile yapılmıştır.

5. BULGULAR VE TARTIŞMA

5.1. PA6/PA610 ve PA6/PA12 Karışımlarının Karakterizasyonu

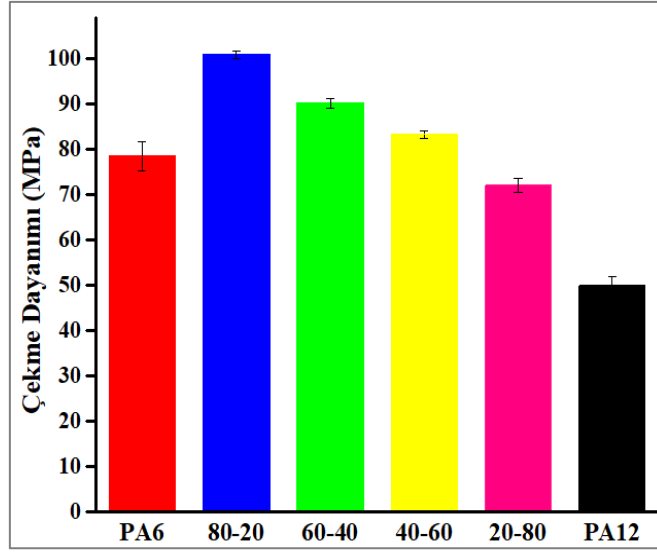
5.2.1. Çekme Testi Sonuçları

PA6/PA610 karışımlarının mekanik özelliklerini incelemek için çekme testi sonuçlarından faydalanılmıştır. Saf polimerlerin ve karışımların çekme dayanımı sonuçları Şekil 5.1’de verilmiştir. Saf PA6, 78,44 MPa ve saf PA610 68,34 MPa çekme dayanımı değerleri göstermiştir. Karışımlarda PA610 oranı arttıkça çekme dayanımları azalmış ve saf bileşenler arasında doğrusal bir performans göstermiştir. Karışabilir karışımlar genellikle bileşenlerin moleküler ölçekte dağılmasının bir sonucu olarak, saf bileşenlerin arasında orta düzeyde bir mekanik özellik göstermektedir. (Safari ve diğ., 2021) Karışımlarda en yüksek çekme dayanımı 74,91 MPa ile 80-20 PA6/PA610 oranındaki karışımda görülmüştür.



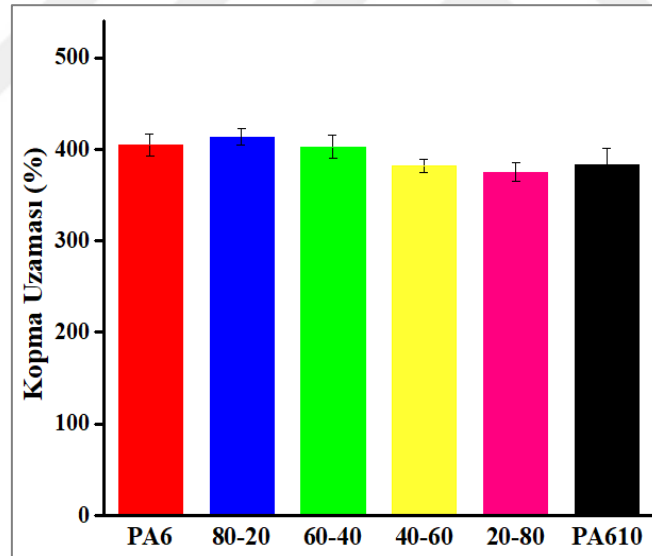
Şekil 5.1. PA6/PA610 karışımlarının çekme dayanımı değerleri

Şekil 5.2’de PA6/PA12 karışımlarının çekme dayanımı grafiği verilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde, PA6’ya %20 PA12 ilavesi, çekme dayanımını 78,4 MPa’dan 100,8 MPa’a kadar yükseltmiştir. Karışımlarda PA12 oranı arttıkça çekme dayanımlarında doğrusal bir şekilde azalma görülmektedir. PA6/PA610 karışımları ile kıyasla PA6/PA12 karışımlarının çekme dayanımları saf polimerlerin dayanımlarının üzerine çıkmıştır. Bu durumu karışımlarının deniz-ada morfolojisi sergilemesi desteklemektedir.



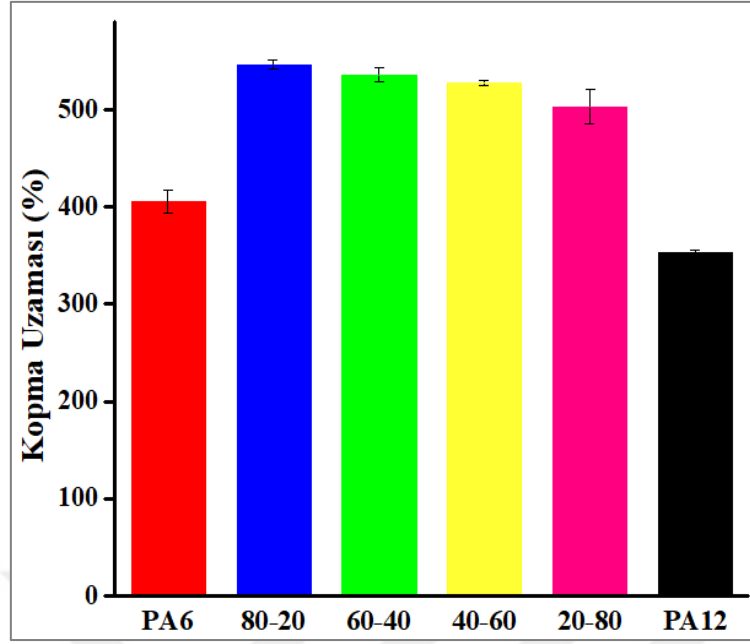
Şekil 5.2. PA6/PA12 karışımlarının çekme dayanımı değerleri

Şekil 5.3'te PA6/PA610 karışımların, Şekil 5.4'te de PA6/PA12 karışımlarının kopmada uzama sonuçları verilmiştir.



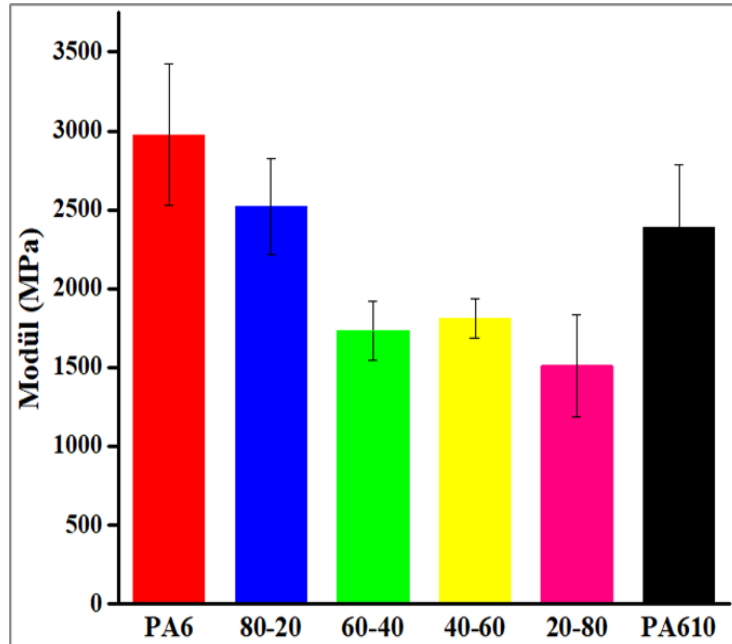
Şekil 5.3. PA6/PA610 karışımlarının kopma uzaması değerleri

Sonuçlar incelendiğinde tüm bileşimler, saf bileşenlerin sünek doğasını korumuştur. Karışımlarda PA610 içeriği arttıkça kopmada uzama değerlerin çok az düştüğü gözlenmiştir. %80PA610 ve %80PA12 içeren karışımlar diğer karışımlardan ve saf polimerlerden daha yüksek kopmada uzama değeri sergilemiştir. PA6 ile PA12 karışımlarında saf polimerlerden daha fazla kopmada uzama değerleri elde edildiği gözlenmiştir.

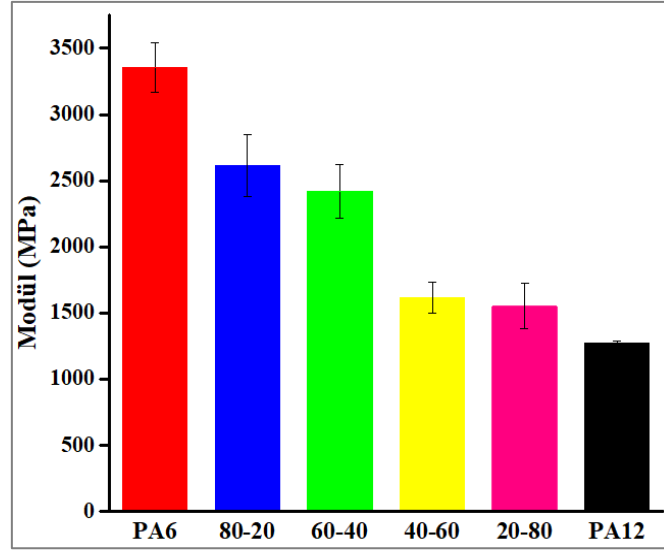


Şekil 5.4. PA6/PA12 karışımlarının kopma uzaması değerleri

Şekil 5.5'te PA6/PA610 karışımların, Şekil 5.6'da PA6/PA12 karışımlarının modül değerleri sonuçları verilmiştir. PA6/PA610 karışımlarında en yüksek modül değeri 80-20 bileşimli karışımda elde edilmiştir. PA6/PA12 karışımların modül değerleri saf PA12'den yüksektir.



Şekil 5.5. PA6/PA610 karışımlarının modül değerleri



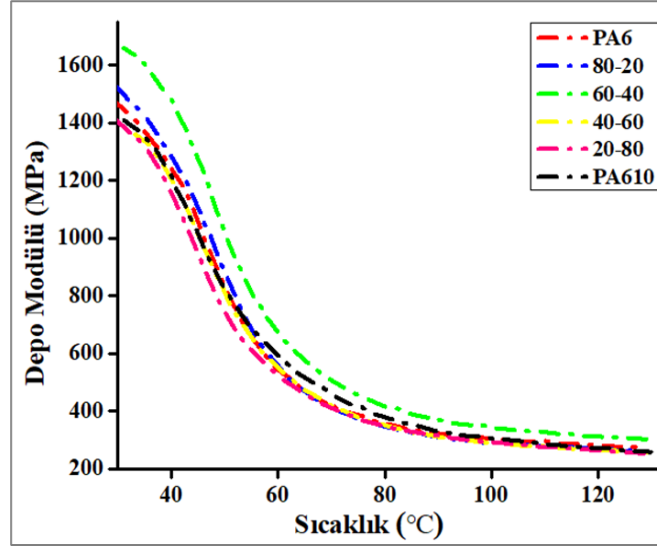
Şekil 5.6. PA6/PA12 karışımlarının modül değerleri

5.2.2. Dinamik Mekanik Analiz (DMA) Sonuçları

Saf poliamidlerin ve karışımların termo-mekanik özelliklerini incelemek için dinamik mekanik analiz yapılmıştır. DMA’da mekanik özellikler sıcaklığın bir fonksiyonu olarak ölçülmektedir. DMA’dan üç farklı sonuç elde edilir: depo modül, kayıp modül ve tan δ ’dır. Şekil 5.7 ve 5.8’de karışımların depolama modül değerlerinin sıcaklığa göre değişimi verilmiştir.

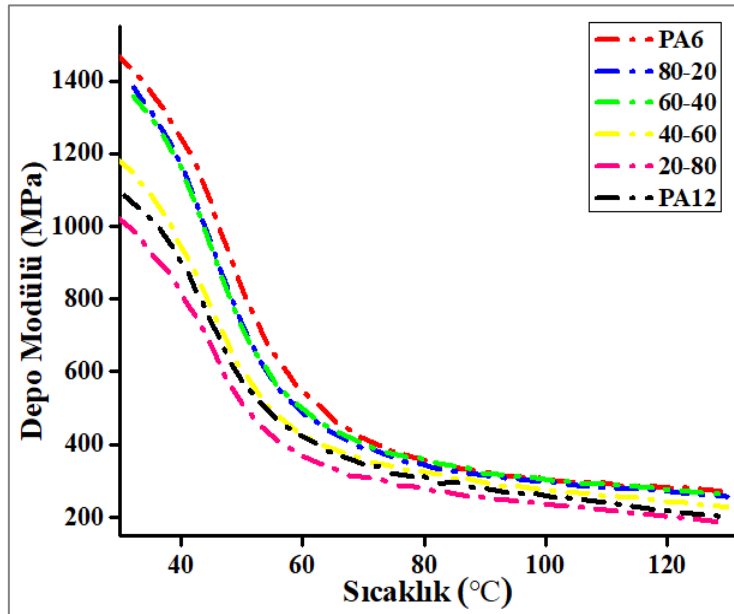
Dinamik mekanik analizde elde edilen depo modülü-sıcaklık eğrisi, malzemelerin yük taşıma kapasitesi hakkında bilgi verir. Şekil 5.7 ve 5.8’de görülebileceği gibi tüm örnekler camsı geçiş sıcaklığının altında yüksek depo modülü değerleri sergilemiştir. Tg’den itibaren depo modül değerleri azalmıştır.

Şekil 5.7’de saf PA6, saf PA610 ve PA6/PA610 karışımlarının sıcaklığın bir fonksiyonu olarak depo modülü değerlerinde meydana gelen değişimler gösterilmektedir. Sonuçlar incelendiğinde camsı bölgede (40 °C) saf PA6 1235 MPa modüle sahip iken saf PA610’un modülü 1171 MPa’dır. Saf PA6’ya %20 ve %40 PA610 eklendiğinde depo modülü belirgin şekilde artmıştır. Hem camsı hem kauçuğumsu bölgede en yüksek depo modülü değerini 60PA6/40PA610 örneği sergilemiştir. Bu durum PA6 ve PA610 karıştırılması ile enerji depolama yeteneği yüksek malzeme elde edildiğini göstermektedir. Benzer bir sonuç literatürde ağırlıkça 80-20 ve 40-60 PA410-PA610 karışımları için raporlanmıştır. (Moran ve diğ., 2016)



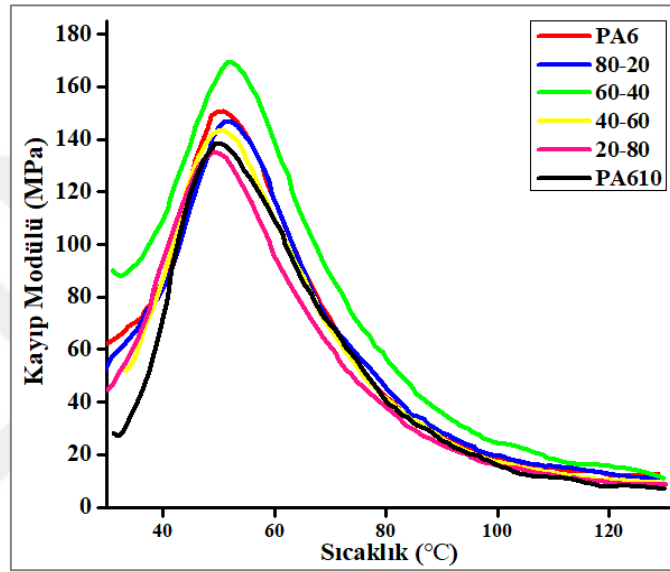
Şekil 5.7. PA6/PA610 karışımlarının depo modülü değerleri

Şekil 5.8’de PA6/PA12 karışımlarının depo modülü grafiği verilmiştir. Camsı bölgede (40 °C) saf PA12’nin depo modülü değeri 886 MPa’dır. Karışımlarda en yüksek depo modülü değerleri 80-20 ve 60-40 örneklerinde gözlemlenmiştir. Grafiğe göre karışımlarda PA12’nin içeriği artması ile depo modülü değerlerinde azalma gözlemlenmiştir. Karışımların depo modülü değerleri 20-80 örneği haricinde saf polimerlerin arasındaki depo modül değerleri sergilemiştir. 20-80 örneğinin depo modülü saf PA12’den de düşük çıkmıştır.

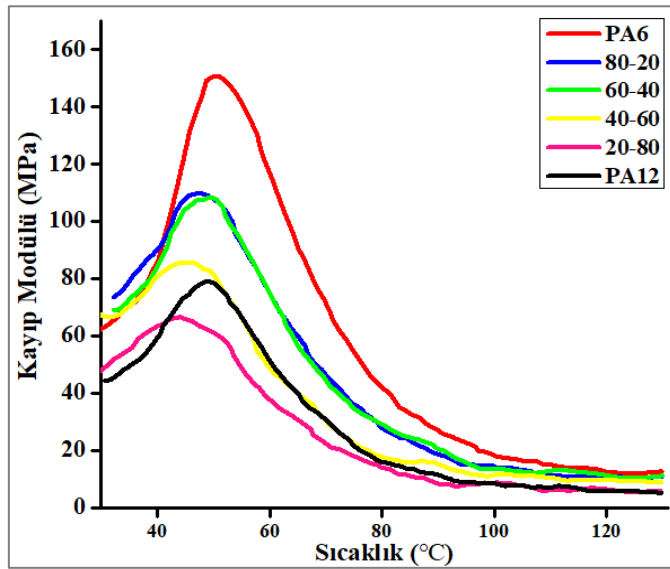


Şekil 5.8. PA6/PA12 karışımlarının depo modülü değerleri

Şekil 5.9 ve Şekil 5.10’da hazırlanan karışımların kayıp modülü değerleri verilmiştir. Grafikler incelendiğinde saf polimerlerin ve tüm karışımların tek pik yani tek bir Tg sergiledikleri görülmektedir. Buradan yola çıkarak PA6 ve PA610’un karışabilir özellikte oldukları söylenebilir. 60-40 karışımı en yüksek Tg ve kayıp modülü değerini sergilerken diğer karışımlar iki polimer arasında değerlere sahiptir. PA6/PA12 karışımlarında ise 20-80 bileşimi dışındaki tüm bileşimler saf polimerlerin Tg değerleri arasında değerler vermiştir.



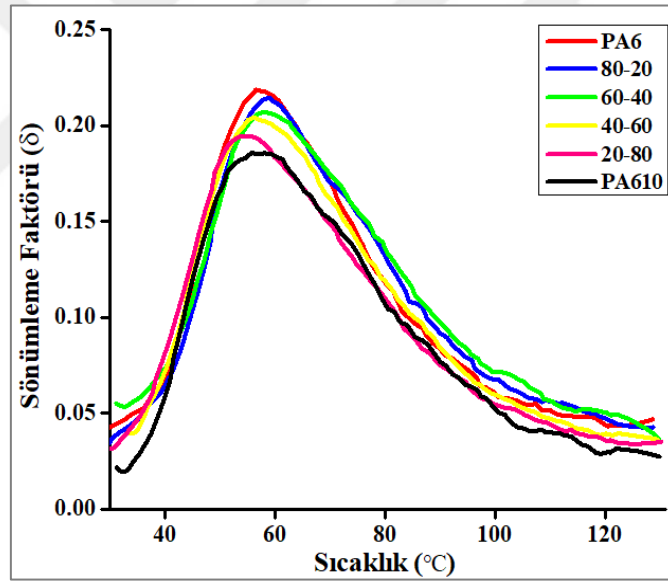
Şekil 5.9. PA6/PA610 karışımlarının kayıp modülü değerleri



Şekil 5.10. PA6/PA12 karışımlarının kayıp modülü değerleri

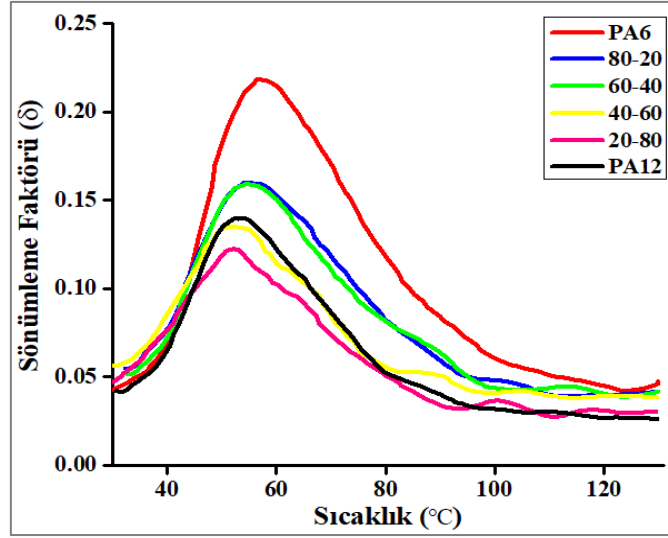
Kayıp modülünün depo modülüne oranı sönümleme faktörünü ($\tan \delta$) vermektedir. DMA’da sonucundan elde edilen $\tan \delta$ eğrilerinin pikleri malzemelerin camsı geçiş sıcaklıkları (T_g) hakkında bilgi vermektedir. Şekil 5.11’de saf polimerlerin ve karışımların sıcaklığın fonksiyonu olarak $\tan \delta$ değerleri verilmiştir.

Grafik incelendiğinde saf polimerlerin ve tüm karışımların tek pik yani tek bir T_g sergiledikleri görülmektedir. PA6 ve PA610 bir birilerine yakın T_g sergilemişler, karışımlar da iki polimer arasında seyretmiştir. Kayıp modülü eğrileri ile paralel şekilde en yüksek T_g ’yi 60-40 örneği sergilemiştir. PA6’a PA610 eklendikçe pik yükseklikleri giderek düştüğü görülmüştür. Pik yükseklikleri polimer zincirlerinin segmentel hareketliliğinden etkilenmektedir. Pik yüksekliklerinde gözlenen düşüş kristalinite artışı sonucu zincir hareketliliğinin kısıtlanmasına atfedilebilir. DSC sonuçları da bu durumu desteklemektedir.



Şekil 5.11. PA6/PA610 karışımlarının sönümleme faktörü değerleri

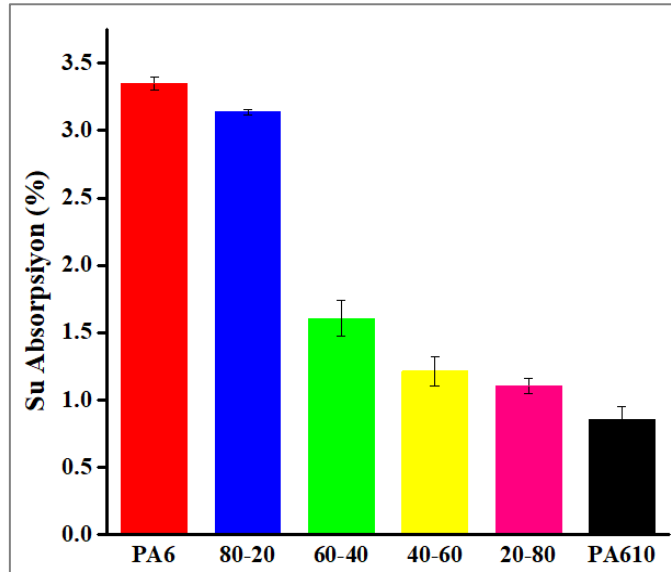
Saf PA6, PA12 ve PA6/PA12 karışımlarının $\tan \delta$ sonuçları Şekil 5.12’de verilmiştir. Şekilden görülebileceği gibi, PA6/PA12 karışımları PA6’ya PA12 ilavesi ile PA6’nın T_g değeri düşük sıcaklıklara doğru kaydığı görülmektedir. Bu düşük sıcaklıktaki T_g değerler saf PA12’nin camsı geçiş sıcaklığına yaklaştığını göstermektedir. Bu kayma PA6 ve PA12 molekülleri arasındaki etkileşimden kaynaklı olarak bu iki polimerin karışabilir özellik sergilediğini desteklemektedir.



Şekil 5.12. PA6/PA12 karışımlarının sönümlenme faktörü değerleri

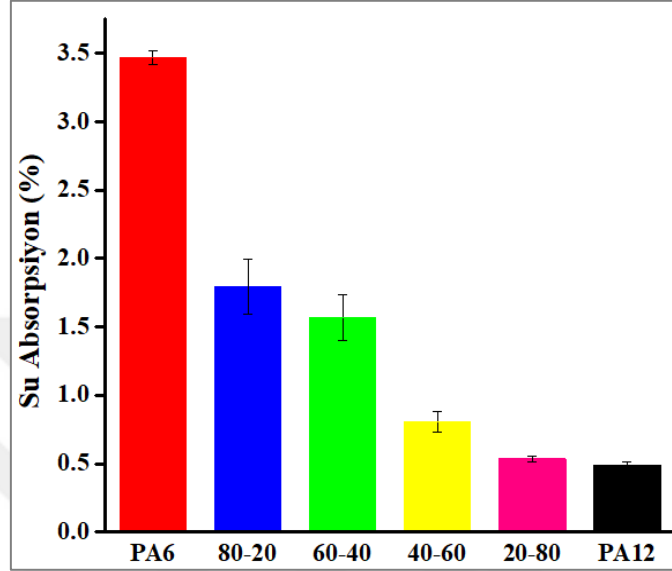
5.2.3. Su Absorpsiyon Analizi Sonuçları

PA6 ve PA610'dan üretilen karışımların su absorpsiyon özellikleri Şekil 5.13'te gösterilmiştir. Sonuçlara bakıldığında saf PA6'nın su absorpsiyon değeri %3,35 iken PA610'ın değeri %0,85'tir. Poliamidlerin $-CH_2$ grubunun uzunluğu su absorpsiyonu etkilemektedir. Bu özelliği sayesinde uzun zincirli PA610, kısa zincirli PA6'ya göre daha az su absorpsiyonu göstermektedir. Karışımlarda PA610 miktarının artması ile su absorpsiyon yüzdesinin azaldığı gözlemlenmiştir.



