

DOKUZ EYLÜL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**EPOKSİ KAPLAMALARDA FARKLI
KATKILAR KULLANARAK ELEKTRİKSEL,
TERMAL VE MEKANİK ÖZELLİKLERİN
GELİŞTİRİLMESİ**

Funda DENİZ

Ocak,2023

İZMİR

**EPOKSİ KAPLAMALARDA FARKLI
KATKILAR KULLANARAK ELEKTRİKSEL,
TERMAL VE MEKANİK ÖZELLİKLERİN
GELİŞTİRİLMESİ**

Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü

Yüksek Lisans Tezi

**Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı,
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Programı**

Funda DENİZ

Ocak,2023

İZMİR

YÜKSEK LİSANS TEZİ SINAV SONUÇ FORMU

FUNDA DENİZ tarafından, DOÇ. DR. AYLİN ZİYLAN yönetiminde hazırlanan “EPOKSİ KAPLAMALARDA FARKLI KATKILAR KULLANARAK ELEKTRİKSEL, TERMAL VE MEKANİK ÖZELLİKLERİN GELİŞTİRİLMESİ” başlıklı tez tarafımızdan okunmuş, kapsamı ve niteliği açısından bir Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Doç. Dr. Aylın ZİYLAN

Yönetici

Doç. Dr. Metin YURDDAŞKAL

Jüri Üyesi

Doç. Dr. Onur ERTUĞRUL

Jüri Üyesi

Prof. Dr. Okan FISTIKOĞLU

Müdür

Fen Bilimleri Enstitüsü

TEŐEKKÜR

Yüksek lisans tezimin ortaya çıkmasını sağlayan, her aşamasında beni yüreklendiren ve sabreden, gülyüzü ve ilgisiyle her zaman rol model olan danışmanım, değerli Hocam Doç. Dr. Aylin Ziylan'a çok teşekkür ederim.

Ayrıca bu süreçte birlikte yürüdüğüm Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü hocalarıma,

Analizlerin gerçekleştirilmesinde yardımcı olan Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü Arş. Gör. Dr. Orkut SANCAKOĞLU'na, Arş. Gör. Dr. Ramazan DALMIŐ'a, Arş. Gör. A.Çağrı KILINÇ'a, Arş. Gör. Dr. Kadir Cihan TEKİN'e,

Bana kaynak sağlayan ve yüksek lisans tezim konusunda desteklerini esirgemeyen POMZA EKSPORT MADENCİLİK Sanayi ve Ticaret Anonim Őirketi'ne ve Murat ÜRÜN'e ,

Elektriksel direnç testlerini gerçekleştiren ve teknik destek veren Pinhas A.Ő. Firması yetkilisi İlhan DEMİRAL'a teşekkürlerimi sunarım.

Son olarak ilgi ve desteklerini esirgmeden her daim yanımda bulunan ve bu zorlu süreçte hayatımı kolaylaştıran eşim Soner'e ve kızlarım Ece ve S.Ada'ya sonsuz minnetarım.

Funda DENİZ



Annem'e...