Şekil 5.13. PA6/PA610 karışımlarının su absorpsiyon değerleri

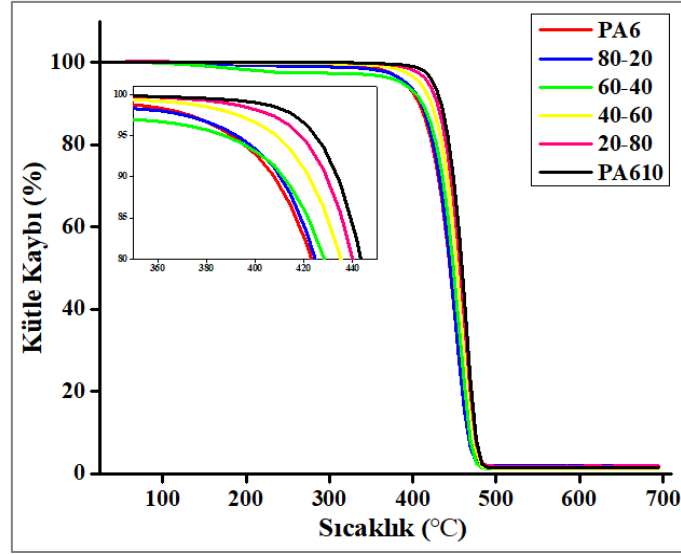
Şekil 5.14'te ise PA6/PA12 karışımlarının su absorpsiyonu değerleri gösterilmiştir. PA12, PA610'dan da daha az su absorpsiyon değerine sahiptir. Bu nedenle aynı bileşim oranlarında PA6/PA12 karışımları PA6/PA610 karışımlarından daha az su absorpsiyonu değeri göstermiştir.



Şekil 5.14. PA6/PA12 karışımlarının su absorpsiyon değerleri

5.2.4. Termogrametrik Analiz (TGA) Sonuçları

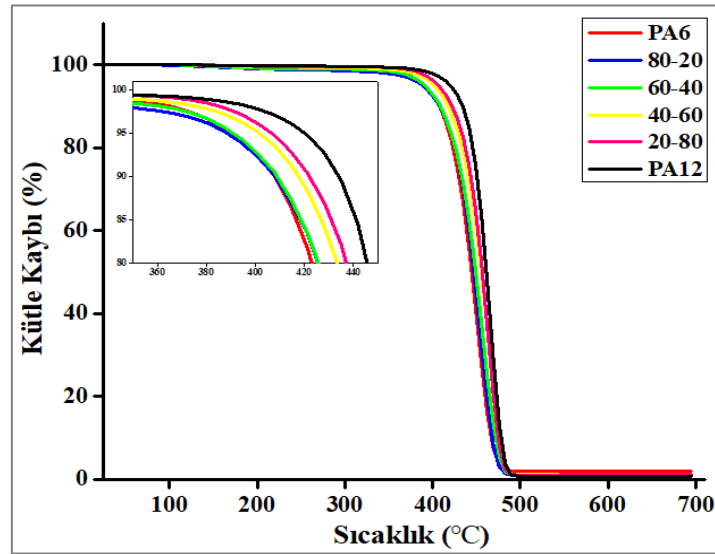
Saf polimerlerin ve karışımların ısı kararlılık özelliklerini incelemek için termogrametrik analiz gerçekleştirilmiştir. Karışımlar için kütle kaybı yüzdesi Şekil 5.15 ve 5.16'da, bozunma sıcaklıkları ise Tablo 5.1 ve 5.2'de verilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde tüm karışımlar tek basamaklı bozunma sergilediği görülmüştür. PA6'nın bozunması PA610'nun ilavesi ile yüksek sıcaklıklara kaydıği görülmüştür. PA610'nun bozunmasına bakıldığında, karışımdaki PA6'nın miktarı azaldıkça PA610'nun ısı kararlılığının arttığı gözlemlenmiştir. PA6/PA12 karışımları için de benzer sonuçlar elde edilmiştir. PA6/PA610 karışımları için maksimum bozunma sıcaklıkları 450,9 ve 461,2 °C, PA6/PA12 için ise 451,9 ve 462,2 °C arasında değişmektedir. Tüm örneklerin 700 °C'deki kalıntı miktarları ise bir birine yakın değerler elde edildiği sonuçlarda görülmektedir.



Şekil 5.15. PA6/PA610 karışımlarının TGA eğrileri

Tablo 5.1. PA6/PA610 karışımlarının TGA sonuçları

Örnek	T _{d5} (°C)	T _{d50} (°C)	T _{max} (°C)	Kalıntı _{700 °C} (%)
PA6	390,3	444,5	450,4	1,9
80-20	392,3	445,0	450,9	1,9
60-40	401,1	448,4	452,8	1,2
40-60	408,5	453,8	460,2	1,3
20-80	418,9	456,8	461,2	1,8
PA610	425,3	458,7	464,7	1,5



Şekil 5.16. PA6/PA12 karışımlarının TGA eğrileri

Tablo 5.2. PA6/PA12 karışımlarının TGA sonuçları

Örnek	T _{d5} (°C)	T _{d50} (°C)	T _{max} (°C)	Kalıntı ^{700°C} (%)
PA6	390,3	444,5	450,4	1,9
80-20	388,4	447,0	451,9	1,0
60-40	390,3	449,0	455,3	1,1
40-60	402,1	455,8	463,2	1,2
20-80	406,6	457,0	462,2	1,2
PA12	419,9	461,2	466,1	0,8

5.2.5. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Sonuçları

Farklı oranlardaki PA karışımlarının ısı özelliklerini incelemek amacıyla DSC analizi yapılmıştır. Saf polimerlerin ve karışımların erime sıcaklığı (T_m), kristalizasyon sıcaklığı (T_c) ve erime entalpileri (ΔH_f) ölçümler sonucu belirlenmiştir. Kristalinite değeri (% X_c) Denklem 4.2'ye göre hesaplanmıştır. Elde edilen sonuçlar Tablo 5.3 ve 5.4'te verilmiştir.

Tablo 5.3 incelendiğinde PA6 221,7 °C ve PA610 ise 224,1 °C erime sıcaklığı değeri sergilemiştir. Tüm karışımlarda bu iki sıcaklık aralığında homojen bir erimeyi temsil eden tek bir erime noktası gözlemlenmiştir. Buradan PA6 ve PA610'un karışabilir olduğu sonucuna varılabilir. (Moran ve diğ., 2016; Ruehle ve diğ., 2013; Shi, 2016) PA6 ve PA610 soğutma basamağında keskin ve dar bir kristalizasyon piki sergilemişlerdir. PA610'u kristalizasyon sıcaklığı PA6'ya göre 6 derece daha yüksektir. Bu da PA610 daha erken kristallenmeye başladığını göstermektedir. Karışımlarda da artan PA610 miktarı ile T_c değeri artmıştır. Bu durum PA610'un çekirdeklendirici etkisinden kaynaklanmaktadır.

Tablo 5.3. PA6/PA610 karışımlarının DSC sonuçları

Örnek	T _m (°C)	ΔH (J/g)	T _c (°C)
PA6	221,7	46,6	180,4
80-20	220,6	45,4	179,4
60-40	221,7	41,4	180,5
40-60	223,3	38,8	183,2
20-80	223,7	37,5	183,9
PA610	224,1	44,7	186,0

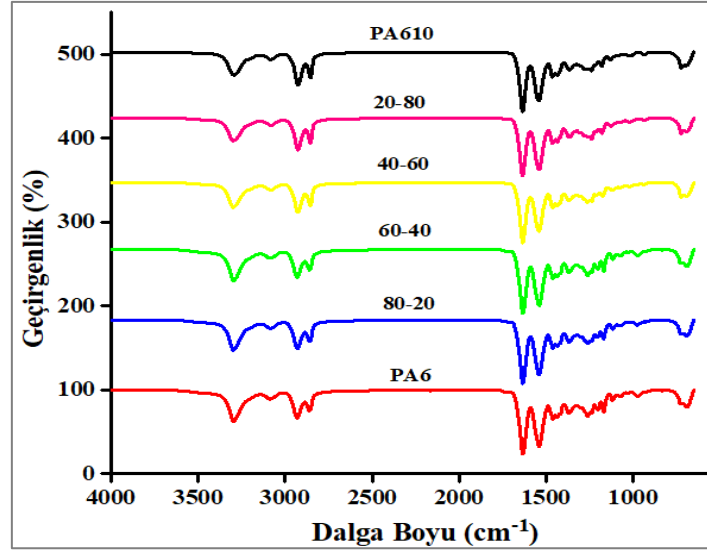
Tablo 5.4'te PA6/PA12 karışımlarının DSC sonuçları özetlenmiştir. Sonuçlarda görülebileceği gibi PA12, PA6'dan daha düşük bir erime sıcaklığına sahiptir. Saf PA6'nın erime sıcaklığı 221,7°C iken, saf PA12 için bu değer 178,4°C'dir. Farklı oranlardaki PA6/PA12 karışımlarını ise saf polimerlerle yakın iki tane erime ve kristalizasyon sıcaklıkları sergileyerek, karışımların karışmazlığı hakkında bilgi vermektedir. Karışımlara karşılık gelen erime ve kristalizasyon sıcaklıkları hemen-hemen değişmeden aynı kalmıştır.(Salmoria ve diğ., 2007)

Tablo 5.4. PA6/PA12 karışımlarının DSC sonuçları

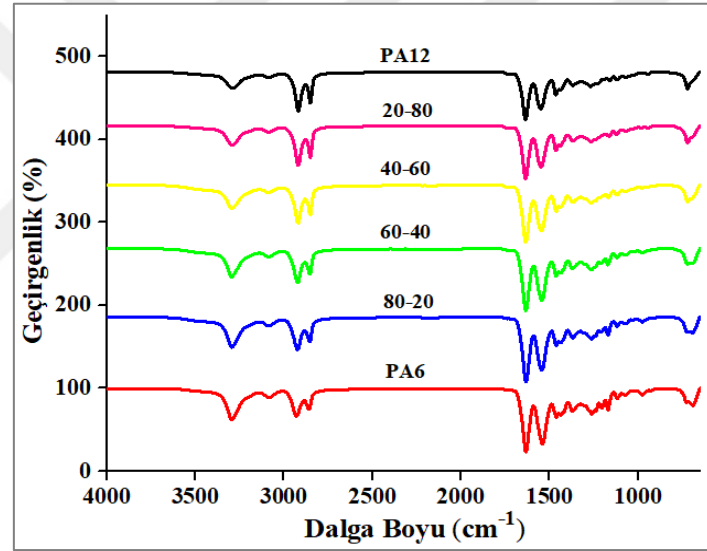
Örnek	T _{m1} (°C)	T _{m2} (°C)	ΔH ₁ (J/g)	ΔH ₂ (J/g)	T _{c1} (°C)	T _{c2} (°C)	X _{c(PA6)} (%)	X _{c(PA12)} (%)
PA6	221,7	—	46,6	—	180,4	—	20,3	—
80-20	221,6	177,9	38,7	10,1	179,5	149,7	28,0	24,2
60-40	221,5	178,3	31,8	14,5	179,6	149,4	23,0	17,3
40-60	220,5	178,2	21,0	30,3	180,9	146,9	22,8	24,2
20-80	221,6	178,8	2,5	41,9	181,1	147,8	5,4	25,0
PA12	—	178,4	—	54,1	—	148,1	—	25,8

5.2.6. Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektropisi (FTIR) Sonuçları

Tez çalışmasında kullanılan farklı poliamid çeşitlerinin ve hazırlanan karışımların kimyasal yapıları FTIR kullanılarak analiz edilmiştir. Şekil 5.17 ve 5.18'de saf polimerlerin ve karışımlarının FTIR spektrumları verilmiştir. 676 cm⁻¹, 964 cm⁻¹, 1369 cm⁻¹, 1461 cm⁻¹, 2858 cm⁻¹, 2929 cm⁻¹'deki pikler, -C-H grubunun çeşitli absorpsiyonlarını göstermiştir. -COOH'de C-N germe titreşimleri için 1112 cm⁻¹ ve 1166 cm⁻¹, C=O için 1625 cm⁻¹ ve N-H titreşimi için 3284 cm⁻¹ 'de bulunan pikler PA'ların fonksiyonel gruplarının karakteristik pikleridir. (James, 1998; Pagacz ve diğ., 2016) FTIR spektrumları incelendiğinde polimerler arasında kimyasal bir etkileşimin olmadığı görülmüştür.



Şekil 5.17. PA6/PA610 karışımlarının FTIR spektrumları



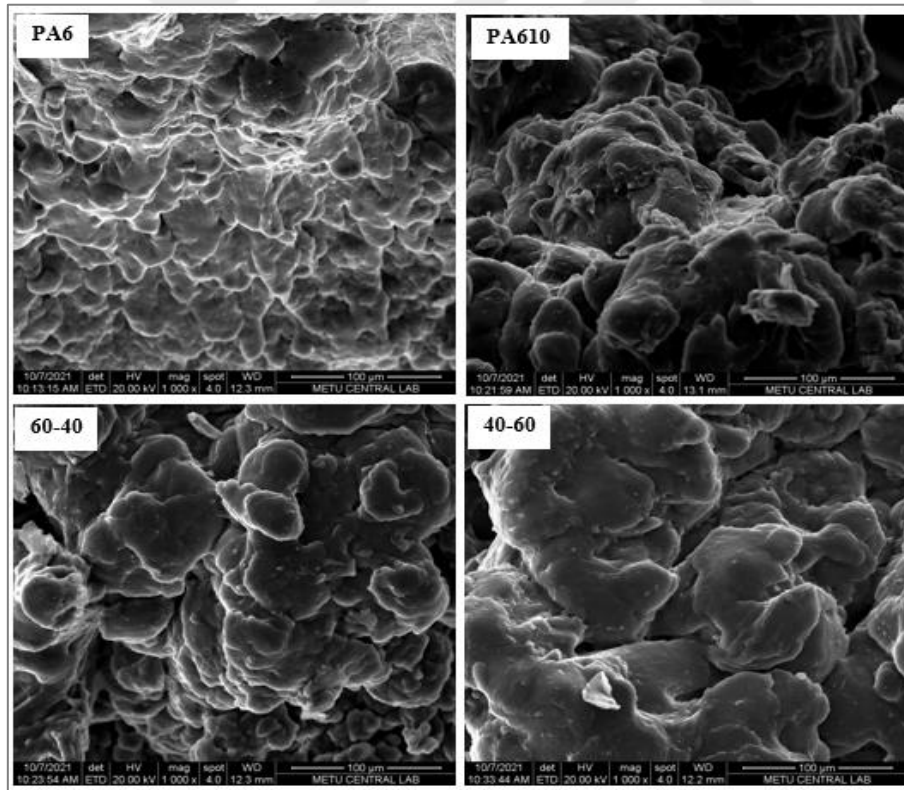
Şekil 5.18. PA6/PA12 karışımlarının FTIR spektrumları

5.2.7. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Sonuçları

Saf PA6, PA610, PA12 ve karışımlarının çekme testi sonucunda kırılmış yüzeylerinin taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile analizi yapılmıştır. Şekil 5.19 ve 5.20’de örneklerin kırılma yüzeylerinin morfolojisi x1000 büyütme oranında verilmiştir. Saf polimerlere ait görüntülerde nispeten pürüzlü bir morfoloji açıkça görülmektedir. Bu morfoloji, sünek polimerlerin tipik kırılmasına karşılık gelmektedir. Bu kırılma morfolojisi, yüksek plastik deformasyonunu temsil eden yüksek kopma uzaması ile saf polimerlerin önceki mekanik karakterizasyon sonuçlarını desteklemektedir. Poliamidler

genellikle kırılmadan sonra bu tip pürüzlü yüzey yapılarına sahiptir ve bu da malzemenin iyi teknik özelliklerini doğrulamaktadır.(Marset ve diğ., 2020)

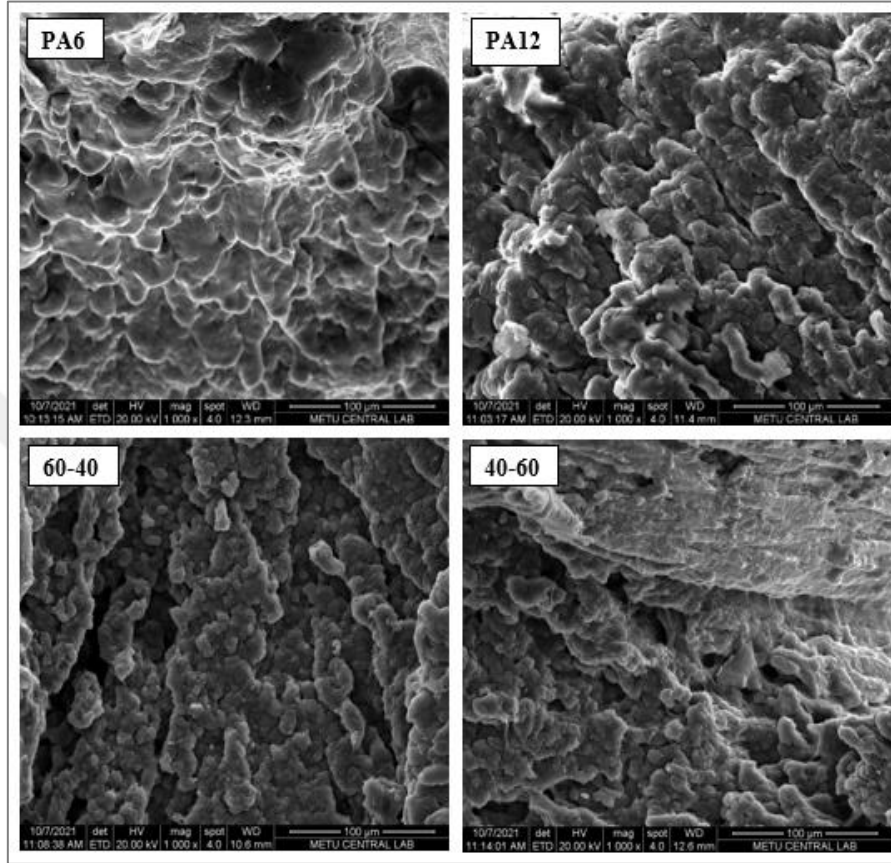
Karışımların sonuçları incelendiğinde her iki karışım için belirgin bir faz ayrımı olmadığı görülmektedir. Karışım içinde az olan fazın belirgin kenarları yoktur. Bu tarz bir morfoloji, polimerlerin iyi karışabilirliğinin bir göstergesidir. Karışamayan polimerlerde, arayüzler arasında stres transferinin gerçekleşmesini engelleyen ayrı fazlar olacaktır. Ara yüzün doğasına bağlı olarak, bu potansiyel olarak düşük mekanik özelliklerle sonuçlanabilir. (Zeng ve diğ., 2002) PA6/PA610 karışımları incelendiğinde 60/40 oranındaki karışımda 40/60'a göre polimer fazlarının daha küçük boyutlarda dağıldığı görülmektedir. Ana fazın PA610 olduğu durumda dağılan faz boyutunu büyüdüğü ve faz ayrımlarının nispeten daha belirgin olduğu söylenebilir. Mekanik özellik sonuçları da bu durumu desteklemektedir. Karışım içinde PA610 miktarı arttıkça çekme dayanımı ve kopma uzamasında morfolojiye bağlı olarak bir miktar düşüş gözlemlenmiştir.



Şekil 5.19. PA6/PA610 karışımlarının SEM mikrografi (x1000)

PA6/PA12 karışımlarında ise dağılan faz boyutunun daha da küçük olduğu görülmektedir. Her iki karışım oranında da uyumluluğun iyi seviyede olduğu söylenebilir.

Özellikle 60-40 oranındaki karışımda polimer fazların küçük boyutlarda dağılarak deniz-ada morfolojisi sergilediği görülmektedir. Bu durum 60-40 oranındaki karışımın saf polimerlere göre daha yüksek çekme dayanımı göstermesi ile desteklenmektedir.

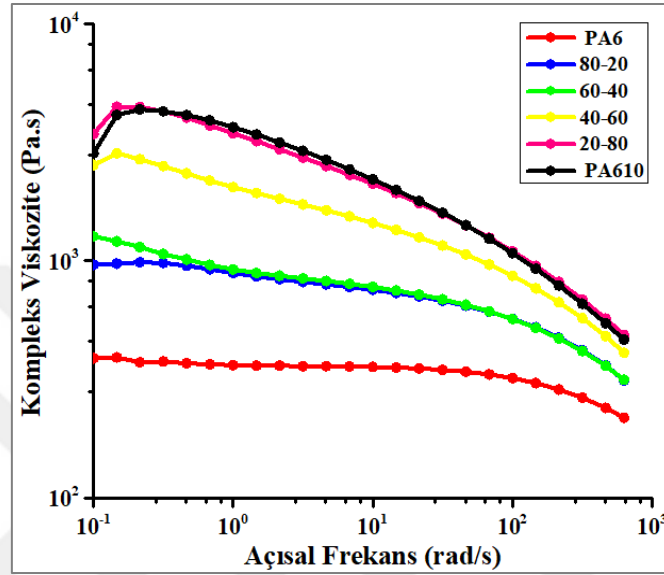


Şekil 5.20. PA6/PA12 karışımlarının SEM mikrografı (x1000)

5.2.8. Reoloji Analiz Sonuçları

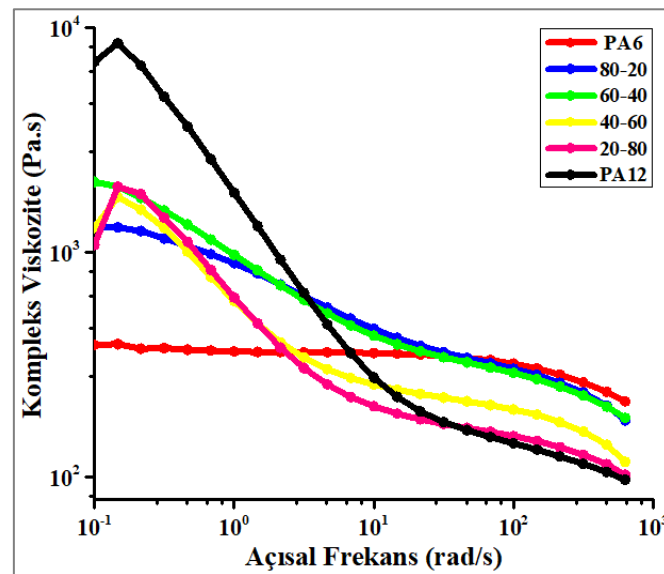
PA karışımlarının eriyik özelliklerini incelemek için reoloji analizi yapılmıştır. Reoloji analizi sonucu elde edilen kompleks viskozite, Şekil 5.21 ve 5.22’de açısal frekansın fonksiyonu olarak verilmiştir. Genel olarak iki PA karışım eriyikleri de Newtonian olmayan davranış gösterdiğinden, viskozite frekansla azalmaktadır. Saf PA6, PA610 ve karışımlara ait reoloji analizleri neticesinde elde edilen açısal frekansa karşı kompleks viskozite, Şekil 5.21’de gösterilmektedir. PA6 düşük frekanslarda Newtonian bir davranış gösterirken, yüksek frekansta Newtonian olmayan davranış sergilemiştir. PA6 ve PA610’na ait kompleks viskozite-açısal frekans sonuçlarına göre tüm frekans aralığında PA610’nun kompleks viskozite değerleri PA6’ ya göre oldukça yüksektir. Diğer yandan

PA610 oldukça belirgin bir kayma incelmesi davranışı sergilemektedir. Analiz yapılan frekans aralığında en düşük kompleks viskozite değerleri saf PA6'ya, en yüksek kompleks viskozite değeri ise saf PA610'a aittir. PA6/PA610 karışımları ise saf PA6 ve saf PA610 arasında değerlere sahiptir. Artan PA610 oranı ile kompleks viskozite değerleri artış göstermektedir. (Arsad ve diğ., 2010)



Şekil 5.21. PA6/PA610 karışımlarının kompleks viskozite değerleri

Saf PA6, PA12 ve bu iki polimer karışımlarının reoloji analizinin kompleks viskozite sonucu Şekil 5.22'te verilmiştir.



Şekil 5.22. PA6/PA12 karışımlarının kompleks viskozite değerleri

PA12 tüm frekanslarda Newtonian olmayan bir davranış sergilemiştir. Burada da PA12'nin kompleks viskozite değerleri PA6' ya göre oldukça yüksektir. Fakat frekansın artmasıyla PA12'nin kompleks viskozite değeri PA6'nın değerinin altına düşmüştür. PA12, PA6'ya göre oldukça belirgin bir kayma incelmesi davranışı sergilemektedir. PA6/PA12 karışımlarının kompleks viskozite değerleri ise PA6/PA610 karışımları gibi benzer sonuç sergileyerek saf polimerlerin arasında değerlere sahiptir. Artan PA12 oranı ile kompleks viskozite değerleri artış göstermektedir ancak frekansların artmasıyla kompleks viskozitenin azaldığı da sonuçlardan görülmektedir. (Arboleda-Clemente ve diğ., 2017)

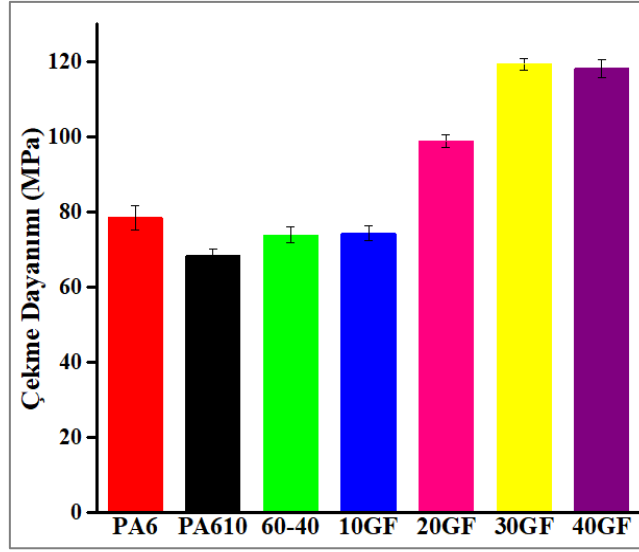
5.2. GF Takviyeli PA Kompozitlerinin Karakterizasyonu

5.2.1. Çekme Testi Sonuçları

PA karışımlarına eklenen GF'in mekanik özellikleri üzerine etkisini incelemek amacıyla çekme testi yapılmış ve kompozitlerin çekme sonuçları Şekil 5.23-5.24'te verilmiştir. Şekil 5.23 ve 5.24'te PA6/PA610 ve PA6/PA12 kompozitlerine ait çekme dayanımı sonuçları verilmektedir. Hazırlanan kompozit örneklerin çekme test sonuçları incelendiğinde genel olarak takviye malzemesi olan GF miktarının artması ile doğru orantılı olarak çekme dayanımının arttığı gözlemlenmiştir. Artan elyaf oranı ile matris malzemesi üzerine gelen gerilimi daha kolay bir şekilde ve daha fazla miktardaki takviye malzemesine iletir.

PA6/P610'a ağırlıkça %10-20-30 GF eklenmesi, çekme dayanımında %32 ila %61'lik bir artış göstermiştir. Bu artışlar, GF takviyeli kompozitler için beklenmektedir. (Nuruzzaman ve diğ., 2019, 2016; Unal ve Mimaroglu, 2012) Matrise GF ilave edildiğinde artan yüzde oranlarında çekme dayanımında artışlar meydana gelirken %40 yüklemede bu değer düşmüştür. Bu bileşimde, GF'nin polimer matrisi içinde belirli bir yerde toplanarak dağılımı etkilediği düşünülmektedir.

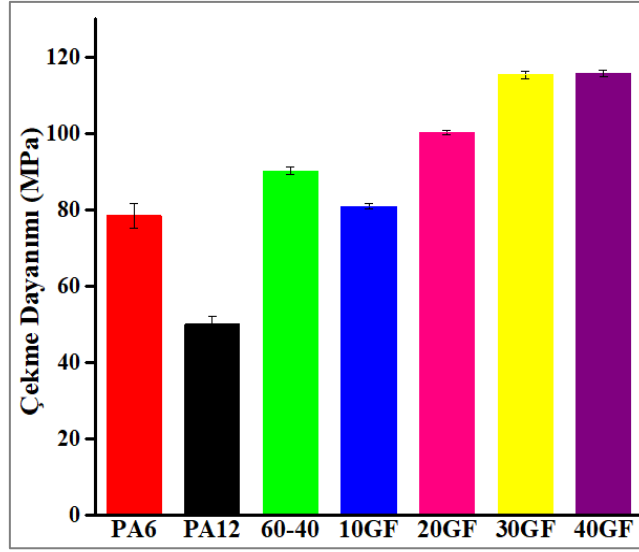
Takviyesiz poliamidlerin çekme dayanımları karşılaştırıldığında zincir kararlılığı en yüksek olan PA6 en yüksek çekme dayanımı değerine sahip iken PA610 nispeten daha düşük dayanım değerine sahiptir. Ayrıca kullanılan GF üzerindeki silan kaplamanın poliamidler ile uyumlu olmasının arayüzey etkileşimini etkilediği düşünülmektedir. En yüksek çekme dayanımı değeri ağırlıkça %30 GF içeren 60-40 PA6/PA610 kompozitinde 119.3 MPa olarak belirlenmiştir.



Şekil 5.23. PA6/PA610/GF kompozitlerinin çekme dayanımı sonuçları

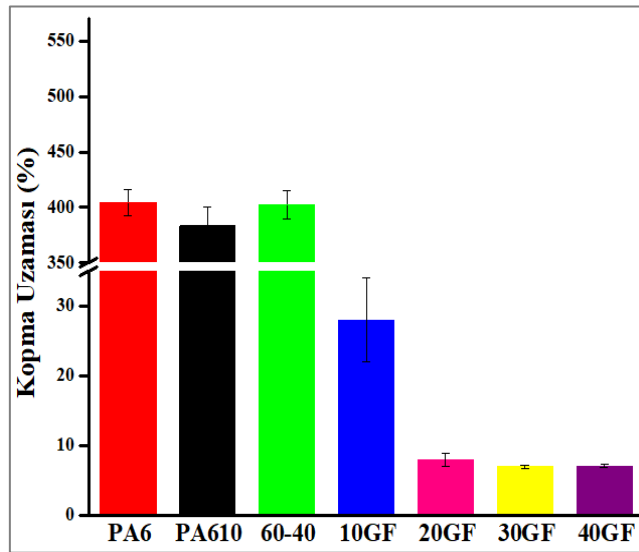
Şekil 5.24 incelendiğinde 60-40 PA6/PA12 matrisinin çekme dayanımının GF eklenmesi ile arttığı görülmektedir. PA6/PA610 karışımlarında da aynı durum söz konusudur. Kompozitlerin çekme dayanımı elyaf-matris arayüzey etkileşiminden etkilenmektedir. Elyaf ile matris arasında iyi bir arayüzey etkileşmesi olması durumunda matris uygulanan çekme kuvvetini elyafa aktarır ve böylece kompozitin çekme kuvvetine olan direnci artar. Etkileşimin zayıf olduğu durumda ise elyaf matrise tam tutunamadığından, çekme esnasında elyaf matristen sıyrılarak ayrılır ve takviye görevini yerine getiremez (Lingesh ve diğ., 2014). Ağırlıkça %30 GF yüklemede en yüksek çekme dayanım değerine ulaşılmıştır. Ana matris ile kıyasla GF takviyesi ile %27,9 kadar artış gözlenmiştir. Karışıma ağırlıkça %40 cam elyafın eklenmesi, kompozitlerin çekme dayanımında azalma meydana gelmiştir. Bu azalmanın nedeni de PA6/PA610 karışımlarındaki gibi matris içindeki GF topaklanmasının (aglomerasyon) etkisi olarak açıklanabilir.

GF takviyeli PA6/PA610 ve PA6/PA12 kompozitleri karşılaştırıldığında en yüksek çekme dayanımı değerleri iki karışım için de %30 GF yüklemede elde edilmiştir ve bu değerler sırasıyla 119,3MPa ve 115,4 MPa'dır.

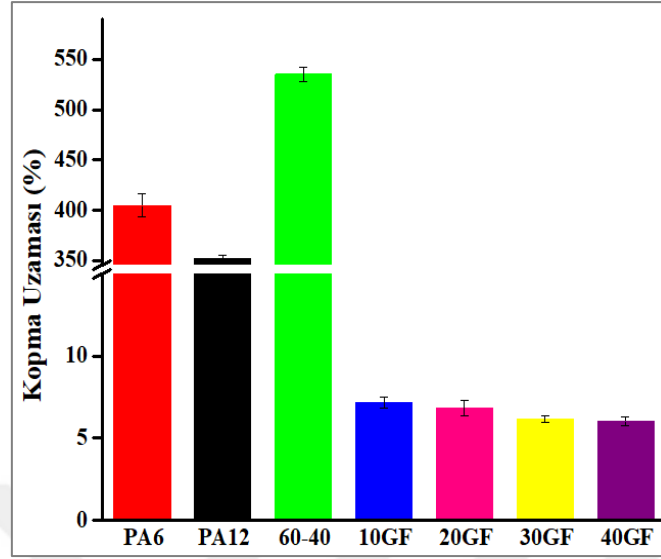


Şekil 5.24. PA6/PA12/GF kompozitlerinin çekme dayanımı sonuçları

GF takviyesinin PA6/PA610 ve PA6/PA12 kompozitlerinin kopma uzaması üzerine etkisi incelenmiş ve elde edilen sonuçlar Şekil 5.25 ve 5.26’da verilmiştir. GF ilavesi ile PA matrisli kompozitlerin kopma uzaması değerleri azalmıştır. Matrisin kopma uzaması değeri PA6/PA610 için %402,3 ve PA6/PA12 için 535,2 iken, GF yüklemesi ile bu değerler %7,0 ve %6,0’ye kadar azalmıştır. Kopma uzamasındaki bu azalma, GF’in polimerin makromoleküler zincirlerinin hareketinin sınırlandırması, polimer zincirlerinin hareketlerini kısıtlaması ve dolayısıyla malzemenin daha kırılğan hale gelmesinden kaynaklanmaktadır. (Turkmen ve diğ., 2017)

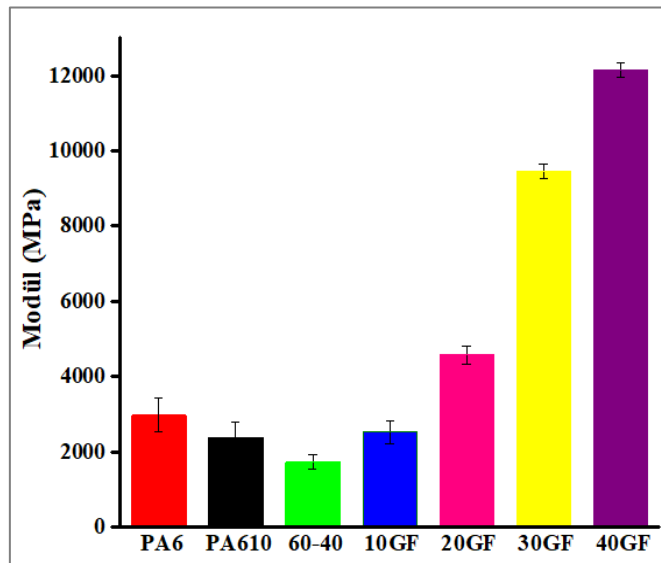


Şekil 5.25. PA6/PA610/GF kompozitlerinin kopma uzaması değerleri



Şekil 5.26. PA6/PA12/GF kompozitlerinin kopma uzaması değerleri

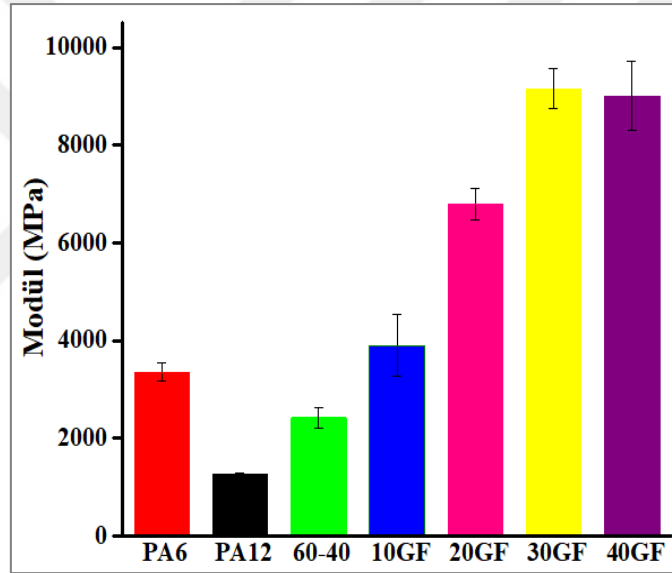
GF takviyesinin PA6/PA610 ve PA6/PA12 kompozitlerinin modül değeri üzerine etkisi incelenmiş ve elde edilen sonuçlar Şekil 5.27 ve 5.28’de verilmiştir. Farklı oranda GF eklenen PA6/PA610 kompozitlerinin çekme testi sonucundan elde edilen modül değerleri Şekil 5.27’de verilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde, üretilen kompozitlerin çekme modül değerleri takviye malzeme miktarının artması ile doğru orantılı olarak arttığı görülmektedir. Ağırlıkça %30 ve %40 GF içeren kompozitlerin çekme modül değerlerinde belirgin artış gözlemlenmiştir.



Şekil 5.27. PA6/PA610/GF kompozitlerinin modül değerleri

Şekil 5.28’de farklı oranlarda GF eklendiği durumdaki PA6/PA12 kompozitlerinin modül değerleri görülmektedir. Çekme modül değerleri takviye malzeme miktarının artması ile doğrusal şekilde arttığı gözlemlenmiştir. En yüksek modül değerleri %30 ve %40 GF yükleme oranında 9153,1 MPa olarak gözlemlenmiştir. Bu da matris modülü ile kıyaslandığında, %278,2 kadar artış gösterdiği görülmektedir.

İki farklı PA karışımlara eklenen GF takviyesinin kompozitlerin modül değerleri üzerine etkisi karşılaştırıldığında PA6/PA610 matrisine eklenen GF modül değerlerini daha da büyük ölçüde etkilediği görülmektedir. Örneğin, PA6/PA610 matrisine eklenen GF %58,2 ila %601,8 kadar modül artışı sergilemiştir. Bu durum PA/PA12 karışımı için %60,9 ila %278,2 arasında değişen oranlarda bir artış sağladığı kaydedilmiştir.



Şekil 5.28. PA6/PA12/GF kompozitlerinin modül değerleri

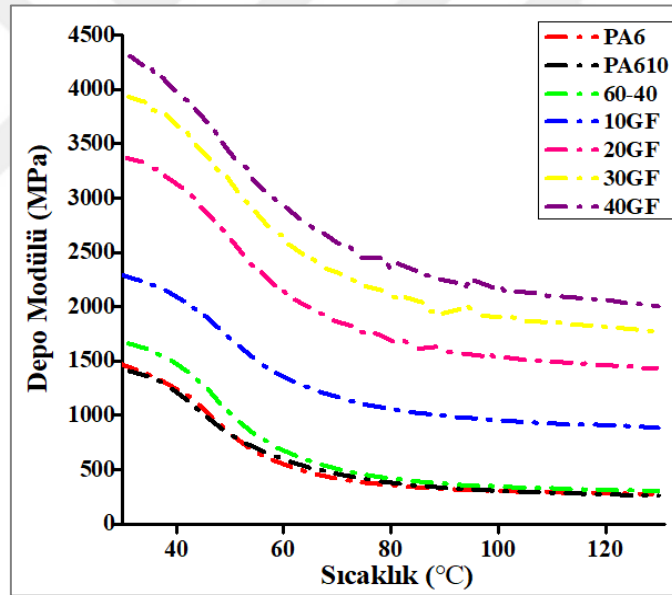
5.2.2. Dinamik Mekanik Analiz (DMA) Sonuçları

GF takviyeli PA kompozitlerin termo-mekanik özelliklerini incelemek amacıyla dinamik mekanik analiz yapılmıştır. DMA’da GF’in PA kompozitlerinin depo modülü, kayıp modülü ve sönümleme faktörü üzerine etkisi incelenmiştir. PA6/PA610 ve PA6/PA12 kompozitlerinin depo modülü değerleri sıcaklığın fonksiyonu olarak değişimi Şekil 5.29 ve 5.30’da verilmiştir.

Bütün örnekler camısı geçiş sıcaklığı altında yüksek depo modülü değeri göstermiştir. Bunun nedeni bu sıcaklık aralığında (25-40 °C) kompozitlerin camısı halde olması ve

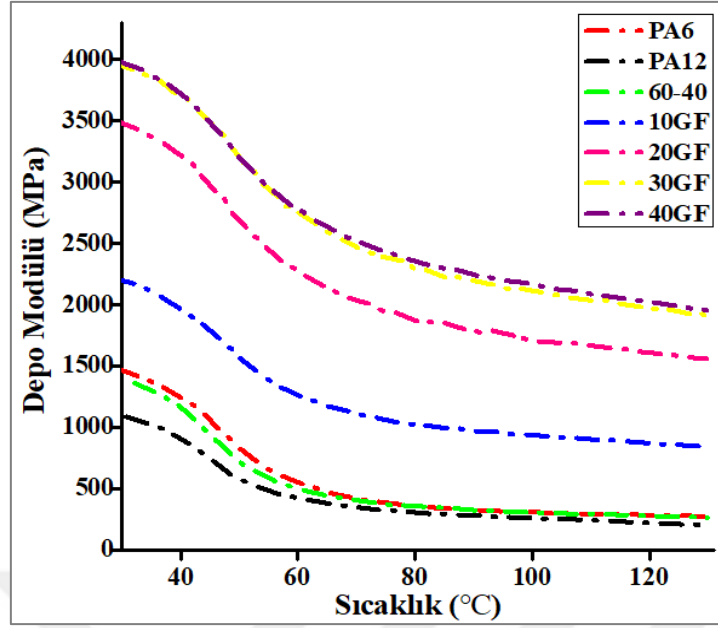
zincirlerin çoğunun donmuş, hareketsiz olmasındandır. 40-100 °C sıcaklık aralığında camı-kauçugumsu geçişi, serbest hacimdeki polimer zincirlerinin hareketinden kaynaklanan kompozitlerin depo modülünde bir düşüş meydana gelmiştir. 100 °C'den sonraki kauçugumsu bölgede kompozitlerin depo modülündeki düşüş devam etmiştir. (Nuruzzaman ve diğ., 2016)

Şekil 5.29'da PA6/PA610/GF kompozitine ait olan depo modülü grafiği verilmiştir. Şekilde görülebileceği gibi, karışımın depo modülü değeri saf PA6 ve PA610'dan daha yüksek olduğu görülmektedir. Genel olarak PA6/PA610 karışımlarının depo modülü GF eklenmesi ile belirgin bir artış sergilemiştir. GF ilavesinin 60-40 PA6/PA610 matrisinin depo modülünü yaklaşık 2,5 kat artırdığı görülmektedir. Bu artışın nedeni rijit bir malzemenin yapıya eklenmesi ile kompozitin sertliğinin artmasıdır. (Essabir ve diğ., 2018)



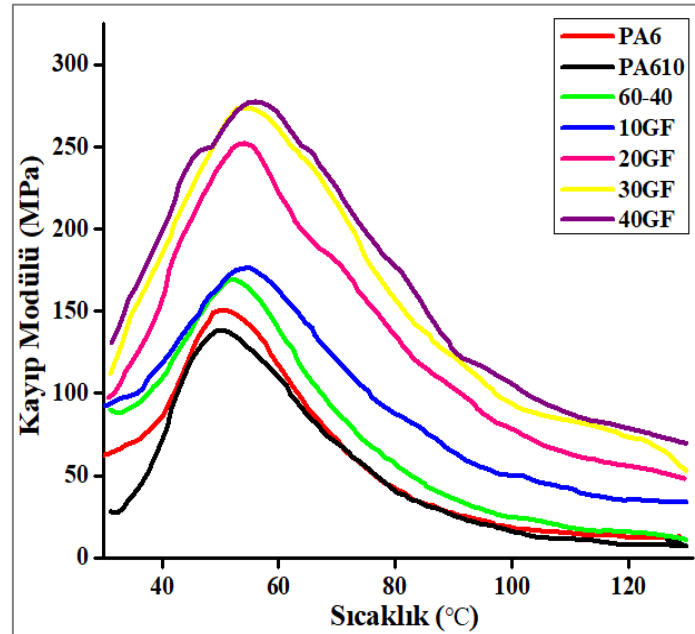
Şekil 5.29. PA6/PA610 kompozitlerinin depo modülü değerleri

Şekil 5.30'da PA6/PA12/GF kompozitlerinin depo modülü değerleri verilmiştir. PA6/PA610/GF kompozitlerinde olduğu gibi matrise eklenen GF kompozitlerin depo modül değerleri artırmıştır. Ancak diğer PA kompozitten farklı olarak %40GF yüklemesinde depo modülü değerinde belirgin bir artış sağlamamıştır. Bunun sebebi de GF'in yüksek oranda yüklenmesinde matris içerisinde topaklaşmalar nedeniyle özelliklerinde iyileşme olmadığı ile açıklanabilir.

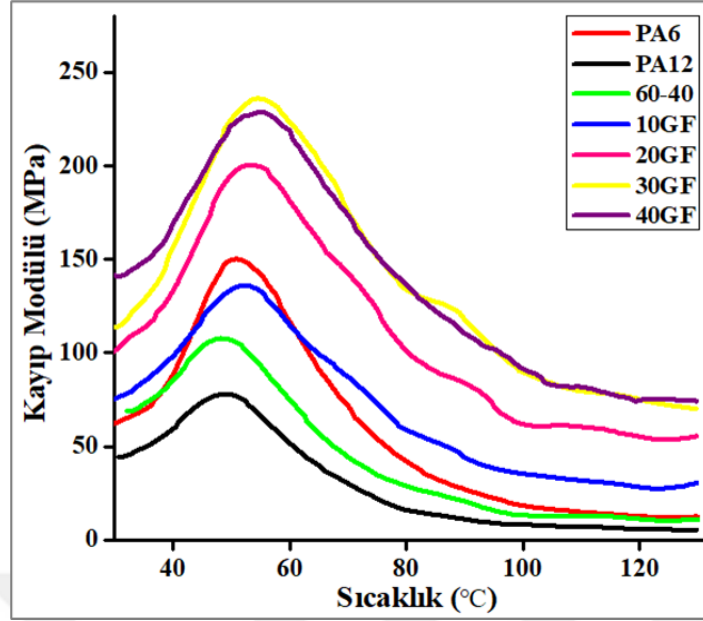


Şekil 5.30. PA6/PA12 kompozitlerinin depo modülü değerleri

Şekil 5.31 ve 5.32’de GF takviyeli PA6/PA610 ve PA6/PA12 kompozitlerin sıcaklığın fonksiyonu olarak kayıp modülü değerleri verilmiştir. Kompozitlerin artan GF içeriği ile kademeli olarak artmıştır. Bu artışın nedeni de elyaf ilavesinin polimer zincirlerinin hareketinin kısıtlamasından kaynaklanmaktadır. (Liu ve diğ., 2016)



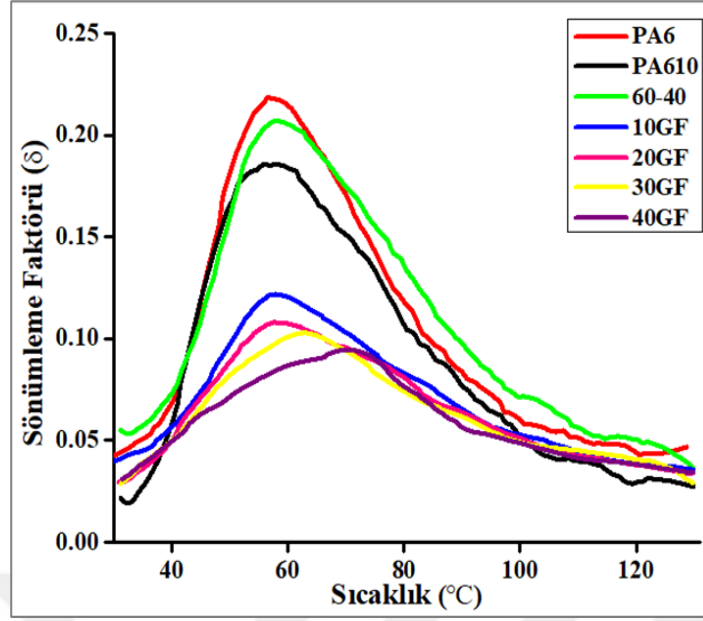
Şekil 5.31. PA6/PA610 kompozitlerinin kayıp modül değerleri



Şekil 5.32. PA6/PA12 kompozitlerinin kayıp modül değerleri

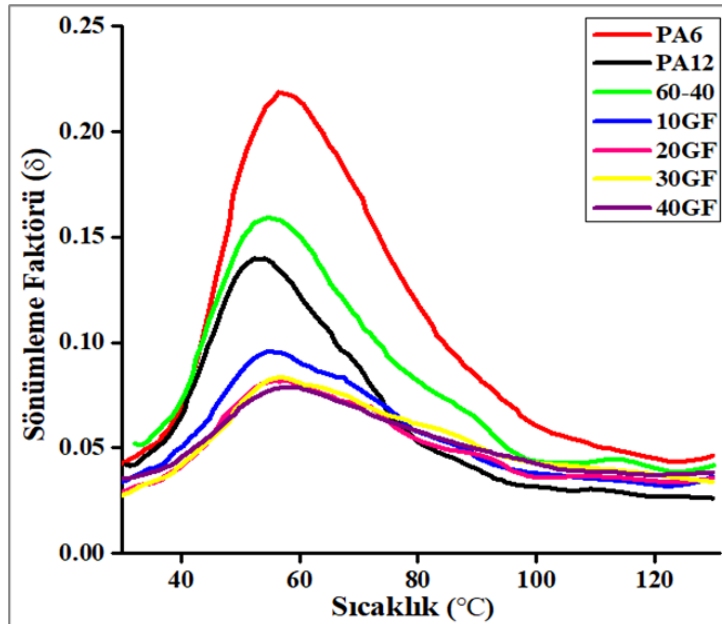
Kayıp modülünün depo modülüne oranı sönümlleme faktörü veya $\tan \delta$ olarak ölçülür. Camsı geçiş sıcaklığı, $\tan \delta$ eğrisinin tepe değerine karşılık gelir; bu, malzeme davranışının camsı halden kauçuğumsu hale değiştiği anlamına gelmektedir. Kompozit bir sisteme elyaf eklendiği zaman $\tan \delta$ değeri de etkilenir. Şekil 5.33 ve 5.34’de, farklı oranlarda GF ilavesi durumdaki PA kompozitlerinin $\tan \delta$ üzerindeki etkisinin sonuçları verilmiştir.

Şekil 5.33’te PA6/PA610 kompozitlerinin $\tan \delta$ sonuçları görülmektedir. $\tan \delta$ değerlerinin artan sıcaklığa bağlı değişimi analiz edilmiştir. 60-40 PA6/PA610 matrisine elyaf eklenmesi polimer moleküllerinin hareketini kısıtlayarak $\tan \delta$ tepe yüksekliğini azaltmıştır. Ağırlıkça %40GF yüklemeinde, T_g değeri, bir takviye maddesi olarak elyafın etkinliğini, yani yüksek elyaf-matris etkileşimini ortaya koyan pozitif bir kayma göstermiştir. Bu elde edilen sonuç E' sonucu ile de desteklenmektedir. Bununla birlikte, elyaf eklenmesi $\tan \delta$ pikinin büyüklüğünü ve sıcaklığını da etkilemektedir. PA6/PA610/GF kompozit sistemine eklenen GF miktarının artması ile T_g sıcaklıklarında artış gözlemlenmiştir. T_g ’nin daha yüksek sıcaklıklara kayması, elyaf eklenmesiyle zincirlerin hareketliliğinin azalmasıyla ilişkilendirilebilir.