EPOKSİ KAPLAMALARDA FARKLI KATKILAR KULLANARAK ELEKTRİKSEL, TERMAL VE MEKANİK ÖZELLİKLERİN GELİŞTİRİLMESİ

ÖZ

İletken kaplamalar, sürtünme etkisinden ya da elektronik cihazlardan kaynaklanan statik elektriği topraklama yoluyla azaltmak ya da ortadan kaldırmak amacıyla kullanılan, iletkenliği yüksek malzemelerdir. Bu nedenle, statik yükü hızlı bir şekilde boşaltma kabiliyetine sahip bir zemin yüzeyi elde etmek insanları ve operasyonel tesisleri korumak için önemli bir güvenlik gereksinimidir. Bu hedef doğrultusunda uygun zemin kompozisyonlarının hazırlanması ve bu zeminlerin yüzey iletkenliklerinin artırılması gerekmektedir. Karbon-karbon kovalent bağ ve kesintisiz hekzagonal ağ yapıları nedeniyle bilinen en güçlü ve en esnek malzemelerdir ve sahip oldukları metalik veya yarı iletkenlik özellikleri nedeniyle karbon nanotüpler, kompozit malzemelerdeki ara bağlantı ve iletkenlik artırıcı bileşenler olarak araştırılmakta ve elektronik endüstrisinde, veri depolama aygıtlarında, yassı panel ekranlarda, otomobil lastikleri ve endüstriyel zemin uygulamaları gibi birçok farklı alanda kullanılmaktadır. Bu çalışmanın amacı, klasik yer kaplamalarında kullanılan bisfenol A-A/F esaslı epoksi reçine ve sikloalifatik poliaminden oluşan sistemi farklı oranlarda tek duvarlı karbon nanotüp ile katkılandırarak, yer kaplamalarının yüzey direncini düşürmektir. Elde edilen kompozit kaplamaların karakterizasyonunda IEC 61340-4-9:2016 test metodu kullanılarak noktadan noktaya yüzey direnci ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Kimyasal ve termal karakterizasyonlar sırasıyla Fourier dönüşümlü kızılötesi (FTIR) spektroskopisi ve termogravimetrik analiz/diferansiyel termal analiz (TGA/DTA) ile belirlenmiştir. Kaplamaların yüzey morfolojileri stereo mikroskop ve yüzey pürüzlülüğü yüzey profilometresi ile incelenmiş, yüzey sertlikleri Shore D metodu ile, çekme-uzama özellikleri çekme mukavemet cihazı ile belirlenmiştir. İlave edilen farklı TDKNT oranları, çekme mukavemetinin ve iletkenliklerinin artmasını sağlamış ancak termal özelliğe ciddi bir katkı sağlamamıştır. Örneklerin yüzey pürüzlülüğü N3-N4 sınıfında belirlenmiştir.

Anahtar kelimeler : Epoksi, karbon, karbon nanotüp, yüzey direnci, iletkenlik

IMPROVEMENT OF ELECTRICAL, THERMAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF THE EPOXY COATINGS BY USING DIFFERENT ADDITIVES

ABSTRACT

Conductive coatings are materials that are used to reduce or eliminate static electricity caused by friction or electronic devices by grounding. Therefore, obtaining a floor surface capable of quickly discharging static charge is an important safety requirement to protect people and operational facilities. In accordance with this purpose, it is necessary to prepare suitable coating compositions and increase the surface conductivity of these coatings. Due to metallic or semiconducture properties and flexibility, carbon nanotubes are investigated as interconnection and conductivity enhancing components in composite materials and are used in electronic industry, data storage devices, flat panel displays, automobile tires and industrial flooring applications. The aim of this study is to decrease the surface resistance by adding single-walled carbon nanotubes in different ratios to bisphenol A-A/F-based epoxy resin and cycloaliphatic polyamine system used in classical floor coverings. In the characterization of the coatings obtained, point-to-point surface resistance measurements were carried out using the IEC 61340-4-9:2016 test method. Chemical and thermal characterizations were determined by fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy and thermogravimetric analysis/differential thermal analysis (TGA/DTA). The surface morphologies of the coatings were examined by stereo microscope and surface roughness by surface profilometer, surface hardness was determined by Shore D method and tensile-elongation properties were determined by tensile strength device. Adding different ratios of SWCNTs made an increase on tensile strength and conductivity, however did not significantly contribute to the thermal properties. The surface roughness of the samples was determined in the N3-N4 class.

Keywords : Carbon, carbon nanotube, conductivity, epoxy, surface resistivity

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
YÜKSEK LİSANS TEZİ SINAV SONUÇ FORMU.....	ii
TEŞEKKÜR.....	iii
ÖZ.....	v
ABSTRACT.....	vi
ŞEKİLLER LİSTESİ.....	x
TABLolar LİSTESİ.....	xiii
BÖLÜM BİR – GİRİŞ.....	1
BÖLÜM İKİ – TEORİK BİLGİ.....	3
2.1 Karbon.....	3
2.1.1 Karbon Yapısı.....	3
2.1.2 Karbon Allotropları.....	6
2.1.2.1 Elmas.....	6
2.1.2.2 Grafit.....	7
2.1.2.3 Altıgen Elmas.....	8
2.1.2.4 Fullerenler (karbon nanotopları).....	8
2.1.2.5 Amorf Karbon.....	9
2.1.2.6 Karbon Nanotüpler.....	10
2.1.2.6.1 Karbon Nanotüplerin Üretim Yöntemleri.....	12
2.2 Polimerler.....	13
2.2.1 Epoksi Reçineler.....	14
2.1.2.1 Epoksi Kurlenme Ajanları.....	17
2.1.2.2 Kurlenme Sistemleri.....	18