Şekil 5.33. PA6/PA610/GF kompozitlerinin sönümlenme faktörü değerleri

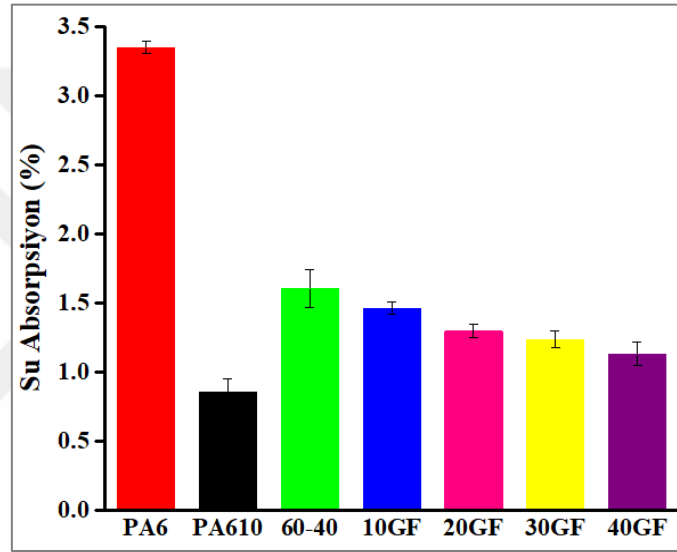
Şekil 5.34'te PA6/PA12 kompozitlerinin $\tan \delta$ sonuçları verilmiştir. PA6/PA610 kompozitlerde olduğu gibi PA6/PA12 matrisine elyaf eklenmesi polimer moleküllerinin hareketini kısıtlayarak $\tan \delta$ tepe yüksekliğini azaltmıştır. Ağırlıkça %10GF eklenen kompozitin T_g 'si 53,3°C iken, %40GF yüklemede bu değer sadece 56,6°C olarak elde edilmiştir. Böylece PA6/PA12 matrisine GF'in eklenmesi kompozitlerin T_g sıcaklığında önemli artış sağlamamıştır.



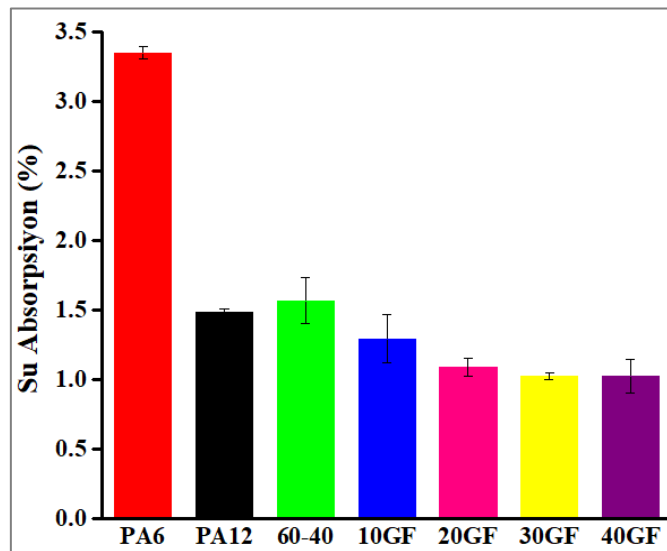
Şekil 5.34. PA6/PA12/GF kompozitlerinin sönümlenme faktörü değerleri

5.2.3. Su Absorpsiyon Analiz Sonuçları

Şekil 5.35 ve 5.36'da üretilen kompozitlerin su absorpsiyon analizi sonucu verilmiştir. Sonuçlara bakıldığında, PA6/PA610 karışımının su absorpsiyon değeri %1,60 olarak bulunmuştur. Bu değer, artan GF oranı ile %8,75 azalmadan %29,37 azalmaya kadar düşmüştür. Genel olarak, PA/GF kompozitlerinde GF miktarının artmasıyla matrisin su absorpsiyon değerinin azaldığı gözlemlenmiştir. Bu, kompozitteki lif miktarı arttıkça matris miktarının azalmasına bağlanabilir. Bu nedenle, su esas olarak poliamid karışım matrisi tarafından emilir ve matris fraksiyonu azaldıkça su absorpsiyonu düşer.



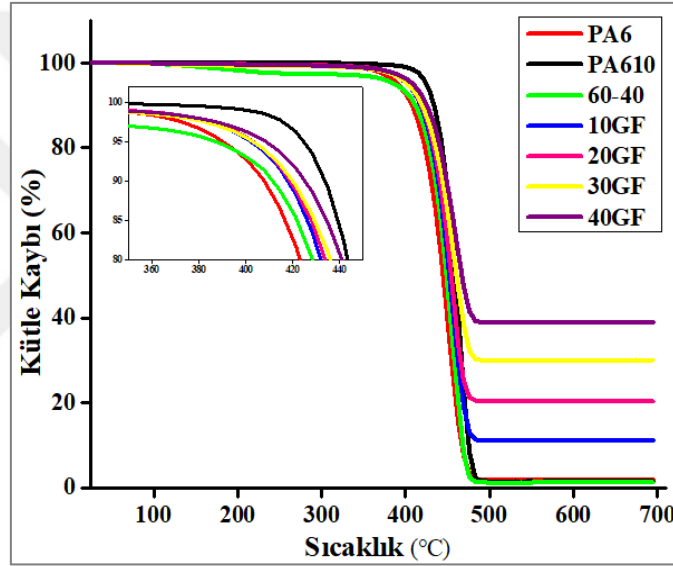
Şekil 5.35. PA6/PA610/GF kompozitlerin su absorpsiyon değerleri



Şekil 5.36. PA6/PA12/GF kompozitlerin su absorpsiyon değerleri

5.2.4. Termogrametrik Analiz (TGA) Sonuçları

GF takviyeli PA6/PA610 ve PA6/PA12 kompozitlerinin ısıl kararlılıkları TGA ile analiz edilmiştir. Şekil 5.37 ve 5.38’de farklı yükleme oranlarında GF içeren PA kompozitlerinin azot ortamında sıcaklığa bağlı olarak kütle kayıplarının grafiği verilmiştir. Bu grafiklerden elde edilen kalıntı miktarları ve bozunma sıcaklıkları ise Tablo 5.5 ve 5.6’de verilmiştir. PA6/PA610 kompozitlerinin bozunmaya başladığı sıcaklık 402-408 °C arasındadır. GF takviyeli PA6/PA610 kompozitlerinin ağırlıkça %5 bozunma sıcaklığı 60-40 matrisine göre 2-8 °C artmıştır. Ağırlıkça %50 bozunma sıcaklıklarında ise 6-18 °C aralığında artış sergilemiştir.

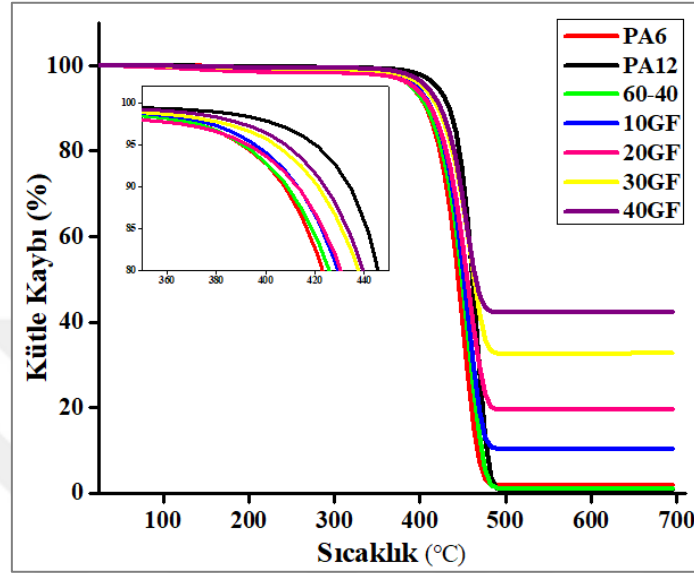


Şekil 5.37. PA6/PA610/GF kompozitlerinin TGA eğrileri

Tablo 5.5. PA6/PA610/GF kompozitlerinin TGA sonuçları

Örnek	T _{d5} (°C)	T _{d50} (°C)	T _{max} (°C)	Kalıntı _{700°C} (%)
PA6	390,3	444,5	450,4	1,9
PA610	425,3	458,7	464,7	1,5
60-40	401,1	448,4	452,8	1,2
10GF	402,1	417,4	455,3	11,2
20GF	403,1	454,3	455,8	20,3
30GF	403,1	460,2	458,8	30,1
40GF	408,0	466,6	460,2	39,0

Şekil 5.38 ve Tablo 5.6’da ise PA6/PA12 kompozitlerinin TGA sonuçları özetlenmiştir. Tüm örneklerin bozunmaya başladığı sıcaklık 390-408 °C arasındadır. GF eklenmesi ile ağırlıkça %5 bozunma sıcaklığı matrise göre 6-18 °C aralığında artmıştır. Ağırlıkça %50 bozunma sıcaklıkları ise 2-15 °C’e kadar artmıştır.



Şekil 5.38. PA6/PA12/GF kompozitlerinin TGA eğrileri

Tablo 5.6. PA6/PA12/GF kompozitlerinin TGA sonuçları

Örnek	T _{d5} (°C)	T _{d50} (°C)	T _{max} (°C)	Kalıntı _{700°C} (%)
PA6	390,3	444,5	450,4	1,9
PA12	419,9	461,2	466,1	0,8
60-40	390,3	449,0	455,3	1,1
10GF	396,7	451,4	454,8	10,5
20GF	393,3	451,9	454,8	19,6
30GF	404,6	463,7	460,2	32,7
40GF	408,0	464,7	453,9	42,4

Genel olarak ısı kararlılığı yüksek olan GF, PA karışımlarının da ısı kararlılıklarını arttırmıştır. Kompozitlerde GF içeriğinin artması ile kalıntı miktarlarının da arttığı gözlenmiştir. PA karışımlarının GF eklenmesi durumundaki ısı kararlılıkları kıyaslandığında, arada çok fazla fark olmamakla beraber PA6/PA10 PA6/PA12’ye göre daha iyi ısı kararlılık gösterdiği sonuçlardan görülmektedir. Örneğin: %10GF eklenen

PA6/PA610 kompozitinin ağırlıkça %5 bozunma sıcaklığı 402 °C iken, %10GF PA6/PA12 kompoziti için bu değer 396 °C'dır.

5.2.5. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Sonuçları

Cam elyafın PA karışımlarına eklendiğinde erime ve kristallenme özelliklerinde etkilerini incelemek için DSC analizi yapılmıştır. Analiz sonucunda erime sıcaklığı (T_m), kristalizasyon sıcaklığı (T_c), erime entalpisi (ΔH_f) ve % kristalinite değerleri elde edilmiştir.

Tablo 5.7'deki GF takviyeli PA6/PA610 kompozitlerin T_m ve T_c değerleri karşılaştırıldığında birbirine çok yakın değerler elde edildiği görülmektedir. genel olarak, GF takviyesinin kompozitlerin T_m ve T_c değerlerini önemli ölçüde etkilemediği görülmüştür. Artan GF miktarı ile % kristalinite değerlerinde azalma gözlemlenmiştir. Liflerin artan yükleme oranında polimer zincirleri arasındaki sürtünme artar ve lif kristal büyümesinde polimer zincirlerinin hareketliliğini engeller, bu da kompozitin X_c değerlerini azaltabilir. (Yang ve diğ., 2010)

Tablo 5.7. PA6/PA610/GF kompozitlerinin DSC sonuçları

Örnek	T_m (°C)	ΔH_f (J/g)	T_c (°C)	$X_c(\text{PA6})$ (%)	$X_c(\text{PA610})$ (%)
PA6	221,7	46,6	180,4	20,3	—
PA610	224,1	44,7	186,0	—	23,0
60-40	221,7	41,4	180,5	29,9	40,7
10 GF	221,9	50,2	179,7	36,4	49,4
20 GF	223,4	39,6	179,6	28,7	38,9
30 GF	224,9	34,2	179,8	24,8	33,7
40 GF	223,6	28,8	180,4	20,9	28,3

Tablo 5.8'de GF takviyeli PA6/PA12 kompozitlerinin DSC sonuçları özetlenmiştir. Sonuçlar incelendiğinde PA6/PA12 karışımlarına eklenen GF'nin kompozitlerin T_m ve T_c değerlerini önemli ölçüde etkilemediği görülmektedir. % kristalinite sonuçlarına bakıldığında PA6/PA610 kompozitlerinde olduğu gibi artan GF miktarı ile %kristalinite değerlerinde azalma gözlemlenmiştir. Literatürde bu durum, lif içeriğinin, polimer zincirlerinin hareketliliği üzerindeki sınırlama etkisinden dolayı kristallerin büyümesini

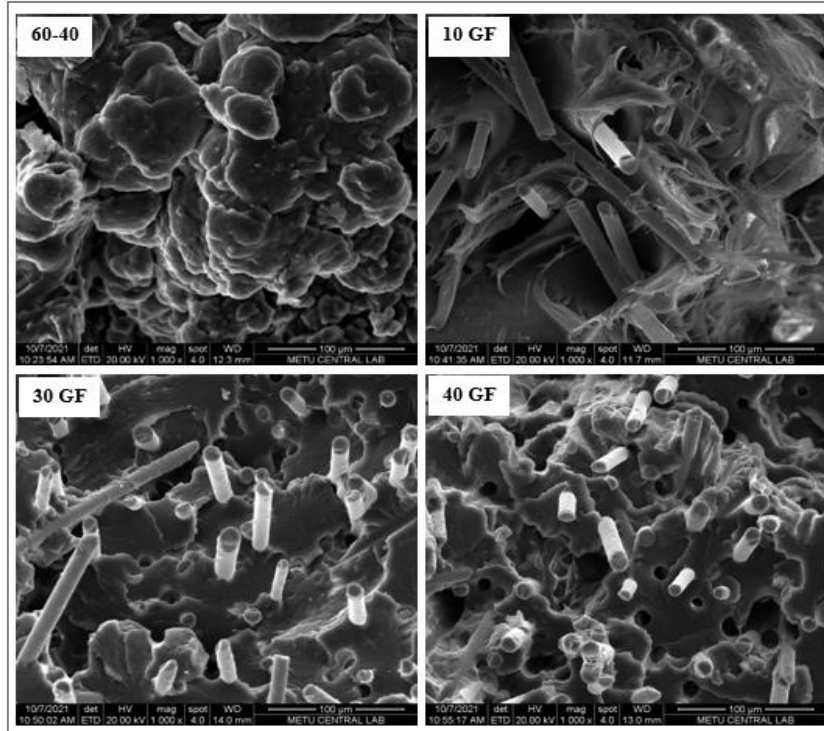
geciktirebileceğine ve böylece % kristallinite değerlerini düşürebileceğine bildirmiştir. (Liao ve diğ., 2018)

Tablo 5.8. PA6/PA12/GF kompozitlerinin DSC sonuçları

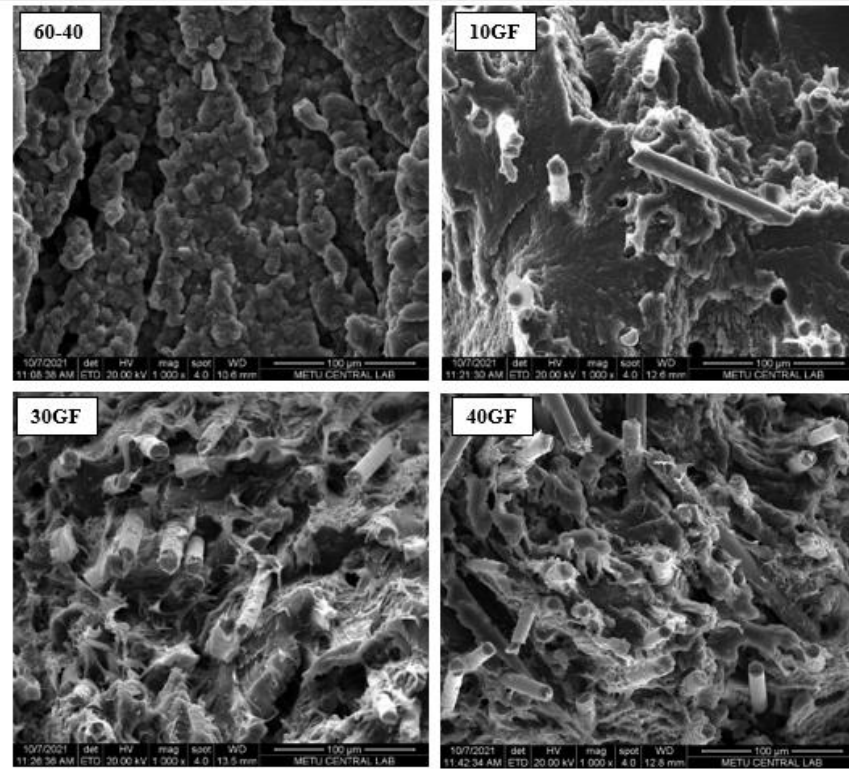
Örnek	T _{m1} (°C)	T _{m2} (°C)	ΔH ₁ (J/g)	ΔH ₂ (J/g)	T _{c1} (°C)	T _{c2} (°C)	X _c (PA6) (%)	X _c (PA12) (%)
PA6	221,7	—	46,6	—	180,4	—	20,3	—
PA12	—	178,4	—	54,1	—	148,1	—	25,8
60-40	221,5	178,3	31,8	14,5	179,6	149,4	23,0	17,3
10 GF	221,1	178,4	26,7	17,9	183,2	145,9	19,3	21,4
20 GF	221,2	178,5	25,6	13,7	179,7	146,1	18,5	16,4
30 GF	220,7	178,2	24,1	12,8	179,9	146,7	17,5	15,3
40 GF	220,4	177,9	21,9	11,6	179,7	146,7	15,8	13,9

5.2.6. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Sonuçları

Lif ve matris arasındaki yapışmanın mikro yapısını ve kapsamın araştırmak için %10, %20 ve %30GF içeren numunelerin çekme testi kırılma yüzeyleri SEM analizi ile incelenmiştir. Şekil 5.39 ve 5.40'ta PA6/PA610 ve PA6/PA12 kompozitlerinin SEM görüntüleri verilmiştir.



Şekil 5.39. PA6/PA610/GF kompozitlerinin SEM mikrografları (x1000)



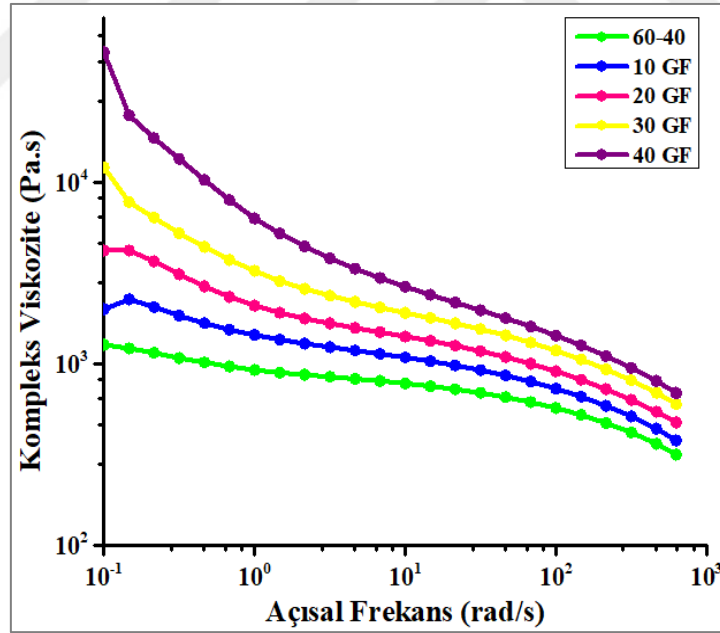
Şekil 5.40. PA6/PA12/GF kompozitlerinin SEM mikrografları (x1000)

SEM görüntüleri incelendiğinde genel olarak matris ile GF arasında uygun bir dağılımın ve arayüzey etkileşiminin olduğu gözlenmektedir. Bu durumu çekme sonuçları da doğrulamaktadır. Çekme deneyi numunelerinden alınan yüzeylerden görüleceği gibi yer yer lif-matris sıyrılmalarına rastlansa da aradaki yapışmanın iyi olduğu görülmektedir. Matris ve lifler arasındaki iyi bağ, daha iyi stres aktarımına ve dolayısıyla daha yüksek mekanik özelliklere izin vermektedir. Liflerin yüzeyinde gözlenen polimer kılıfı, güçlü etkileşimlerin bir kanıtı olarak yorumlanır (Lingesh ve diğ., 2014; Marset ve diğ., 2020; Wu ve diğ., 2001).

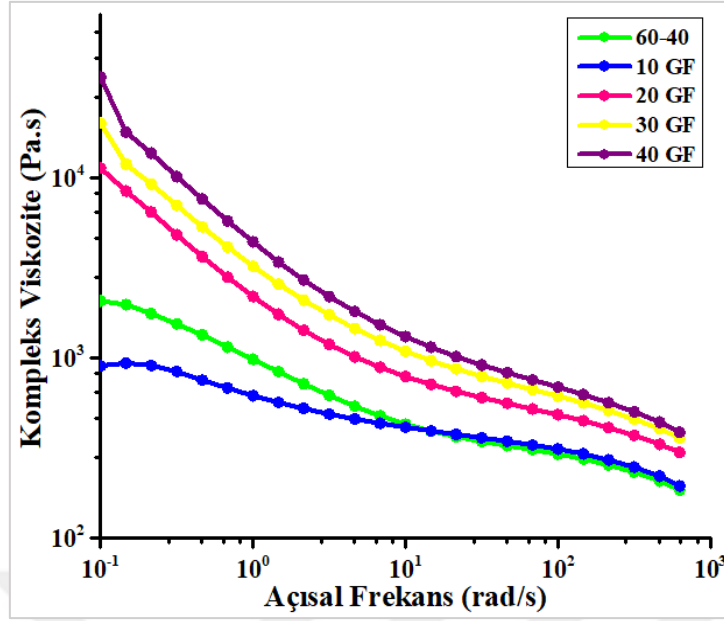
PA6/PA610 ve PA6/PA12 karışımlarına eklenen GF'nin SEM görüntüleri kıyaslandığında kompozitlerde lif ve matris arasında daha iyi yapışma olduğundan ayrılma yüzeyleri görülmemektedir. Ancak %40 GF içeren PA6/PA610 kompozitinde belirgin bir şekilde çekme sırasında matristen ayrılan lifler ve bu liflerin oluşturduğu boşluklar görülmektedir. Bu ayrılmanın sonucu da kompozitin çekme dayanımındaki düşüşe neden olmuştur. Bu durum PA6/PA12 kompozitinde gözlemlenmemiştir ve çekme dayanımı da bunu desteklemektedir.

5.2.7. Reoloji Analiz Sonuçları

Şekil 5.41 ve 5.42’de ağırlıkça %10 ila %40 arasında değişen farklı oranlarda GF içeren PA6/PA610 ve PA6/PA12 kompozitleri için kompleks viskoziteye karşı frekans değişimi eğrileri verilmiştir. GF yüklemesi ile kompleks viskozitenin yükselme eğiliminde olduğu görülmektedir. Tüm frekanslarda, PA kompozitlerin kompleks viskozitesi, PA karışımlarından daha yüksektir. Kompozitlerin kompleks viskozite değerleri düşük frekanslarda belirgin şekilde yüksektir, bu da polimer zincirlerinin gevşemesinin GF tarafından kısıtlandığını göstermektedir. Frekansların artmasıyla kompleks viskozitenin azaldığı da gözlemlenmektedir. Bu gözlem, yüksek frekanslarda GF'nin deformasyonundan ve matris fazının akışkanlığındaki bir artış ile bağlantılı katkısından kaynaklanmaktadır.(Li ve Shimizu, 2004) Karışımlara daha fazla GF eklendiğinde, GF’ler birleşmeye başlamış, bu da kompleks viskozitede bir artışa neden olmuştur(Arsad ve diğ., 2010). Genel olarak, tüm harmanlama sistemleri, tüm frekanslarda Newtonian olmayan bir davranış göstermiştir.



Şekil 5.41. PA6/PA610/GF kompozitlerinin kompleks viskozite değerleri

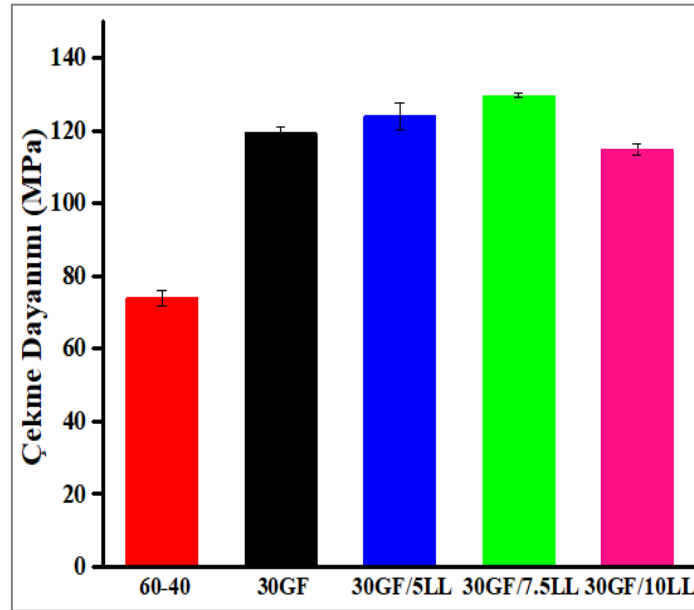


Şekil 5.42. PA6/PA12/GF kompozitlerinin kompleks viskozite değerleri

5.3. PA/GF/LL Kompozitlerinin Karakterizasyonu

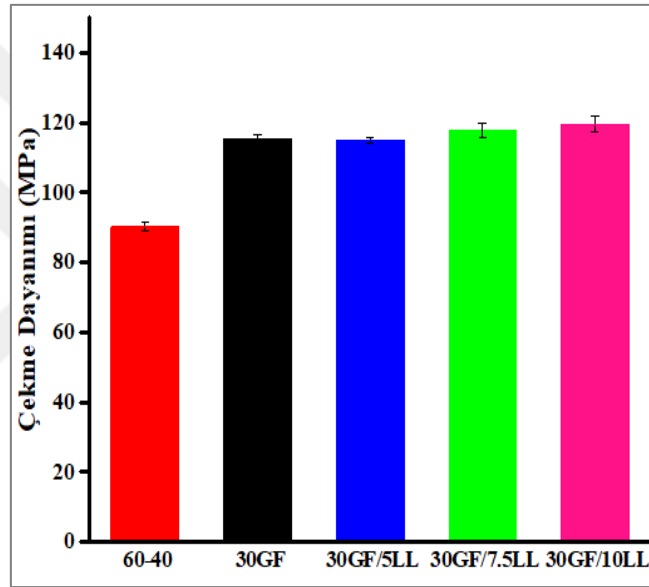
5.3.1. Çekme Testi Sonuçları

Kullanılan lignin miktarının, PA/GF kompozitlerinin mekanik özellikleri üzerine etkisini incelemek için çekme testi yapılmış ve sonuçları Şekil 5.43 ve 5.48’de verilmiştir.



Şekil 5.43. PA6/PA610/GF/LL kompozitlerinin çekme dayanımı değerleri

Şekil 5.43'te farklı oranlarda lignin eklendiği durumdaki PA6/PA610/GF/LL kompozitlerinin çekme dayanımı grafiği verilmiştir. Çekme dayanımı sonuçlarını incelendiğinde GF takviyeli PA6/PA610 kompozitlerine eklenen lignin, kompozitlerin çekme dayanımlarını çok fazla etkilemediği görülmektedir. Lignin miktarının artması ile çekme dayanım değerlerinde %4,0 ila %8,6 kadar artış sergilemiştir. Ligninin eklenmesinde PA6/PA610/GF/LL kompozitleri çekme dayanımları özelliklerini koruduğu ve biraz iyileştirdiği gözlemlenmiştir. Ağırlıkça %10 LL oranında matris içindeki aglomerasyon nedeniyle özellikleri etkileyen çekme dayanımında bir azalma gözlemlenmiştir. Bu durumu SEM sonuçları da desteklemektedir.

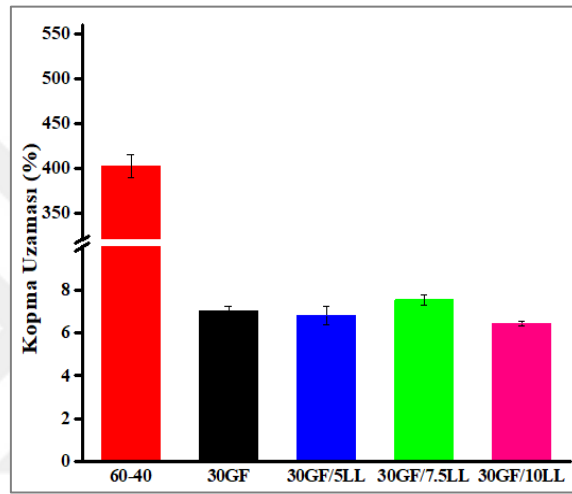


Şekil 5.44. PA6/PA12/GF/LL kompozitlerinin çekme dayanımı değerleri

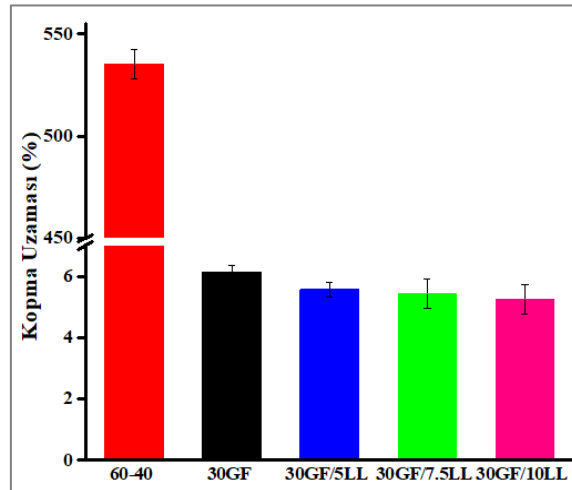
Şekil 5.44'te farklı oranlarda lignin içeren PA6/PA12/GF/LL kompozit sistemlerinin çekme dayanımı grafiği verilmiştir. Grafik incelendiğinde lignin miktarının kompozitlerin çekme dayanımı değerlerinde belirgin bir fark yaratmadığı görülmektedir. PA6/PA12/GF kompozite göre en fazla artış %10LL eklendiğinde %3,5 olarak elde edilmiştir.

PA kompozitlerine eklenen lignin miktarının çekme dayanımı üzerine etkisi karşılaştırıldığında, genel olarak lignin çekme dayanımı üzerine belirgin bir etki sağlamamıştır. Ligninin eklenmesi kompozitlerin çekme dayanımlarını olumsuz yönde de etkilememiştir ve kompozitler çekme dayanımları özelliklerini koruduğu görülmektedir.

Şekil 5.45 ve 5.46’da farklı oranlarda lignin eklendiği durumdaki kopma uzaması grafiği verilmiştir. Şekilde görülebileceği gibi 60PA6/40PA610 ve 60PA6/40PA12 matrislerine eklenen GF kopma uzaması değerini büyük ölçüde etkilemiştir. PA6/PA610 karışımının % 402,3 olan kopma uzaması %7,0’a, PA6/PA12’nin %535,2 olan kopma uzaması %6,1’e kadar azalmıştır. PA/GF kompozit sistemlerine lignin ilavesi kopma uzaması değerlerinde belirgin bir artış sağlamamıştır. Buradan lignin eklendiğinde kompozitlerin kopma uzaması özelliklerini koruduğu sonucuna varılmıştır. (Sallem-Idrissi ve diğ., 2016)



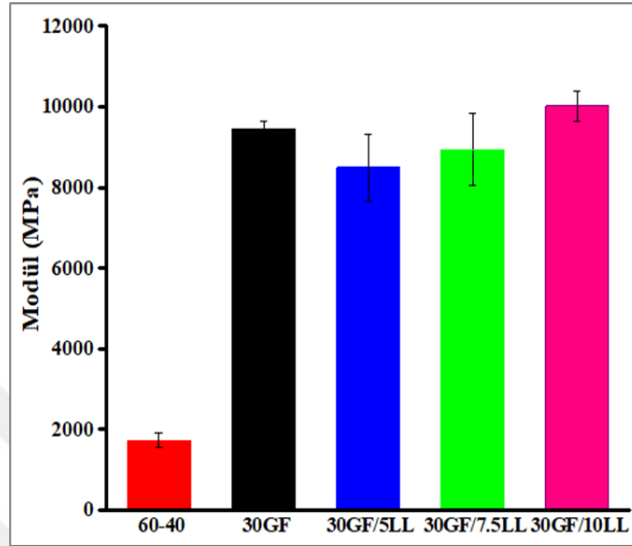
Şekil 5.45. PA6/PA610/GF/LL kompozitlerinin kopma uzaması değerleri



Şekil 5.46. PA6/PA12/GF/LL kompozitlerinin kopma uzaması değerleri

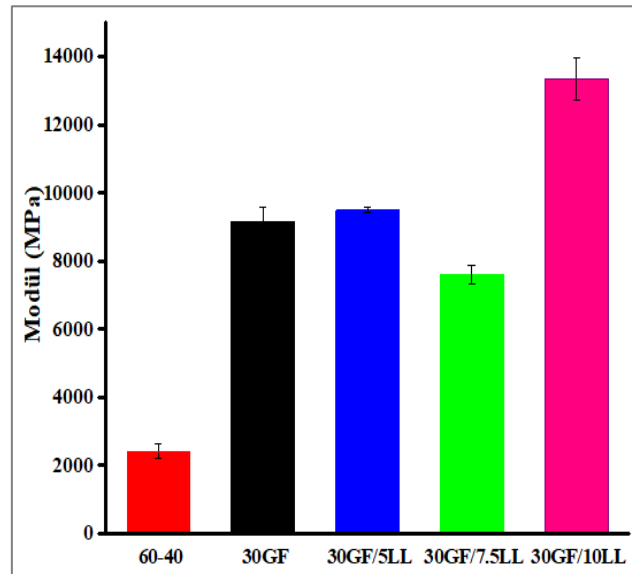
Şekil 5.47 ve 5.48’de farklı oranlarda lignin eklendiği durumdaki modül grafiği verilmiştir. Şekil 5.47’de görülebileceği gibi 60-40 PA6/PA610 matrisinin 1730,8 MPa olan değeri 30GF eklenmesi ile büyük ölçüde artış sergilemiştir. Ardından bu

PA6/PA610/GF kompozitine lignin ilavesi önce çekme modül değerini azaltmıştır, sonra %10 LL ilavesinde modül değerinde artış gözlemlenmiştir. %10 LL eklendiğinde modül PA6/PA12/GF kompozitine göre %5,9 artmıştır.



Şekil 5.47. PA6/PA610/GF kompozitlerinin modül değerleri

PA6/PA12/GF kompozit sistemine eklenen ligninin modül değerleri üzerine etkisi Şekil 5.47’de verilmiştir. Grafiğe göre, %10LL eklendiğinde modül PA6/PA12/GF kompozitine göre %45,7 artmıştır. Bu değeri %3,7 ile %5 LL oranı takip ederken, %7,5 LL yüklenmesinde modül değerinde azalma gözlemlenmiştir.

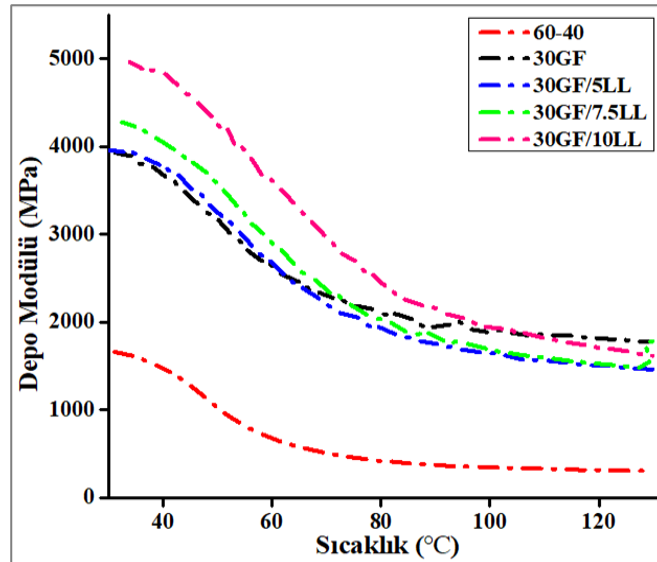


Şekil 5.48. PA6/PA12/GF/LL kompozitlerinin modül değerleri

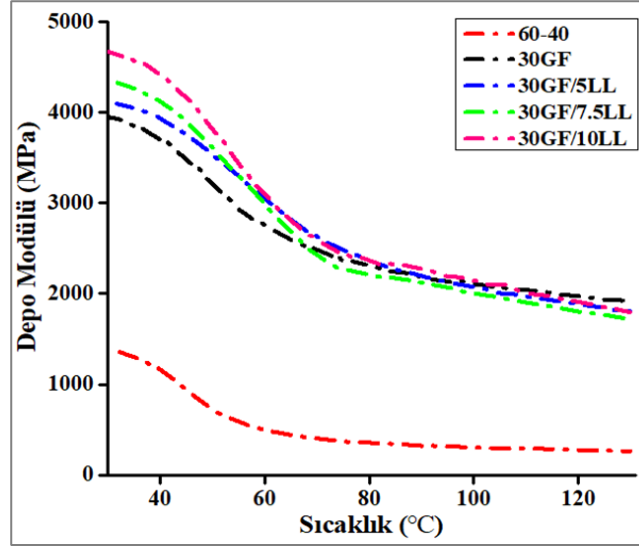
5.3.2. Dinamik Mekanik Analiz (DMA) Sonuçları

Lignin miktarının GF takviyeli PA kompozitlerinin depo modülü, kayıp modülü ve sönümlleme faktörü ($\tan \delta$) değerleri üzerine etkisini incelemek amacıyla DMA yapılmıştır. LL katkılı kompozitlerin DMA sonuçları değerleri sıcaklığın fonksiyonu olarak Şekil 5.49-5.54'te verilmiştir.

Şekil 5.49 ve 5.50'de PA/GF kompozitlerine lignin eklendiği durumdaki depo modülü grafiği verilmiştir. Verilen grafikler incelendiğinde, GF ilavesinin 60-40 PA matrislerinin depo modülünü yaklaşık 2,5 kat artırdığı görülmektedir. Bu artış elyaf eklenmesi ile malzemenin sertliğinin artması ile açıklanabilir. Tüm depo modülü grafiklerine bakıldığında, lignin ilavesinin depo modülünü etkilediği görülmektedir. Lignin eklenmesi ile en yüksek depo modülü değerleri %7,5 ve %10 yükleme oranlarında elde edilmiştir. %5 yükleme oranında ise belirgin bir artış sağlanamamıştır. Lignin eklenen iki farklı PA/GF kompozit sistemleri kıyaslandığında, en yüksek depo modülü değerini PA6/PA610/GF sisteminde %10 LL ilavesinin sağladığı görülmektedir. Depo modülünün artması, elyaf ve matris arasındaki stres transferinden kaynaklanmaktadır. Polimer matrisine elyaf ve lignin eklenmesi, arayüzeyde daha fazla stres transferi gerçekleşeceğinden mekanik özelliklerde artış sağlar. (Liu ve diğ., 2016)

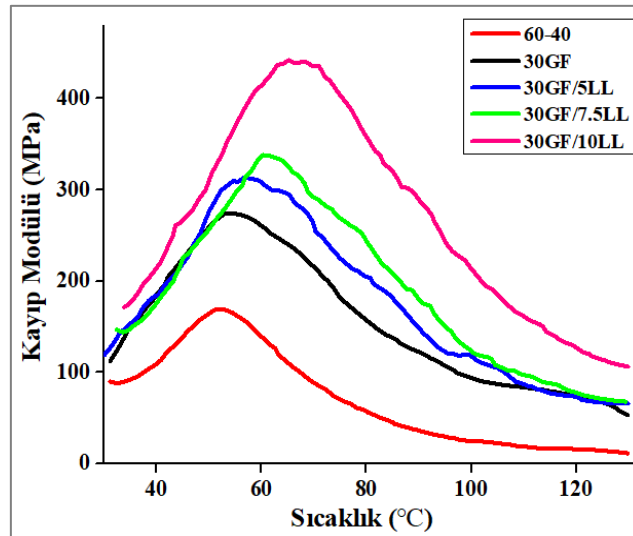


Şekil 5.49. PA6/PA610/GF/LL kompozitlerinin depo modülü değerleri

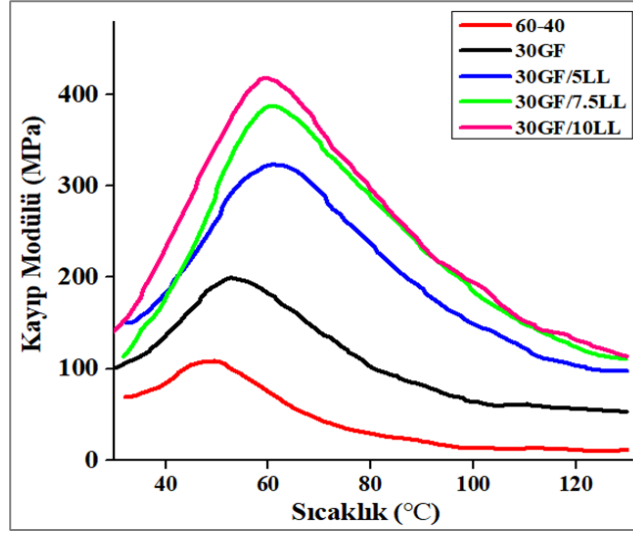


Şekil 5.50. PA6/PA12/GF/LL kompozitlerinin depo modülü değerleri

Şekil 5.51 ve 5.52’de PA6/PA610/GF ve PA6/PA12/GF kompozitlerine lignin eklendiği durumdaki kayıp modülü sonuçlarını verilmiştir. Grafikte görülebileceği gibi artan LL içeriği ile kompozitlerin kayıp modülünün arttığı görülmektedir. Kayıp modülü, malzemenin deformasyon sırasında ısı veya moleküler yeniden düzenlemeler şeklinde enerjiyi dağıtma yeteneğini gösterir. (An Kim, 2014; Karsli ve Aytac, 2013) Matrise ne kadar fazla elyaf içeriği dahil edilirse, akış o kadar yavaş ve kayıp modülü o kadar yüksek olur. Ancak maksimum ısı dağılımı, kayıp modülünün maksimum değerinde olduğu sıcaklıkta meydana gelir. Bu maksimum değerden sonra, artan sıcaklıkla kompozitlerin kayıp modülü azalır.

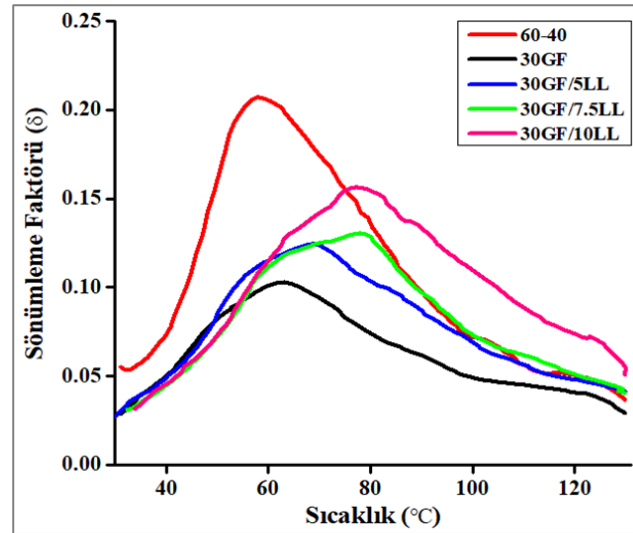


Şekil 5.51. PA6/PA610/GF/LL kompozitlerinin kayıp modülü değerleri

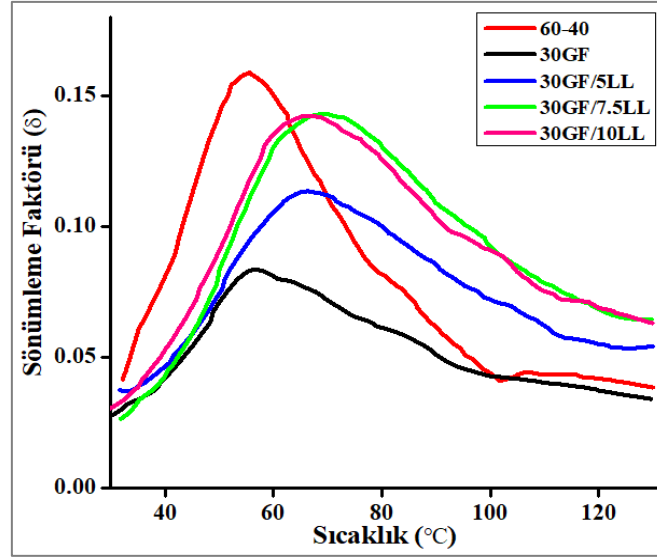


Şekil 5.52. PA6/PA12/GF/LL kompozitlerinin kayıp modülü değerleri

Sönümleme faktörü ($\tan \delta$), kayıp modülünün depolama modülüne oranı olarak tanımlanır. Elyaf ve matris arasında iyi bir arayüzey etkileşimi olması durumunda, bu bölgedeki polimer zincirlerinin hareketliliği azalacak dolayısıyla kompozite uygulanan deformasyonu taşıma kapasitesi artacaktır. Böylece daha az enerji kaybına neden olacaktır. Bunun sonucu olarak da $\tan \delta$ pikinin yüksekliğinde azalma meydana gelecektir. Sonuç olarak arayüzey etkileşimi arttıkça $\tan \delta$ eğrisinin yüksekliği düşmektedir. Şekil 5.53 ve 5.54'te farklı oranlarda lignin eklenen PA/GF kompozitlerinin $\tan \delta$ üzerindeki etkisinin grafikleri verilmiştir.



Şekil 5.53. PA6/PA10/GF/LL kompozitlerinin sönümleme faktörü değerleri



Şekil 5.54. PA6/PA12/GF/LL kompozitlerinin sönümlenme faktörü değerleri

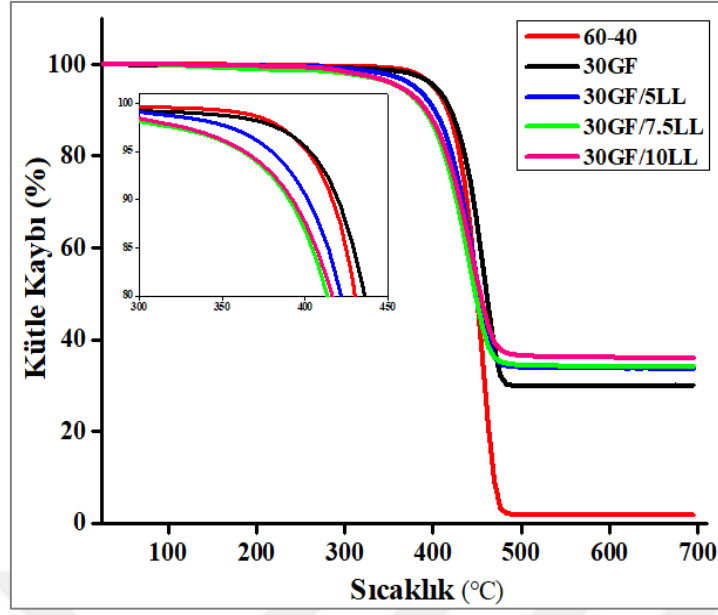
Grafikte görülebileceği gibi $\tan\delta$ 'nın artan sıcaklık ile değişimi analiz edilmiştir. PA/GF/LL kompozitlerinde lignin oranı arttıkça $\tan\delta$ eğrisinin pik yükseklikleri PA/GF kompozitlerinin pik yüksekliklerine göre artmıştır.

Sonuçlar incelendiğinde $\tan\delta$ pik yüksekliklerine göre LL katkılı PA6/PA610/GF kompozitleri için en iyi arayüzey etkileşimi %5 LL ve %7,5 LL, PA6/PA12/GF kompoziti için %5 LL yükleme oranı sağlamıştır. En zayıf bağlanmayı da PA6/PA610/GF/LL kompozit için %10 LL, PA6/PA12/GF/LL kompoziti için %7,5 LL ve %10 LL yükleme oranının sağladığı görülmektedir. Bu durum çekme sonuçları ile de desteklenmektedir. Lignin içeriğinin artması ile $\tan\delta$ pik yüksekliği de artmıştır. Bu durum yine çekme dayanımı değerleri ile paraleldir. (Reed, 1980; Senturk ve Palabiyik, 2018)

5.3.3. Termogrametrik Analiz (TGA) Sonuçları

PA/GF/LL kompozitlerinin ısı kararlılıklarını değerlendirmek için TGA analizi yapılmıştır. Şekil 5.55 ve 5.56'da kompozitlerinin TGA eğrileri, Tablo 5.9 ve 5.10'da bozunma sıcaklıkları ve kalıntı miktarları özetlenmiştir.

Şekil 5.55 ve Tablo 5.9'daki sonuçlar incelendiğinde PA6/PA610/GF/LL kompozitlerin bozunmaya başladığı sıcaklıkların artan lignin yüklemesi ile azaldığı görülmektedir. PA6/PA610/30GF örneğine eklenen lignin ile kompozitlerin bozunma başlangıç sıcaklığında %6,2 ila %11,4 kadar azalma gözlemlenmiştir.



Şekil 5.55. PA6/PA610/GF/LL kompozitlerini TGA eğrileri

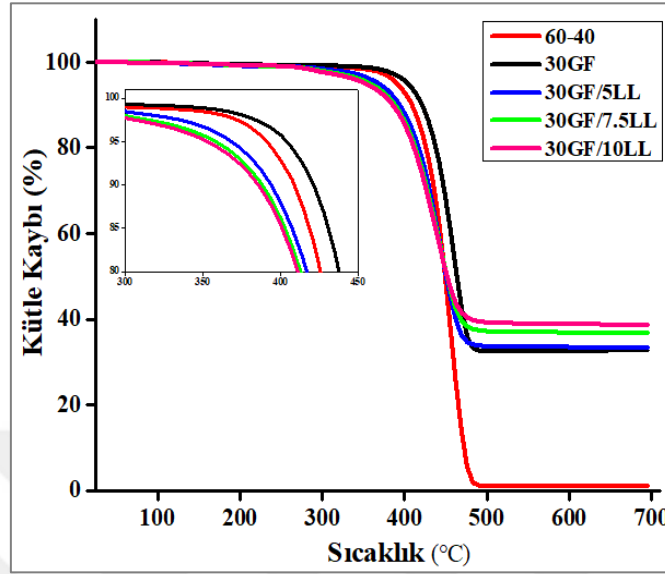
Tablo 5.9. PA6/PA610/GF/LL kompozitlerini TGA sonuçları

Örnek	T _{d5} (°C)	T _{d50} (°C)	T _{max} (°C)	Kalıntı _{700°C} (%)
60-40	401,1	448,4	452,8	1,2
30GF	403,1	460,2	458,8	30,1
30GF/5LL	379,5	452,4	448,4	33,7
30GF/7.5LL	361,8	447,4	441,0	34,1
30GF/10LL	363,2	452,8	442,0	36,0

Şekil 4.56 ve Tablo 4.10’da PA6/PA12/GF/LL kompozitlerine ait TGA sonuçları verilmiştir. Sonuçlardan görülebileceği üzere diğer PA/GF/LL kompozitler ile benzer olarak lignin ekleme durumunda bozunma sıcaklıklarında düşüş gözlemlenmiştir. Bu düşüş ise %9,8 ila %14,9 aralığındadır.