BÖLÜM ÜÇ – LİTERATÜR ÇALIŞMASI..... 19

BÖLÜM DÖRT – DENEYSEL ÇALIŞMALAR..... 27

4.1 Malzemeler	27
4.2 KNT Katkılı Kompozitlerin Üretimi	27
4.2.1 KNT Pasta üretimi.....	27
4.2.2 KNT Katkılı Kompozit ve Katkısız Kontrol Grubunun Üretimi	28
4.3 KNT Katkılı Kompozitlerin Karakterizasyonu	30
4.3.1 Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR).....	30
4.3.2 Termogravimetrik (TGA)ve Diferansiyel Termal Analiz(DTA).....	30
4.3.3 Shore D Sertlik Ölçümü	31
4.3.4 Çekme Testi	31
4.3.5 Elektriksel Direnç Testi	32
4.3.6 Stereo Mikroskop ile Görüntüleme	33
4.3.7 Yüzey Pürüzlülük Ölçümü	33

BÖLÜM BEŞ – DENEYSEL SONUÇLAR ve TARTIŞMALAR..... 35

5.1 Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR)	35
5.2 Termal Gravimetrik Analiz(TGA)–Diferansiyel Termal Analiz(DTA).....	37
5.3 Shore D Sertlik Analizi.....	41
5.4 Çekme Testi	42
5.5 Elektriksel Direnç Testi	47
5.6 Stereo Mikroskop ile Görüntüleme	48
5.7 Yüzey Pürüzlülüğü	50

BÖLÜM ALTI – GENEL SONUÇLAR ve ÖNERİLER..... 51

KAYNAKLAR.....52



ŞEKİLLER LİSTESİ

	Sayfa
Şekil 2.1 Karbon elementi.....	4
Şekil 2.2 Karbon izotopları	4
Şekil 2.3 Karbonun atomik yapısı.....	5
Şekil 2.4 Karbon kimyasal bağlarının şematik gösterimi.....	5
Şekil 2.5 Karbon allotropları(a)elmas, b)grafit, c)altıgen elmas, d-f)fullerenler (C60, C540, C70), g)amorfor karbon, h)karbon nanotüp.....	6
Şekil 2.6 Elmasın kristal yapısı ve görseli	7
Şekil 2.7 Grafitin kristal yapısı ve görseli.....	7
Şekil 2.8 Altıgen Elmasın kristal yapısı ve görseli	8
Şekil 2.9 Buckybullun kristal yapısı ve görseli.....	9
Şekil 2.10 Amorf Karbonun kristal yapı ve görseli	9
Şekil 2.11 Tek duvarlı ve çok duvarlı karbon nanotüpler.....	10
Şekil 2.12 Etilen monomerlerinin polietilen zincir oluşturması	13
Şekil 2.13 DGBFA'nın oluşum reaksiyonu	15
Şekil 2.14 Bisfenol A ve epikloridrin moleküllerinin bağlanma reaksiyonu.....	16
Şekil 2.15 Bisfenol A'nın diğer uçtan epiklorohidrin ile reaksiyonu.....	17
Şekil 2.16 DGBFA prepolimer oluşum reaksiyonu (1. Adım).....	17
Şekil 2.17 DGBFA prepolimer oluşum reaksiyonu (2. Adım).....	17
Şekil 4.1 % 2'lik KNT Pasta hazırlama işlemi	28
Şekil 4.2 Mekanik testler için kalıpta ağırlıkça %0.10/0.15/0.20/0.30 KNT katkıli kompozitlerin hazırlanma aşamaları	29
Şekil 4.3 Farklı katkıların üretildiği kaplamaların uygulandığı ahşap-çimento karışımı yüzey (betopan).....	29
Şekil 4.4 ATR-FTIR cihazı , Perkin Elmer.....	30
Şekil 4.5 TGA-DTA cihazı, Shimadzu	30
Şekil 4.6 Shore D Durometre, Tronic	31
Şekil 4.7 ZwickRoell z050 ile yapılan çekme testi	32
Şekil 4.8 Appa 605 insulationtester cihazı.....	32
Şekil 4.9 Carl Zeiss Jenastereo mikroskobu	33
Şekil 4.10 Ambios XP-2 yüzey profilometresi	34