Genel olarak, PA’lara göre ligninin daha düşük ısıl kararlılığı nedeniyle lignin içeriği arttıkça kompozitlerin ısıl kararlılıklarının azaldığını göstermektedir. Bu davranış, daha fazla lignin yüklemesi ile PA kompozitleri ve lignin arasındaki karışmazlığı indükler ve lignin yüklemesinin bir fonksiyonu olarak bozunma sıcaklık değerlerinde azalma gözlemlenmektedir. Ek olarak, lignin miktarının arttırılması, kütle kaybı oranını

yavaşlatır, dolayısıyla test sonunda daha yüksek miktarda kömür kalıntısı ile sonuçlanır. (Sallem-Idrissi ve diğ., 2016)



Şekil 5.56. PA6/PA12/GF/LL kompozitlerini TGA eğrileri

Tablo 5.10. PA6/PA12/GF/LL kompozitlerini TGA sonuçları

Örnek	T _{d5} (°C)	T _{d50} (°C)	T _{max} (°C)	Kalıntı _{700°C} (%)
60-40	390,3	449,0	455,3	1,1
30GF	404,6	463,7	460,2	32,7
30GF/5LL	368,2	450,4	442,0	33,3
30GF/7.5LL	355,4	449,9	440,0	36,1
30GF/10LL	352,0	450,9	437,1	38,7

5.3.4. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Sonuçları

PA cam elyaf-lignin kompozitlerinin erime sıcaklığı (T_m), kristalizasyon sıcaklığı (T_c), erime entalpisi (ΔH_f) ve % kristalinite değerlerini belirlemek için DSC testi gerçekleştirilmiştir. T_c değerleri, soğutma termogramından ve T_m değeri ise ikinci ısıtma termogramından belirlenmiştir. Elde edilen sonuçlar Tablo 5.11 ve 5.12’de özetlenmiştir.

Tablo 5.11’de PA6/PA610 cam elyaf-lignin kompozitlerinin sonuçları özetlenmiştir. 60PA6/40PA610 karışımı ile cam elyaf-lignin kompozitleri karşılaştırıldığında oldukça benzer bir erime sıcaklığı göstermiş; bununla birlikte, kristalizasyon sıcaklığı biraz azalma gözlemlenmiştir.

Tablo 5.11. PA6/PA610/GF/LL kompozitlerini DSC sonuçları

Örnek	T _m (°C)	ΔH_f (J/g)	T _c (°C)	X _c (PA6) (%)	X _c (PA610) (%)
60-40	221,7	41,4	180,5	29,9	40,7
30 GF	224,9	34,2	179,8	24,8	33,7
30GF/5LL	221,1	39,3	177,1	28,5	38,7
30GF/7,5LL	220,0	31,0	176,7	22,4	30,5
30GF/10LL	222,8	22,9	176,9	16,6	22,5

T_c'deki değişiklik, muhtemelen, süpermoleküler yapının esas olarak PA6 kristal boyutları açısından önemli bir evriminin bir göstergesi olabilen, böylece büyük kristal yapıların oluşumunu engelleyen, hidrojen bağları yoluyla PA6 ile lignin moleküller arası etkileşimi nedeniyle meydana gelmektedir. (Sallem-Idrissi ve diğ., 2016) % kristalinite değeri ise lignin içeriği ile azalmaktadır. % kristalinite 60PA6/40PA610 için %29,9’dan 30GF/10LL için %16,6 kadar azalmıştır. Bu azalmanın nedeni de lignin partiküllerinin mevcudiyetinde PA6 ve PA610 zincirlerinin hareketinin engellenmesi nedeniyle kristalinitenin azalması ile açıklanabilir. (Sallem-Idrissi ve diğ., 2018)

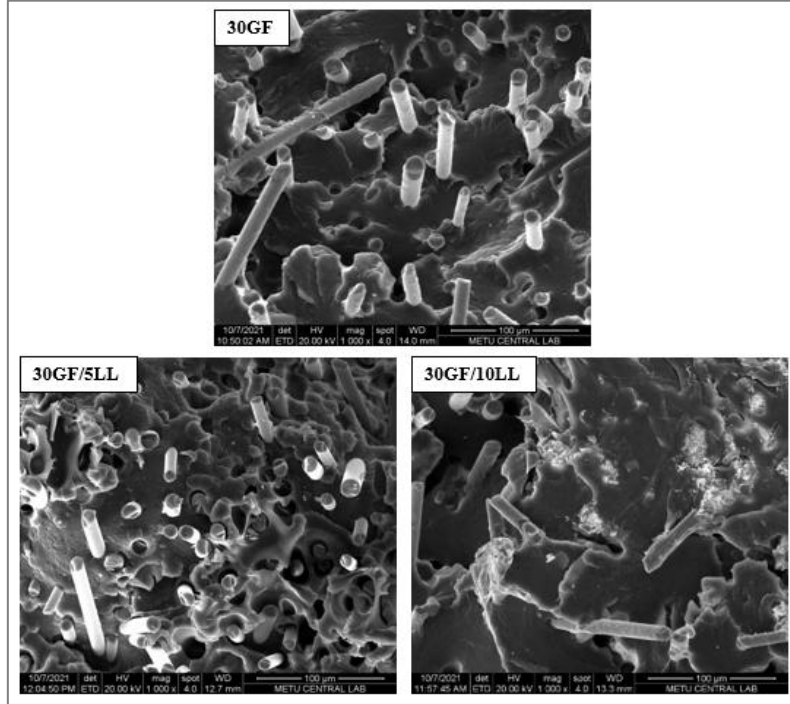
Tablo 5.12’de PA6/PA12 cam elyaf-lignin kompozitlerinin sonuçları verilmiştir. Sonuçlara bakıldığında kompozitlerin kristalleşme (T_c) ve erime sıcaklıklarında (T_m) bir azalma olduğu görülmektedir. Kompozitlerde lignin oranı arttıkça T_c değeri azalmaktadır. T_m’de lignin içeriği arttıkça azalma eğilimindedir. Kompozitlerin % kristalinite sonuçları incelendiğinde genel olarak ligninin eklenmesi kristaliniteyi düşürmektedir. Matriste cam elyaf-ligninin varlığı, moleküler zincirlerin hareketini ve düzenlenmesini kısıtlar ve kompozitlerin kristalleşme hızını daha da azaltır. (Ajday ve diğ., 2021; Sallem-Idrissi ve diğ., 2018; Sallem-Idrissi ve diğ., 2016)

Tablo 5.12. PA6/PA12/GF/LL kompozitlerini DSC sonuçları

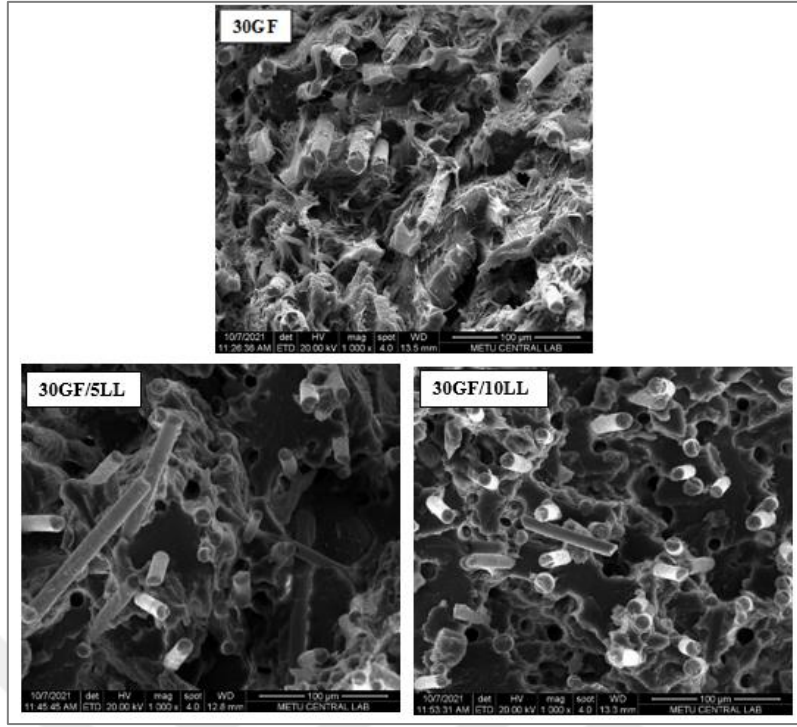
Örnek	T _{m1} (°C)	T _{m2} (°C)	ΔH ₁ (J/g)	ΔH ₂ (J/g)	T _{c1} (°C)	T _{c2} (°C)	X _{c(PA6)} (%)	X _{c(PA12)} (%)
60-40	221,5	178,3	31,8	14,5	179,6	149,4	23,0	17,3
30 GF	220,7	178,2	24,1	12,8	179,9	146,7	17,5	15,3
30GF/5LL	217,7	178,9	10,2	10,5	171,0	145,0	7,4	12,6
30GF/7,5LL	214,8	178,4	13,7	12,3	165,3	145,2	9,9	14,7
30GF/10LL	212,9	177,9	13,1	11,5	162,4	144,7	9,5	13,7

5.3.5. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Sonuçları

Şekil 5.57 ve 5.58’de PA cam elyaf-lignin kompozitlerinin SEM görüntüleri verilmiştir. SEM görüntüleri incelendiğinde genel olarak matris ile cam elyaf-lignin arasında uyumlu bir dağılımın ve bağlantının olduğu gözlenmektedir. Ancak lignin içeriğinin artması ile topaklaşmalar meydana geldiği görüntülerde görülmektedir. Bu topaklaşma da kompozitin mekanik özelliğini ters yönde etkilemektedir. Bunu çekme sonuçları doğrulamaktadır.



Şekil 5.57. PA6/PA12/GF/LL kompozitlerinin SEM mikroskobu (x1000)



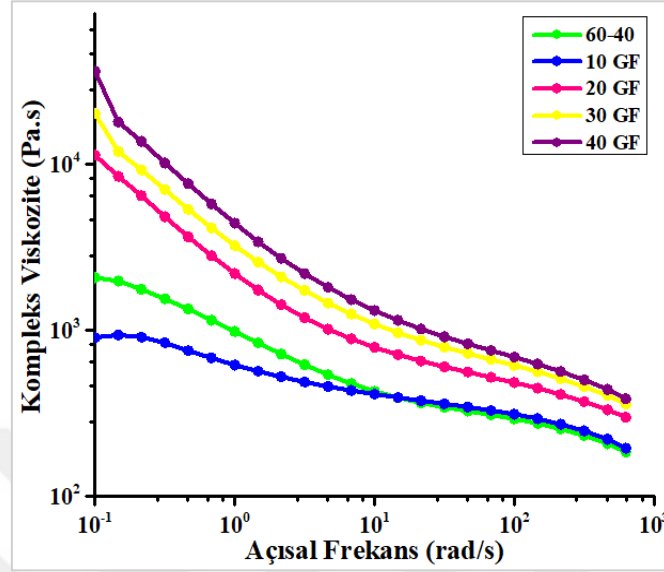
Şekil 5.58. PA6/PA12/GF/LL kompozitlerinin SEM mikrografı (x1000)

GF takviyeli PA6/PA610 ve PA6/PA12 karışımlarına eklenen ligninin SEM görüntüleri kıyaslandığında kompozitlerde matris cam elyaf-lignin arasında daha iyi dağılım olduğundan ayrılma yüzeyleri görülmemektedir. Ancak %10 LL içeren PA6/PA610/GF/LL kompozitinde belirgin bir şekilde topaklaşmalar görülmektedir. Bu topaklaşmanın sonucu da kompozitin çekme dayanımındaki düşüşe neden olmuştur. Bu durum PA6/PA12/GF/LL kompozitinde gözlemlenmemiştir ve çekme dayanımı da bunu desteklemektedir.

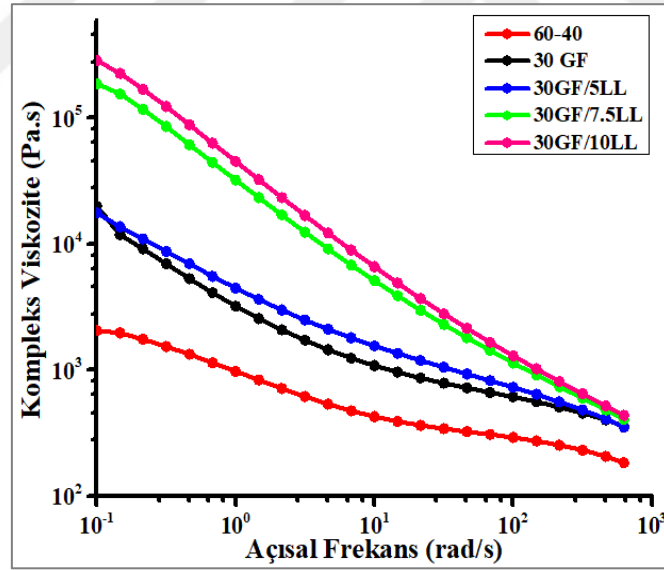
5.3.6. Reoloji Analiz Sonuçları

Şekil 5.59 ve 5.60'ta açısal frekansın bir fonksiyonu olarak PA cam elyaf-lignin kompozitlerinin kompleks viskozitesi sonuçlarını göstermektedir. Artan lignin ile viskozitede bir artış görülmektedir. Ligninin varlığı, normal polimer akışını bozar ve zincir segmentlerinin hareketliliğini engeller; bu nedenle dolgu maddesi miktarı ile doldurulmuş polimerin viskozitesi artar. Tüm kompozitlerinin kompleks viskozitesi, artan açısal frekansla azalmıştır; bu nedenle, PA polimeri ve kompozitlerin tümü kayma incelmesi davranışı sergilemiştir, yani malzeme, kayma hızı oranı arttıkça akışa karşı daha az dirençli hale gelmektedir. Bu kayma incelmesi davranışı, dolgu partikülleri içeren

polimerlerde sıklıkla gözlenmiştir. (Gao ve diğ., 2019; K. Liu ve diğ., 2015; Pardo ve diğ., 2010)



Şekil 5.59. PA6/PA610/GF/LL kompozitlerinin kompleks viskozite değerleri



Şekil 5.60. PA6/PA12/GF/LL kompozitlerinin kompleks viskozite değerleri

5.3.7. Sınırlayıcı Oksijen İndeksi (LOI) Sonuçları

LOI testi, polimerik malzemelerin yanma özelliklerini değerlendirmek için yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir. Tablo 5.13 ve 5.14'te PA karışımlarının ve kompozitlerinin LOI sonuçları özetlenmiştir. 60-40 oranındaki PA6/PA610 ve PA6/PA12 karışımlarının LOI sonuçları sırasıyla 28,7 ve 28,4 olarak belirlenmiştir. Karışımlara eklenen GF LOI

değerlerini azaltmıştır. Bu azalma cam elyafın “mum fitili etkisi” (candlewick effect) ile açıklanabilir. (Chen ve Wang, 2006) Yani cam elyaf takviyeli PA kompozitler bu etki nedeniyle saf PA malzemeler daha yanıcı hale gelmektedir. Bu davranışı PA6/PA610 ve PA6/PA12 karışımları da sergilemiştir. Yanma sınırını ise tüm GF takviyeli örnekler geçmiştir.

GF takviyeli PA6/PA610 ve PA6/PA12 kompozitleri kıyaslandığında LOI sonuçlarının PA6/PA12 kompozitlerinde daha yüksek olduğu sonucu elde edilmiştir.

Tablo 5.13. PA6/PA610/GF/LL kompozitlerinin LOI sonuçları

Örnek	LOI (%O ₂)	Yanma Süresi (sn)	Yanma Miktarı (50cm)
60-40	28,7	117,6	GEÇTİ
10 GF	26,8	186,0	GEÇTİ
20 GF	27,4	274,2	GEÇTİ
30 GF	27,7	298,5	GEÇTİ
40 GF	27,0	462,0	GEÇTİ
30GF/5LL	25,4	17,4	GEÇMEDİ
30GF/7,5LL	26,2	10,1	GEÇMEDİ
30GF/10LL	26,9	9,0	GEÇMEDİ

Tablo 5.14. PA6/PA12/GF/LL kompozitlerinin LOI sonuçları

Örnek	LOI (%O ₂)	Yanma Süresi (sn)	Yanma Miktarı (50cm)
60-40	28,4	109,6	GEÇTİ
10 GF	27,2	144,0	GEÇTİ
20 GF	26,8	241,3	GEÇTİ
30 GF	26,8	381,5	GEÇTİ
40 GF	26,5	430,3	GEÇMEDİ
30GF/5LL	26,4	48,0	GEÇMEDİ
30GF/7,5LL	26,2	28,2	GEÇMEDİ
30GF/10LL	27,8	30,6	GEÇMEDİ

PA kompozitlerine farklı oranlarda eklenen ligninin etkisinin sonuçları değerlendirildiğinde, genel olarak iki PA kompozitlerinin de LOI değerini azaltmıştır. Ancak lignin ilavesi yanma süresini belirgin bir şekilde kısaltmıştır ve örnekler yanma sınırını geçmemiştir. (Réti ve diğ., 2008)

5.3.8. UL-94 Sonuçları

PA cam elyaf-lignin kompozitlerinin yanma davranışını ve malzemenin yanabilirlik sınıfını öğrenmek amacı ile UL-94 tesri yapılmıştır. Örneklerin UL-94 sonuçları Tablo 5.15 ve 5.16'da verilmiştir.

Sonuçlar incelendiğinde 60-40 oranındaki PA karışımların ve GF takviyeli kompozitler V2 yanmazlık sınıfını göstermiştir. Bu örnekler uzun süre yanmış ve damlama yaparak pamuğu tutuşturmuştur. PA cam elyaf-lignin kompozitlerinde lignin içeriğinin artmasıyla yanma süreleri kısalmıştır ve damlama da görülmemiştir. Özellikle, ağırlıkça %10 LL içeren kompozitler, toplam yanma süresinde önemli bir azalma gösterir ve V1 sınıfına ulaşmıştır. Test sırasında ısı ve kütle transferi için bariyer görevi gören koruyucu bir kömür tabakasının oluştuğu gözlemlenmiştir. LL'de sülfonat fonksiyonelliğinin mevcudiyetinin ısı olarak kararlı bir bileşiğin oluşumuna yol açması beklenir. Bu da etkili bir kömür tabakasının oluşumuna katkıda bulunur ve lignin kendi kendine sönmeye ve daha iyi UL-94 sınıfına girme etkisine yol açmaktadır. (Mandlekar ve diğ., 2017; Mandlekar ve diğ., 2019)

Tablo 5.15. PA6/PA610/GF/LLkompozitlerinin UL-94 sonuçları

Örnek	t ₁ (sn)	t ₂ (sn)	Damlama	Pamuğun alev alması	UL-94 sınıfı
60-40	11,6	26,6	EVET	EVET	V2
10 GF	26,2	153,5	EVET	EVET	V2
20 GF	61,9	155,2	EVET	EVET	V2
30 GF	43,4	68,5	EVET	EVET	V2
40 GF	53,8	Tamamı yandı	EVET	EVET	V2
30GF/5LL	34,0	52,4	EVET	EVET	V2
30GF/7,5LL	169,05	40,6	HAYIR	HAYIR	V1
30GF/10LL	29,486	24,71	HAYIR	HAYIR	V1

PA6/PA610 ve PA6/PA12 cam elyaf-lignin kompozitlerinin UL-94 sonuçları kıyaslandığında, daha kısa yanma süreleri sergileyerek PA6/PA610 cam elyaf-lignin kompozitleri iyi sonuçlar vermiştir.

Tablo 5.16. PA6/PA12/GF/LL kompozitlerinin UL-94 sonuçları

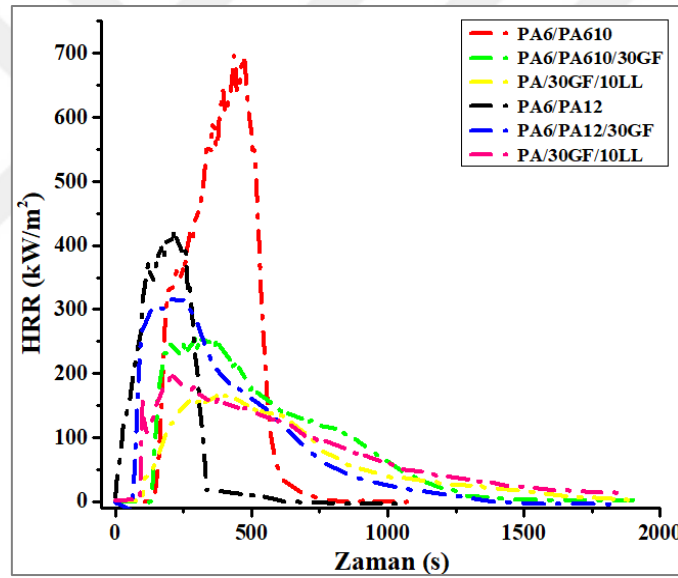
Örnek	t ₁ (sn)	t ₂ (sn)	Damlama	Pamuğun alev alması	UL-94 sınıfı
60-40	57,7	84,25	EVET	EVET	V2
10 GF	57,1	82,3	EVET	EVET	V2
20 GF	77,4	Tamamı yandı	EVET	EVET	V2
30 GF	76,3	Tamamı yandı	EVET	EVET	V2
40 GF	70,8	Tamamı yandı	EVET	EVET	V2
30GF/5LL	69,0	Tamamı yandı	EVET	EVET	V2
30GF/7,5LL	199,8	79,8	HAYIR	HAYIR	V1
30GF/10LL	21,3	48,0	HAYIR	HAYIR	V1

5.3.9. Konik Kalorimetre Sonuçları

Malzemelerin yanma davranışlarını ve özelliklerini belirlemek için ısı salınım hızı (heat release rate) (HRR), maksimum ısı salınım hızı (peak heat release rate) (pHRR), yanma süresi (time to ignition) (TTI) ve toplam ısı salınımı (total heat release) (THR), kütle kayıp hızı gibi parametreler oldukça önemlidir. Seçilen karışım ve kompozitlere konik kalorimetre testi uygulanarak bu parametreler belirlenmiş ve elde edilen sonuçlar Tablo 5.17’de ve Şekil 5.61-5.62’de verilmiştir. Şekil 5.61 değerlendirildiğinde, PA6/PA610 karışımının PA6/PA12 karışımından daha yanıcı olduğu görülmektedir. Karışımların pHRR değerleri sırası ile 698,4 kW/m² ve 424,4 kW/m² olarak belirlenmiştir. Bu karışımlara ağırlıkça %30 GF ve %10 LL ilave edildiğinde kompozitlerin pHRR değerlerinde düşüş gözlemlenmiştir. Literatürde buna benzer çalışmalar bildirilmiştir. Yapılan çalışmada cam ve bambu lifinin PP matrisinin özellikleri üzerindeki etkisini incelemişler ve GF ilavesinin matrisin pHRR değerini azalttığını gözlemlemişlerdir. Ayrıca, bambu ve GF ilavesinin karışımının, sadece GF kullanımına kıyasla HRR değerini daha fazla azalttığı sonucuna varmışlardır. (Zuhudi ve diğ., 2016)

Tablo 5.17. Konik kalorimetre sonuçları

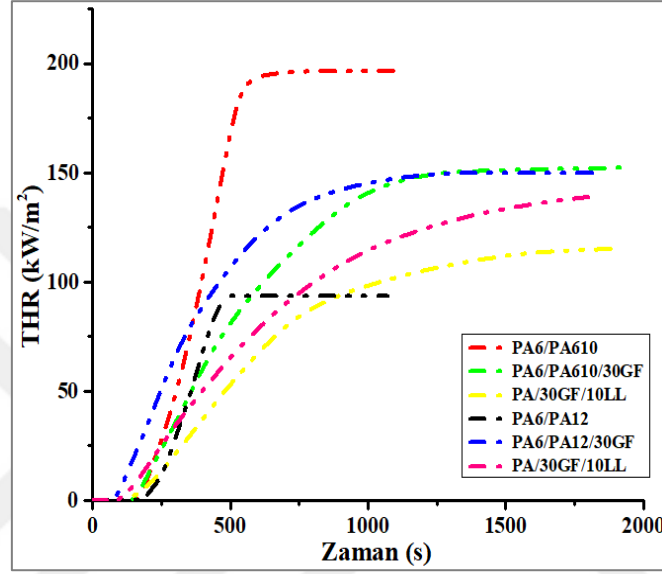
Örnek	PHRR (kW/m ²)	Time to PHRR (s)	Time to Ignition (s)	THR (MJ/m ²)	Mass Loss Rate (g/s.m ²)	Time of MLR (s)
PA6/PA610	698,4	465,0	148,0	196,3	22,8	470,0
PA6/PA610/30GF	258,1	340,0	140,0	152,2	9,5	345,0
PA/30GF/10LL	167,6	375,5	119,0	114,6	6,7	250,0
PA6/PA12	424,4	385,0	127,0	90,3	19,6	385,0
PA6/PA12/30GF	335,9	230,0	78,0	149,8	11,3	225,0
PA/30GF/10LL	196,4	210,0	98,0	139,5	7,2	200,0



Şekil 5.61. PA karışım ve kompozitlerinin HRR sonuçları

Karışım ve kompozitlerin THR eğrileri de Şekil 5.62’te verilmiştir. Şekilde görülebileceği gibi, tüm örneklerin THR değerleri HRR değerleri ile benzer bir eğilimde olduğu görülmektedir. PA6/PA610, PA6/PA610/30GF ve ağırlıkça %10 LL içeren PA6/PA610/30GF içeren örneklerde en yüksek ısı salınım hızı değeri (THR) 196,3 MJ/m² olarak PA6/PA610 bileşenine aittir. Bu karışımlara ağırlıkça %30 GF ve %10 LL ilave edildiğinde kompozitlerin pHRR değerlerinde olduğu gibi THR değerlerinde de düşüş gözlemlenmiştir. Bu azalmaların nedeni de cam elyafın kullanımının matrisin bozunmasını azalttığı ve ligninin aromatik yapılarının daha yüksek kömür kalıntısı

oluşturarak ısı salınımını sınırlandırılması ile açıklanabilir. Ayrıca, yoğunlaştırılmış fazda termal olarak kararlı Na_2SO_4 oluşumu, alttaki polimerden ve polimere ısı ve kütle transferine karşı koruyucu bir bariyer oluşturulmasını destekler, dolayısıyla pHRR, THR diğer yangın parametrelerinin azaltılmasını destekler. Bu sonuçlardan PA karışımlara GF ve ligninin ilavesinin alev geciktirici etkiyi geliştirdiği sonucu varılabilir. (Mandlekar ve diğ., 2017; Mandlekar ve diğ., 2019; Yang ve diğ., 2020)



Şekil 5.62. PA karışım ve kompozitlerinin THR sonuçları

6. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

6.1. PA6/PA610 ve PA6/PA12 Karışımları

PA6/PA610 ve PA6/PA12 karışımlarının mekanik test sonuçları incelendiğinde, PA6/PA610 karışımlarının çekme dayanımı ve çekme modülü saf polimerlerin arasındaki değerleri sergilemiştir. PA6/PA12 karışımlarının çekme dayanımları ise saf polimerlerin dayanımlarının üzerine çıkmıştır. PA karışımların kopma uzaması sonuçları incelendiğinde tüm bileşimler hem saf bileşenlerin sünek doğasını korumuştur ve karışımlarda PA610 ve PA12 içerikleri arttıkça değerler eşit bir şekilde azalmaktadır. %80 PA6 içeren karışımlar diğer karışımlardan ve saf polimerlerden de yüksek uzama değeri sergilemiştir.

PA6/PA610 karışımlarında hem camsı hem kauçugumsu bölgede en yüksek depo modülü değerini 60-40 örneği sergilemiştir. Bu durum PA6 ve PA610 karıştırılması ile enerji depolama yeteneği yüksek malzeme elde edildiğini göstermektedir. PA6/PA12 karışımlarında ise karışımlarda PA12'nin içeriği artması ile depo modülü değerlerinde azalma gözlemlenmiştir. $\tan \delta$ sonuçlarından ise saf polimerlerin ve tüm karışımların tek pik yani tek bir Tg sergiledikleri görülmüştür. Saf polimer birbirlerine yakın Tg değerleri sergilemişler, karışımların Tg değeride iki polimer arasında seyretmiştir.

Karışımların su absorpsiyon analizi sonucu da PA6'ya PA610 ve PA12'nin eklenmesi PA6'nın su absorpsiyon değerini belirgin bir şekilde azaltmıştır.

Karışımların TGA sonuçları incelendiğinde tüm karışımlar tek basamaklı bozunma sergilemiştir. PA6'nın bozunması PA610'nun ilavesi ile yüksek sıcaklıklara kaydığı görülmüştür. PA6/PA12 karışımları için de benzer sonuçlar elde edilmiştir. Tüm örneklerin 700 °C'deki kalıntı miktarları ise bir birine yakın değerler elde edilmiştir.

DSC sonuçlarına göre PA6 221,7 °C, PA610 224,4 °C ve PA12 178,4 °C erime sıcaklığı değeri sergilemiştir. PA6/PA610 karışımları ise saf polimerlerin arasındaki sıcaklık aralığında homojen bir erimeyi temsil eden tek bir erime noktası gözlemlenmiştir. Buradan PA6 ve PA610'un karışabilir olduğu sonucuna varılabilir. PA6/PA12 karışımları ise saf polimerlerle yakın iki tane erime ve kristalizasyon sıcaklıkları sergileyerek, karışımların karışmazlığı hakkında bilgi vermektedir.

PA6/PA610 karışımların SEM sonuçları incelendiğinde her iki karışım için belirgin bir faz ayrımı olmadığı görülmektedir. Bu tarz bir morfoloji, polimerlerin iyi karışabilirliğinin bir göstergesidir. PA6/PA12 karışımlarında ise dağılan faz boyutunun daha da küçük olduğu görülmektedir. Her karışım oranında da uyumluluğun iyi seviyede olduğu söylenebilir.

Reolojik analiz sonuçları incelendiğinde PA6 düşük frekanslarda Newtonian bir davranış gösterirken, yüksek frekansta Newtonian olmayan davranış sergilemiştir. Diğer saf polimer ve bütün karışım eriyikleri Newtonian olmayan davranış göstermiş ve viskozite frekansla azalmıştır.

Hazırlanan PA karışımları arasında ana kriter olarak mekanik ve su absorpsiyon analiz sonuçları göz önünde bulundurularak, GF eklemesi etkisinin incelenmesi için 60-40 oranındaki PA6/PA610 ve PA6/PA12 matrisleri seçilmiştir.

6.2. GF Takviyeli PA6/PA610 ve PA6/PA12 Kompozitleri

Seçilen matrislere ağırlıkça %10-40 oranlarında GF eklenmiştir ve üretilen kompozitlerin karakterizasyon testleri yapılmıştır. Hazırlanan kompozit örneklerin çekme testinde, genel olarak GF miktarının artması ile doğru orantılı olarak çekme dayanımının ve çekme modülünün arttığı gözlemlenmiştir. GF takviyeli PA6/PA610 ve PA6/PA12 kompozitleri karşılaştırıldığında en yüksek çekme dayanımı değerleri iki karışım için de %30 GF yüklemesinde elde edilmiştir ve bu değerler sırasıyla 119,3MPa ve 115,4 MPa'dır. Kopma uzaması sonuçları GF ilavesi ile PA matrisli kompozitlerin kopma uzama değerleri azalmıştır. Matrisin kopma uzaması değeri PA6/PA610 için %402,3 ve PA6/PA12 için 535,2 iken, GF yüklemesi ile bu değerler %7,0 ve %6,0'ye kadar azalmıştır.

GF takviyeli PA kompozitlerin termo-mekanik özelliklerini DMA ile analiz edilmiştir. Bütün örnekler camsı geçiş sıcaklığı altında yüksek depo modülü değeri göstermiştir. Bunun nedeni bu sıcaklık aralığında (25-40 °C) kompozitlerin camsı halde olması ve zincirlerin çoğunun donmuş, hareketsiz olmasındandır. GF ilavesi 60-40 oranındaki PA6/PA610 ve PA6/PA12 karışımlarının depo modülünü yaklaşık 2,5 kat arttırmıştır. Bu artışın nedeni rijit bir malzemenin yapıya eklenmesi le kompozitin sertliği artmasıdır. PA

matrislerine elyaf eklenmesi polimer moleküllerinin hareketini kısıtlayarak $\tan \delta$ tepe yüksekliğini azaltmıştır. PA6/PA610 ve PA6/PA12 karışımlarına eklenen GF miktarının artması ile Tg sıcaklıklarında artış gözlemlenmiştir.

TGA sonuçları incelendiğinde genel olarak ısı kararlılığı yüksek olan GF PA karışımlarının da ısı kararlılıklarını arttırmıştır. Kompozitlerde GF içeriğinin artması ile kalıntı miktarlarının da arttığı sonuçlardan görülmüştür. PA karışımlarının GF eklenmesi durumundaki ısı kararlılıkları kıyaslandığında, arada çok fazla fark olmamakla beraber PA6/PA610 PA6/PA12'ye göre daha iyi ısı kararlılık gösterdiği gözlemlenmiştir.

DSC sonuçları değerlendirildiğinde cam elyaf takviyesi PA kompozitlerin T_m ve T_c değerlerini önemli ölçüde etkilememiştir. Artan cam elyaf miktarı ile % X_c değerlerinde azalma gözlemlenmiştir. Liflerin artan yükleme oranında polimer zincirleri arasındaki sürtünme artar ve lif kristal büyümesinde polimer zincirlerinin hareketliliğini engeller, bu da kompozitin % X_c değerlerini azaltabilir.

SEM görüntüleri incelendiğinde matris ile GF arasında uygun bir dağılımın ve arayüzey etkileşiminin olduğu gözlemlenmiştir. Bunu çekme sonuçları doğrulamaktadır. PA6/PA610 ve PA6/PA12 karışımlarına eklenen GF'in SEM görüntüleri kıyaslandığında kompozitlerde lif ve matris arasında daha iyi yapışma olduğundan ayrılma yüzeyleri görülmemektedir. Ancak %40 GF içeren PA6/PA610 kompozitinde belirgin bir şekilde çekme sırasında matristen ayrılan lif ve bu liflerin oluşturduğu boşluklar görülmektedir. Bu ayrılmanın sonucu da kompozitin çekme dayanımındaki düşüşe neden olmuştur. Bu durum PA6/PA12 kompozitinde gözlemlenmemiştir ve çekme dayanımı da bunu desteklemektedir.

Reoloji analiz sonucunda, GF yüklemesi ile kompleks viskozitenin yükselme eğiliminde olduğu görülmüştür. Tüm frekanslarda, PA kompozitlerin kompleks viskozitesi, PA karışımlarından daha yüksektir. Kompozitlerin kompleks viskozite değerleri düşük frekanslarda belirgin şekilde yüksektir, bu da polimer zincirlerinin gevşemesinin GF tarafından kısıtlandığını göstermektedir.

6.3. PA/GF/LL Kompozitleri

PA kompozitlerine eklenen lignin miktarının çekme dayanımı üzerine etkisi karşılaştırıldığında, genel olarak lignin kompozitlerin çekme dayanımlarını olumsuz yönde de etkilemediği ve kompozitlerin çekme dayanımı değerlerini koruduğu görülmüştür. Kopma uzaması değerlerinde belirgin bir artış sağlamamıştır. Bu da lignin eklendiğinde kompozitlerin kopma uzaması özelliklerini de koruduğu sonucuna varılmıştır.

Termo-mekanik sonuçlar incelendiğinde, Lignin eklenmesi ile en yüksek depo modülü değerleri %7,5 ve %10 yükleme oranlarında elde edilmiştir. %5 yükleme oranında ise belirgin bir artış sağlamamıştır. PA, GF-LL kompozitleri kıyaslandığında, en yüksek depo modülü değerini PA6/PA610/GF kompozitine ağırlıkça %10 LL sağladığı görülmektedir. PA/GF/LL kompozitlerinde lignin oranı arttıkça $\tan \delta$ eğrisinin pik yükseklikleri PA/GF kompozitlerinin pik yüksekliklerine göre artmıştır. Sonuçlar incelendiğinde $\tan \delta$ pik yüksekliklerine göre PA6/PA610/GF/LL kompozitleri için en iyi bağlanmayı %5 LL ve %7,5 LL, PA6/PA12/GF/LL kompoziti için %5 LL yükleme oranı sağlamıştır. En zayıf bağlanmayı da PA6/PA610/GF/LL kompozit için %10 LL, PA6/PA12/GF/LL kompoziti için %7,5 LL ve %10 LL yükleme oranının sağladığı görülmüştür.

TGA sonuçları incelendiğinde PA'lara göre ligninin daha düşük ısı kararlılığı nedeniyle, lignin içeriği arttıkça PA/GF kompozitlerin ısı kararlılıklarının azaldığı belirlenmiştir. Lignin yüklemesinin bir fonksiyonu olarak bozunma başlangıç sıcaklık değerlerinde azalma gözlemlenmektedir. Ek olarak, lignin miktarının artırılması, kütle kaybı oranını yavaşlatır, dolayısıyla test sonunda daha yüksek miktarda kömür kalıntısı elde edilmiştir.

SEM sonuçları incelendiğinde matris ile GF-LL arasında uygun bir dağılımın olduğu gözlenmiştir. Ancak lignin içeriğinin artması ile topaklaşmalar meydana geldiği görülmüştür. Bu topaklaşma da kompozitin mekanik özelliğini ters yönde etkilemektedir. Bu durumu çekme sonuçları doğrulamaktadır. GF takviyeli PA6/PA610 ve PA6/PA12 karışımlarına eklenen ligninin SEM sonuçları kıyaslandığında kompozitlerde matris GF-LL arasında daha iyi dağılım olduğundan belirgin bir ayrılma yüzeyleri görülmemektedir. Ancak ağırlıkça %10 LL içeren PA6/PA610/GF kompozitinde belirgin bir şekilde

topaklaşmalar görülmüştür. Bu topaklaşmanın sonucu da kompozitin çekme dayanımındaki düşüğe neden olmuştur. Bu durum PA6/PA12/GF kompozitinde gözlemlenmemiştir ve çekme dayanımı da bunu desteklemektedir.

PA/GF/LL kompozitlerinin kompleks viskozitesi sonuçlarında lignin artması ile viskozitede artış görülmüştür. Ligninin varlığı, normal polimer akışını bozar ve zincir segmentlerinin hareketliliğini engeller; bu nedenle dolgu maddesi miktarı ile doldurulmuş polimerin viskozitesi artar.

LOI sonuçları incelendiğinde PA kompozitlerine farklı oranlarda eklenen ligninin etkisinin sonuçları değerlendirildiğinde, genel olarak iki PA kompozitlerinin de LOI değerini azaltmıştır. Ancak lignin ilavesi yanma süresini belirgin bir şekilde kısaltmıştır ve örnekler yanma sınırını geçmemiştir.

UL-94 sonuçları incelendiğinde 60-40 oranındaki PA karışımların ve GF takviyeli kompozitler V2 yanmazlık sınıfını göstermiştir. Bu örnekler uzun süre yanmış ve damlama yaparak pamuğu tutuşturmuştur. PA/GF/LL kompozitlerinde lignin içeriğinin artmasıyla yanma süreleri kısalmıştır ve damlama da görülmemiştir. Özellikle, ağırlıkça %10 LL içeren kompozitler, toplam yanma süresinde önemli bir azalma göstermiş ve V1 sınıfına ulaşmıştır.

Konik kalorimetre sonuçları PA karışımlarına eklenen GF ve ligninin yanma özelliklerini belirlemede önemli parametreler olan THR ve pHRR değerlerinde düşüş sergileyerek malzemenin yanmazlık özelliğini geliştirdiğini göstermiştir. Özellikle PA6/PA610 karışımına eklenen GF ve LL pHRR'yi %76,0 ve THR'yi %41,6 kadar düşürmüştür. Sonuç olarak, PA karışımlarında yanmazlık özelliği geliştirmede lignin kullanımı oldukça umut verici görünmektedir.

KAYNAKLAR

- Ajdary, R., Kretzschmar, N., Baniasadi, H., Trifol, J., Seppälä, J. V., Partanen, J. ve Rojas, O. J. (2021). Selective Laser Sintering of Lignin-Based Composites. *ACS Sustainable Chemistry and Engineering*, 9(7), 2727–2735.
- Altun Y. (2015). Improvement of Mechanical and Flame Retardancy Properties of Biocomposites Based on Low Density Polyethylene and Polylactic Acid. Ph.D Thesis, Middle East Technical University, Polymer Science and Technology, Ankara, 383102.
- An, H. J., Kim, J. S., Kim, K. Y., Lim, D. Y. ve Kim, D. H. (2014). Mechanical and thermal properties of long carbon fiber-reinforced polyamide 6 composites. *Fibers and Polymers*, 15(11), 2355–2359.
- Andrea Birch, Charles Dal Castel, Alper Kiziltas, D. M. and L. S. (2015). Development of Cost Effective and Sustainable Polyamide Blends for Automotive Applications. *SPE ACCE* September 9-10, 2015
- Arboleda-Clemente, L., Ares-Pernas, A., García-Fonte, X. X. ve Abad, M. J. (2016). Water sorption of PA12/PA6/MWCNT composites with a segregated conductive network: structure–property relationships. *Journal of Materials Science*, 51(18), 8674–8686.
- Arboleda-Clemente, L., Ares-Pernas, A., García, X., Dopico, S. ve Abad, M. J. (2017). Segregated conductive network of MWCNT in PA12/PA6 composites: Electrical and rheological behavior. *Polymer Composites*, 38(12), 2679–2686.
- Arsad, A., Rahmat, A. R., Hassan, A. ve Iskandar, S. N. (2010). Mechanical and rheological properties of PA6/ABS blends - With and without short glass fiber. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 29(18), 2808–2820.
- Bataev A.A., B. B. A. (2002). *Composite Materials Construction, Production, Application* (1st ed.). Novosibirsk: Novosibirsk State Technical University.
- Bellenger, V. (2006). Thermal and mechanical fatigue of a PA66 / glass fibers composite material. *International Journal of Fatigue*, 28, 1348–1352.
- Beşergil B. (2015). *Enstrumental Analiz Temel İlkeler* (1.Baskı.). Ankara: Gazi Kitabevi.
- Bondaletova L.I. (2013). *Polymer Composite Materials (Part 1)* (1st ed.). Tomsk: Tomsk Polytechnic University Publishing House.
- Bower D.I. (2002). *An Introduction to Polymer Physics* (1st ed.). United Kingdom: Cambridge University Press.
- Braun D., Cherdron H., R. H. (2001). *Polymer Synthesis: Theory and Practice* (3rd ed.). New York: Springer Berlin Heidelberg.

- Buchenauer A. (2016). *Wood Fiber Polyamide Composites for Automotive Applications*. Master Thesis, Waterloo University, Chemical Engineering, Ontario, Canada.
- Calvo-Flores, F. G. ve Dobado, J. A. (2010). Lignin as Renewable Raw Material. *ChemSusChem*, 3(11), 1227–1235.
- Çelebi N. (2009). Reoloji. *Modern Farmasötik Teknoloji* içinde (ss. 392–405). Ankara: TEB Eczacılık Akademisi.
- Chaichanawong, J., Thongchuea, C. ve Areerat, S. (2016). Effect of moisture on the mechanical properties of glass fiber reinforced polyamide composites. *Advanced Powder Technology*, 27(3), 898–902.
- Chawla K.K. (1998). *Composite Materials* (2nd ed.). New York: Springer- Verlag New York, Ins.,.
- Chen, Y. ve Wang, Q. (2006). Preparation, properties and characterizations of halogen-free nitrogen-phosphorous flame-retarded glass fiber reinforced polyamide 6 composite. *Polymer Degradation and Stability*, 91(9):2003-2013.
- Demirel M. (2007). *Cam Elyaf Takviyeli Poliester Kompozitlere Yanmazlık Özelliği Kazandırılması*. Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimler Enstitüsü, Ankara, 200047.
- Ekici E., Pazarkaya İ., Nas E. (2016). *Plastik Enjeksiyon Kalıpcılığı* (2.baskı.). Ankara: Seçkin Yayıncılık.
- EL-Wazery, M. S., EL-Elamy, M. I. ve Zoalfakar, S. H. (2017). Mechanical properties of glass fiber reinforced polyester composites. *International Journal of Applied Science and Engineering*, 14(3), 121–131.
- Ersoy H.Y. (2001). *Kompozit Malzeme* (1.Baskı.). İstanbul: Literatür Yayıncılık.
- Essabir, H., Rodrigue, D., Bouhfid, R. ve Qaiss, A. el K. (2018). Effect of nylon 6 (PA6) addition on the properties of glass fiber reinforced acrylonitrile-butadiene-styrene. *Polymer Composites*, 39(1), 14–21.
- F.W.Billmeyer. (1962). *Textbook of Polymer Science* (2nd ed.). New York and London: John Wiley&Sons, LTD.
- Feofilova, E.P.,Mysyakina, I. S. (2016). Lignin: chemical structure, biodegradation, practical use (review). *Applied Biochemistry and Microbiology*, 52(6), 559–569.
- Gao, Y., Qu, W., Liu, Y., Hu, H., Cochran, E. ve Bai, X. (2019). Agricultural residue-derived lignin as the filler of polylactic acid composites and the effect of lignin purity on the composite performance. *Journal of Applied Polymer Science*, 136(35), 47915.
- Gerengi H., G. H. (2021). *Plastik Malzeme Teknolojisi* (2.baskı.). Ankara: Seçkin Yayıncılık.

- Groover M.P. (2011). *Principles of Modern Manufacturing* (4th ed.). New York: John Wiley&Sons, LTD.
- Guzman, V. A. ve Brøndsted, P. (2015). Effects of moisture on glass fiber-reinforced polymer composites. *Journal of Composite Materials*, 49(8), 911–920.
- Hull D. Clyne T.W. (1996). *An Introduction to Composites Materials* (2nd ed.). Cambridge: Cambridge University Press.
- Indra Reddy, M., Anil Kumar, M. ve Rama Bhadri Raju, C. (2018). Tensile and Flexural properties of Jute, Pineapple leaf and Glass Fiber Reinforced Polymer Matrix Hybrid Composites. *Materials Today: Proceedings*, 5(1), 458–462.
- James E. Mark. (1998). *Polymer Data Handbook*. New York: Oxford University Press, Inc.
- Karsakova E.V., K. T. P. (2008). Properties and Applications of Various Types of Polyamides. *Achievements in Chemistry and Chemical Technology*, 5(85), 10–13.
- Karsli, N. G. ve Aytac, A. (2013). Tensile and thermomechanical properties of short carbon fiber reinforced polyamide 6 composites. *Composites Part B: Engineering*, 51, 270–275.
- Kawak, B. J., Cabon, B. H. ve Aglietti, G. S. (2017). Innovative viscoelastic material selection strategy based on dma and mini-shaker tests for spacecraft applications. *Acta Astronautica*, 131, 18–27.
- Kaya M. (2005). *Plastik ve Katkı Maddeleri* (2.baskı.). İstanbul: Birsen Yayınevi.
- Kolosova A.S., Sokolskaya M.K., Vitkalova I.A., Torlova A.S., P. E. . (2018). Modern Polymer Composite Materials and their Application. *International Journal of Applied and Fundamental Research*, 5(1), 245–256.
- Koncar, V. (2019). Smart textiles for monitoring and measurement applications. *Smart Textiles for In Situ Monitoring of Composites*, 1–151.
- Krause, B., Kroschwald, L. ve Pötschke, P. (2019). The Influence of the Blend Ratio in PA6/PA66/MWCNT Blend Composites on the Electrical and Thermal Properties. *Polymers*, 11(1), 122.
- Laurichesse, S. ve Avérous, L. (2014). Progress in Polymer Science Chemical modification of lignins : Towards biobased polymers. *Progress in Polymer Science*, 39(7), 1266–1290.
- Law, R. J., Allchin, C. R., Boer, J. De, Covaci, A., Herzke, D., Lepom, P., ... Wit, C. A. De. (2006). Levels and trends of brominated flame retardants in the European environment, 64, 187–208.
- Levchik S. (2007). Introduction to Flame Flammability. *Flame Retardant Polymer Nanocomposites içinde* (ss. 1–30). New York: John Wiley&Sons, Ins.

- Li, Y. ve Shimizu, H. (2004). Novel morphologies of poly(phenylene oxide) (PPO)/polyamide 6 (PA6) blend nanocomposites. *Polymer*, 45(22), 7381–7388.
- Liang, J., Xu, Y., Wei, Z., Song, P., Chen, G. ve Zhang, W. (2014). Mechanical properties, crystallization and melting behaviors of carbon fiber-reinforced PA6 composites. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 115(1), 209–218.
- Liao, G., Li, Z., Cheng, Y., Xu, D., Zhu, D., Jiang, S., ... Zhu, Y. (2018). Properties of oriented carbon fiber/polyamide 12 composite parts fabricated by fused deposition modeling. *Materials and Design*, 139, 283–292.
- Lingesh, B. V., Rudresh, B. M. ve Ravikumar, B. N. (2014). Effect of Short Glass Fibers on Mechanical Properties of Polyamide66 and Polypropylene (PA66/PP) Thermoplastic Blend Composites. *Procedia Materials Science*, 5, 1231–1240.
- Liu, K., Madbouly, S. A., Schrader, J. A., Kessler, M. R., Grewell, D. ve Graves, W. R. (2015). Biorenewable polymer composites from tall oil-based polyamide and lignin-cellulose fiber. *Journal of Applied Polymer Science*, 132(48).
- Liu, M. H., Li, R., Wang, G., Hou, Z. Y. ve Huang, B. (2016). Morphology and dynamic mechanical properties of long glass fiber-reinforced polyamide 6 composites. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 126(3), 1281–1288.
- Mandlekar, N., Cayla, A., Rault, F., Giraud, S., Salaün, F., Malucelli, G. ve Guan, J. (2017). Thermal Stability and Fire Retardant Properties of Polyamide 11 Microcomposites Containing Different Lignins. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 56(46), 13704–13714.
- Mandlekar, Neeraj, Cayla, A., Rault, F., Giraud, S., Salaün, F. ve Guan, J. (2019). Valorization of industrial lignin as biobased carbon source in fire retardant system for polyamide 11 blends. *Polymers*, 11(1), 180.
- Mann D., Van den Bos J.S., W. A. (1999). *Automotive Plastics & Composites* (2nd ed.). Oxford, United Kingdom: Elsevier Advanced Technology.
- Marset, D., Dolza, C., Boronat, T., Montanes, N., Balart, R., Sanchez-Nacher, L. ve Quiles-Carrillo, L. (2020). Injection-Molded parts of partially biobased polyamide 610 and biobased halloysite nanotubes. *Polymers*, 12(7), 1–15.
- Martin A.M. (2013). Fiber Reinforced Polymers. *Introduction of Fibre-Reinforced Polymers – Polymers and Composites: Concepts, Properties and Processes* içinde . San Luis, Argentina: IntechOpen.
- McKeen, L. W. (2008). *The Effect of Temperature and other Factors on Plastics and Elastomers* (2nd ed.). USA: William Andrew Inc.
- Menard K., M. N. (2020). *Dynamic Mechanical Analysis* (3rd ed.). India: CRC Press.

- Morampudi, P., Namala, K. K., Gajjela, Y. K., Barath, M. ve Prudhvi, G. (2021). Review on glass fiber reinforced polymer composites. *Materials Today: Proceedings*, 43, 314–319.
- Moran, C. S., Barthelon, A., Pearsall, A., Mittal, V. ve Dorgan, J. R. (2016a). Biorenewable blends of polyamide-4,10 and polyamide-6,10. *Journal of Applied Polymer Science*, 133(45).
- Ngo, T.-D. (2020). Introduction to Composite Materials. *Composite and Nanocomposite Materials From Knowledge to Industrial Applications* içinde (1st ed.). London: IntechOpen.
- Nuruzzaman, D. M., Iqbal, A. K. M. A., Oumer, A. N., Ismail, N. M. ve Basri, S. (2016). Experimental investigation on the mechanical properties of glass fiber reinforced nylon. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 114(1).
- Nuruzzaman, D. M., Kusaseh, N. M., Ismail, N. M., Asif Iqbal, A. K. M., Rahman, M. M., Azhari, A., ... Shin Yi, C. (2019). Influence of glass fiber content on tensile properties of polyamide-polypropylene based polymer blend composites. *Materials Today: Proceedings*, 29, 133–137.
- Özkan T.O., Yörücü H. (1986). Taramalı Elektron Mikroskopu Laboratuvar Çalışmaları. TÜBİTAK MAM.
- Pagacz, J., Raftopoulos, K. N., Leszczyńska, A. ve Pielichowski, K. (2016). Bio-polyamides based on renewable raw materials. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 123(2), 1225–1237.
- Pardo, S. G., Bernal, C., Ares, A., Abad, M. J. ve Cano, J. (2010). Rheological, thermal, and mechanical characterization of fly ash-thermoplastic composites with different coupling agents. *Polymer Composites*, 31(10), 1722–1730.
- Rajak, D., Pagar, D., Menezes, P. ve Linul, E. (2019b). Fiber-Reinforced Polymer Composites: Manufacturing, Properties, and Applications. *Polymers*, 11(10), 1667.
- Reed, K. E. (1980). Dynamic mechanical analysis of fiber reinforced composites. *Polymer Composites*, 1(1), 44–49.
- Réti, C., Casetta, M., Duquesne, S., Bourbigot, S. ve Delobel, R. (2008). Flammability properties of intumescent PLA including starch and lignin. *Polymers for Advanced Technologies*, 19(6), 628–635.
- Ruehle, D. A., Perbix, C., Castañeda, M., Dorgan, J. R., Mittal, V., Halley, P. ve Martin, D. (2013). Blends of biorenewable polyamide-11 and polyamide-6,10. *Polymer*, 54(26), 6961–6970. doi:10.1016/j.polymer.2013.10.013
- Saçak M. (2014). *Polimer Teknolojisi* (3.baskı.). Ankara: Gazi Kitabevi.

- Safari, M., Otaegi, I., Aramburu, N., Wang, Y., Liu, G., Dong, Müller, A. J. (2021). Composition dependent miscibility in the crystalline state of polyamide 6 /polyamide 4,10 blends: From single to double crystalline blends. *Polymer*, 219(October 2020), 123570.
- Şahin Y. (2006). *Kompozit Malzemelere Giriş* (1.baskı.). Ankara: Seçkin Yayıncılık.
- Şahin Y. (2019). *Kompozit Malzemelere Giriş. Polymers* (1.Baskı., C. 11). Ankara: Gazi Kitabevi.
- Sallem-Idrissi, N., Van Velthem, P. ve Sclavons, M. (2018). Fully Bio-Sourced Nylon 11/Raw Lignin Composites: Thermal and Mechanical Performances. *Journal of Polymers and the Environment*, 26(12), 4405–4414.
- Sallem-Idrissi, Naïma, Sclavons, M., Debecker, D. P. ve Devaux, J. (2016). Miscible raw lignin/nylon 6 blends: Thermal and mechanical performances. *Journal of Applied Polymer Science*, 133(6), 1–10.
- Salmoria, G. V., Leite, J. L., Vieira, L. F., Pires, A. T. N. ve Roesler, C. R. M. (2012). Mechanical properties of PA6/PA12 blend specimens prepared by selective laser sintering. *Polymer Testing*.
- Salmoria, Gean V, Leite, J. L. ve Lago, A. (2007). The manufacturing and mechanical properties of PA6/PA12 blends by selective laser sintering. *Anais do 9o Congresso Brasileiro de Polímeros*.
- Sanjay, M. ve Yogesha, B. (2017). Studies on Natural/Glass Fiber Reinforced Polymer Hybrid Composites: An Evolution. *Materials Today: Proceedings*, 4(2), 2739–2747.
- Sathishkumar, T., Satheeshkumar, S. ve Naveen, J. (2014). Glass fiber-reinforced polymer composites – a review. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 33(13), 1258–1275.
- Senturk, O., Senturk, A. E. ve Palabiyik, M. (2018). Evaluation of hybrid effect on the thermomechanical and mechanical properties of calcite/SGF/PP hybrid composites. *Composites Part B: Engineering*, 140(December 2017), 68–77.
- Shi, Y. (2016). Phase behavior of polyamide 6/612 blends. *Plastics Engineering*, 72(4), 46–49.
- Skoog D.A., L. J. J. (1992). *Principles of Instrumental Analysis* (4th ed.). USA: Saunders College.
- Skoog D.A, H. F. . (1998). *Principles of Instrumental Analysis* (5th ed.). United State of America: Saunders College.
- Stanzione, J. ve La Scala, J. (2016). Biorenewable blends of polyamide-4,10 and polyamide-6,10. *Journal of Applied Polymer Science*, 133(45).

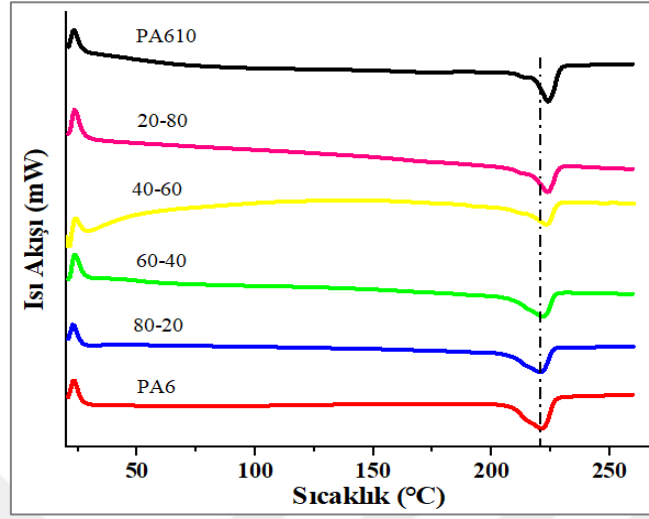
- Strong A.B. (2006). *Plastics: Material and Processing* (3rd ed.). New Jersey: Phoenix Color Corp.
- Sultan L. (2018). *Determination of the thermal behaviour of PET bottle by using the Differential Scanning Calorimetry (DSC)*. Bangladesh.
- Taşdemir M. (2018). *Plastik Malzemelerin Test Teknikleri* (1.Baskı.). Ankara: Seçkin Yayıncılık.
- Taşdemir M. (2019). *Ticari Plastikler* (1.Baskı.). Ankara: Seçkin Yayıncılık.
- Taşdemir M. (2020). *Plastik İşleme Teknolojisi* (1.baskı.). Ankara: Seçkin Yayıncılık.
- Taşkın M. (2014). Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM). Seramik Malzemelerin Karakterizasyonu, Deney Föyü Çalışması: Fırat Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi.
- Thakur, V. K., Thakur, M. K., Raghavan, P. ve Kessler, M. R. (2014). Progress in Green Polymer Composites from Lignin for Multifunctional Applications: A Review.
- Thomason, J. L. ve Ali, J. Z. (2009). The dimensional stability of glass-fibre reinforced polyamide 66 during hydrolysis conditioning. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*.
- Turkmen, E. T. Ü., N, S. H. Y. ve Lesen, M. G. Ü. (2017). Investigation of Properties of Glass Fiber and Rubber Filled PA6 Polymer, 7575, 15–23.
- Ulusoy U. (2016). Bazalt ve Cam Elyaf Takviyeli Biyo-Bazlı Poliamid Kompozit Malzemelerin Hazırlanması ve Özelliklerinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Yalova Üniversitesi, Polimer Mühendisliği Anabilim Dalı, Yalova, 445014.
- Unal, H. ve Mimaroglu, A. (2012). Mechanical and morphological properties of mica and short glass fiber reinforced polyamide 6 composites. *International Journal of Polymeric Materials and Polymeric Biomaterials*, 61(11), 834-846
- Upton, B. M. ve Kasko, A. M. (2018). Strategies for the Conversion of Lignin to High-Value Polymeric Materials : Review and Perspective,
- Uslu İ. (2016). Termik Analiz Yöntemleri. Malzeme Karakterizasyonu Ders Notları: Fırat Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi.
- Usta N., T. H. (2013). Termoplastik Poliüretan (TPU) Malzemelerin UL-94 ve Konik Kalorimetre ile Yanma Davranışlarının İncelenmesi. *Plastik ve Ambalaj Teknolojisi*, 185, 64–68.
- Weitz, D., Wyss, H. ve Larsen, R. (2007). Oscillatory rheology: Measuring the viscoelastic behaviour of soft materials. *GIT laboratory journal Europe*, 11(3–4), 68–70.

- Wu, S. H., Wang, F. Y., Ma, C. C. M., Chang, W. C., Kuo, C. T., Kuan, H. C. ve Chen, W. J. (2001). Mechanical, thermal and morphological properties of glass fiber and carbon fiber reinforced polyamide-6 and polyamide-6/clay nanocomposites. *Materials Letters*, 49(6), 327–333.
- Yang, H., Yu, B., Xu, X., Bourbigot, S., Wang, H. ve Song, P. (2020). Lignin-derived bio-based flame retardants toward high-performance sustainable polymeric materials. *Green Chemistry*, 22(7), 2129–2161.
- Yang, Z., Peng, H., Wang, W. ve Liu, T. (2010). Crystallization behavior of poly(ϵ -caprolactone)/layered double hydroxide nanocomposites. *Journal of Applied Polymer Science*, 116(5), 2658–2667.
- Zeng, N., Bai, S. L., G'Sell, C., Hiver, J. M. ve Mai, Y. W. (2002). Study on the microstructures and mechanical behaviour of compatibilized polypropylene/polyamide-6 blends. *Polymer International*, 51(12), 1439–1447.
- Zhang, M., Buekens, A. ve Li, X. (2016). Brominated flame retardants and the formation of dioxins and furans in fires and combustion, 304, 26–39.
- Zuhudi, N. Z. M., Lin, R. J. ve Jayaraman, K. (2016). Flammability, thermal and dynamic mechanical properties of bamboo–glass hybrid composites. *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 29(9), 1210–1228.

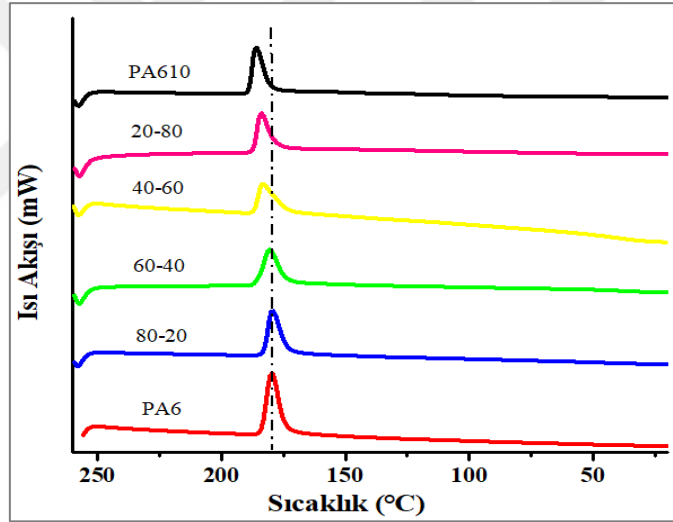


EKLER

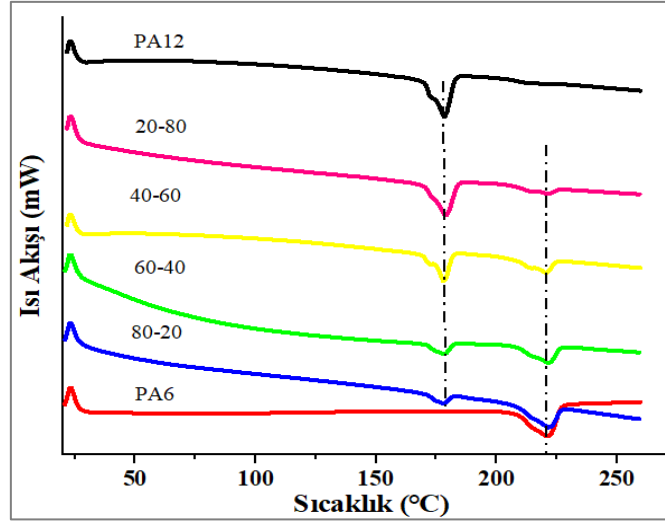
Ek-A



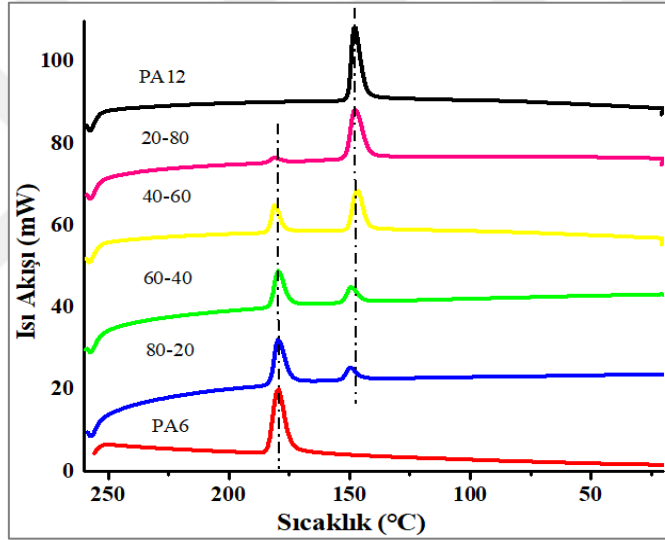
Şekil A.1. PA6/PA610 karışımlarının DSC eğrileri (ikinci ısıtma taraması)



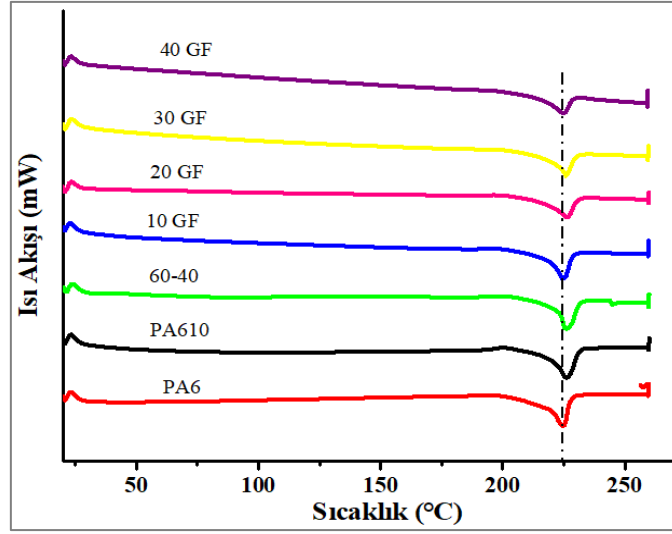
Şekil A.2. PA6/PA610 karışımlarının DSC eğrileri (soğutma taraması)



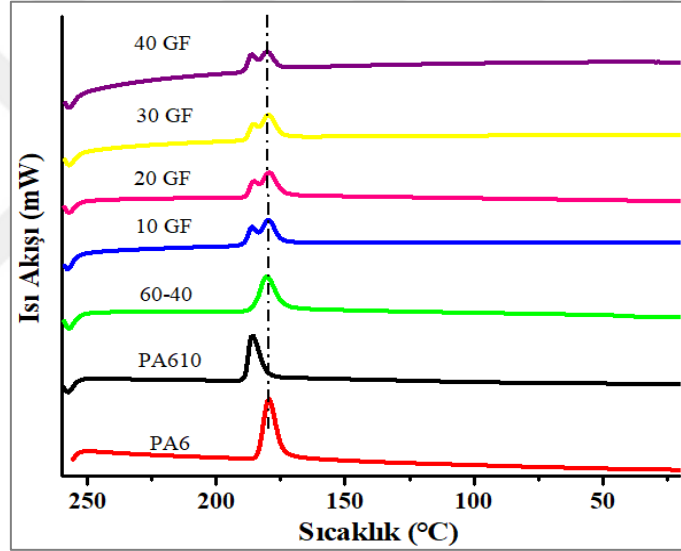
Şekil A.3. PA6/PA12 karışımlarının DSC eğrileri (ikinci ısıtma taraması)



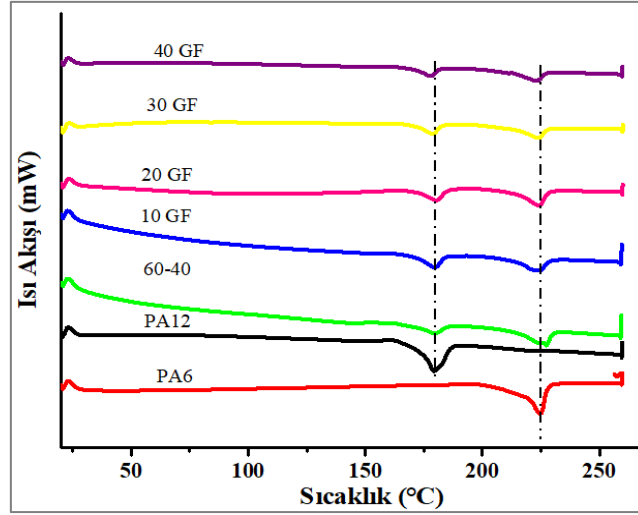
Şekil A.4. PA6/PA12 karışımlarının DSC eğrileri (soğutma taraması)



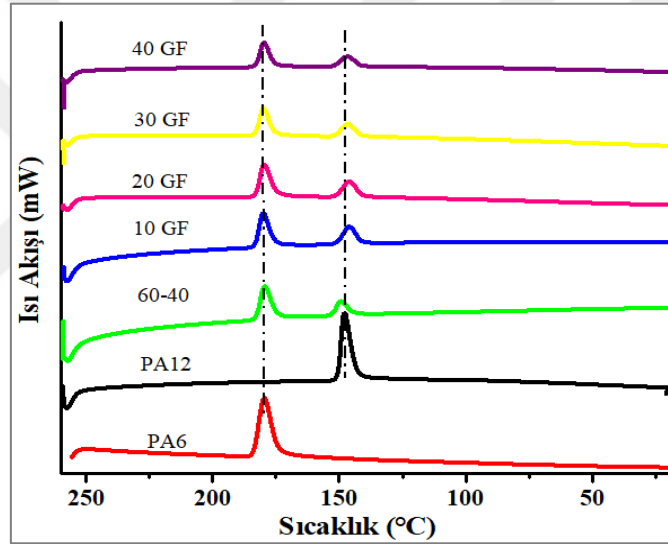
Şekil A.5. PA6/PA610/GF kompozitlerinin DSC eğrileri (ikinci ısıtma taraması)



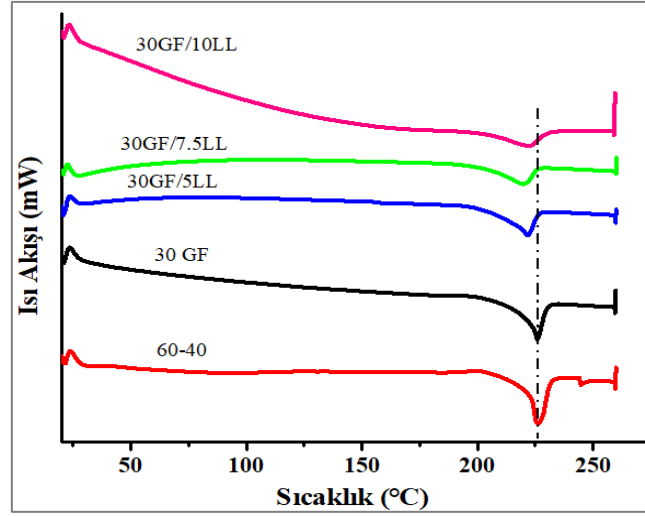
Şekil A.6. PA6/PA610/GF kompozitlerinin DSC eğrileri (soğutma taraması)



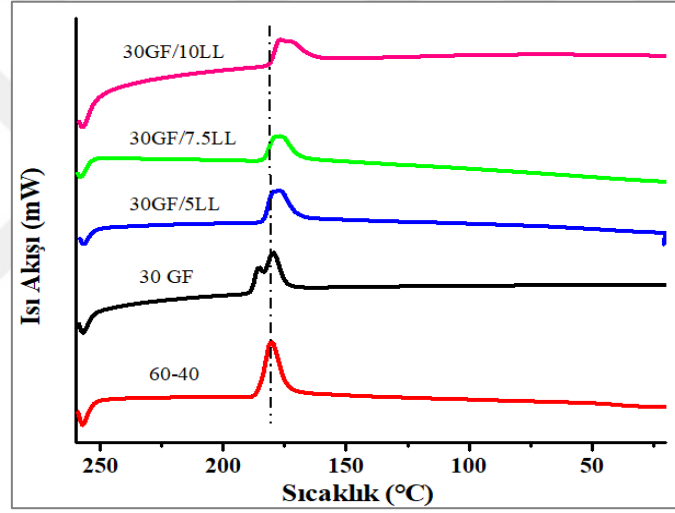
Şekil A.7. PA6/PA12/GF kompozitlerinin DSC eğrileri (ikinci ısıtma taraması)



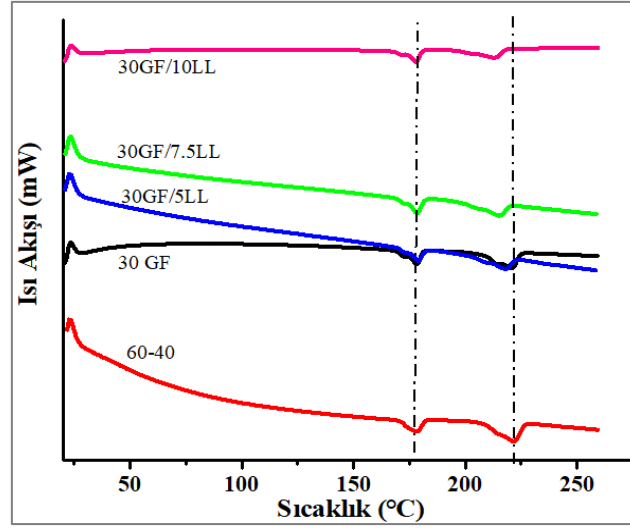
Şekil A.8. PA6/PA12/GF kompozitlerinin DSC eğrileri (soğutma taraması)



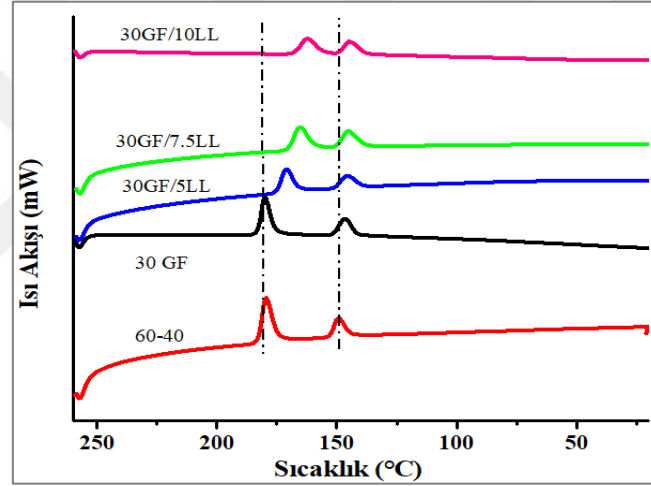
Şekil A.9. PA6/PA610/GF/LL kompozitlerinin DSC eğrileri (ikinci ısıtma taraması)



Şekil A.10. PA6/PA610/GF/LL kompozitlerinin DSC eğrileri (soğutma taraması)



Şekil A.11. PA6/PA12/GF/LL kompozitlerinin DSC eğrileri (ikinci ısıtma taraması)



Şekil A.12. PA6/PA12/GF/LL kompozitlerinin DSC eğrileri (soğutma taraması)

KİŞİSEL YAYIN VE ESERLER

Artykbaeva E., Uçpınar Durmaz B., Aytaç A. (2021). "Preparation of PA6/PA610 Blends and Investigation of the Properties", *EUROASIA Congress on Scientific Researches and Recent Trends-VIII*, Zambales, Philippines, 2-4 August 2021

Artykbaeva E., Uçpınar Durmaz B., Aytaç A. (2021). "Investigation of Properties of Glass Fiber Reinforced PA6/PA610 Composites", *ASTANA International Conference on Scientific Research*, Nur-Sultan, Kazakhstan, 23-24 October, 2021.

Uçpınar Durmaz B., **Artykbaeva E.**, Aytaç A. (2021). "A Study on Carbon Fiber Reinforced Polyamide 11/Poly(lactic Acid) Composites", *ASTANA International Conference on Scientific Research*, Nur-Sultan, Kazakhstan, 23-24 October, 2021.

Uçpınar Durmaz B., **Artykbaeva E.**, Aytaç A. (2022). 'Bio-based Polyamide 11/Poly(lactic acid) blend: effect of graphene nanoplatelet reinforcement', 5th International Conference on Innovative Studies of Contemporary Sciences, Tokyo, Japan, 14-16 January, 2022

ÖZGEÇMİŞ

Orta ve lise öğrenimini Corobek Satılganov Lisesinde tamamladı. 2014 yılında Kırgızistan-Türkiye “Manas” Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Kimya Mühendisliği bölümünde lisans eğitimine başladı ve 2019 yılında mezun oldu. 2019 yılında Kocaeli Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı’nda başladığı yüksek lisans eğitimine halen devam etmektedir.