Şekil 5.1 Tuball TDKNT Matris 203'e ait ATR-FTIR Analizi	36
Şekil 5.2 SLE0.10CNT - SLE0.15CNT - SLE0.20CNT - SLE0.30CNT kompozit örneklerine ait ATR-FTIR Analizleri.....	36
Şekil 5.3 Tuball TDKNT Matris 203'e ait TGA-DTA Analizi	38
Şekil 5.4 SLE0.10CNT'e ait TGA-DTA Analizi.....	39
Şekil 5.5 SLE0.15CNT'e ait TGA-DTA Analizi.....	39
Şekil 5.6 SLE0.20CNT'e ait TGA-DTA Analizi.....	40
Şekil 5.7 SLE0.30CNT'e ait TGA-DTA Analizi.....	40
Şekil 5.8 Kompozit numunelerinin sertlik değerleri (Shore D).....	42
Şekil 5.9 Çekme testi için hazırlanan papyon kompozit numuneleri.....	42
Şekil 5.10 Katkısız ve katkılı kompozit numunelerin elastik modül değerleri	43
Şekil 5.11 Katkısız ve katkılı kompozit numunelerin çekme mukavemet değerleri .	44
Şekil 5.12 Katkısız ve katkılı kompozit numunelerin çekme uzaması oranı	44
Şekil 5.13 Katkısız ve katkılı kompozit numunelerin kopma uzaması oranı.....	45
Şekil 5.14 Katkısız ve katkılı kompozit numunelerinin çekme testi sonrası görüntü leri	45
Şekil 5.15 Katkısız ve katkılı kompozit numunelerinin çekme mukavemet ve sertlik değerlerinin kıyaslaması.....	46
Şekil 5.16 İlave edilen KNT içeren Tuball Matris 203 oranları ile elde edilebilecek direnç değerleri.....	48
Şekil 5.17 Astar uygulamasının stereo mikroskop görüntüsü.....	48
Şekil 5.18 Farklı oranda TDKNT ilaveli, betopan üzeri uygulanmış kompozit kaplamaların stereo mikroskop görüntüleri	49
Şekil 5.19 Ra değerlerine göre pürüzlülük derecesi ve adlandırması	50
Şekil 5.20 Yüzey pürüzlülük karşılaştırma plakası.....	50

TABLULAR LİSTESİ

Sayfa

Tablo 2.1 Karbonun fiziksel-kimyasal özellikleri.....	4
Tablo 2.2 KNT'lerin diğer malzemelere göre kıyaslanan özellikleri	11
Tablo 2.3 KNT'lerin üretim metotlarının birbiri ile kıyaslanması.....	12
Tablo 4.1 KNT katkılı ve katkısız kompozit grubunun adlandırılması	28
Tablo 5.1 Kömür verimi ve formül içerisine eklenen uçucu bileşen içermeyen dolgu yüzdesi	41
Tablo 5.2 Shore D ile alınan ölçüm sonuçları.....	41
Tablo 5.3 Elektriksel Direnç Sonuçları.....	47
Tablo 5.4 Yüzey pürüzlülüğü parametre değerleri	50

BÖLÜM BİR

GİRİŞ

Nanobilim ve Nanoteknoloji, maddenin nanometre (nm) ölçeğinde ($1 \text{ nm}=10^{-9} \text{ m}$) incelenmesi, mühendisliğin bu boyutta parçacık ve yapılara uygulanması anlamına gelir. Malzemelerin önemli özellikleri, örneğin manyetik, elektriksel, optik, termal ve mekanik özellikler, nano ölçekteki moleküller ve atomlar tarafından belirlenir. Nanobilim ve nanoteknoloji, modern araştırmaların ön saflarında yer almaktadır ve 21. yüzyılın yeni devrimi olarak kabul edilmiştir (Sebastien ve Gimez, 2016).

Nanometre boyutunda incelenen karbon atomunun, karbon nanotopları, nano çubukları, nanotüpleri şeklinde sınıflandırılabilen nanoteknolojinin keşfettiği farklı yapıları bulunmaktadır (Ünlü ve Öztekin,2018).

Karbon nanoyapılar; sağlamlığı, farklı elektriksel ve mekaniksel özellikleri sayesinde temel bilimlerin yanı sıra mühendislik alanlarından sağlık uygulamalarına kadar çok sayıda teorik çalışma ve uygulamalara konu olmaktadır (Ahmadi ve ark., 2017; Chen ve ark., 2017; Dasgupta ve ark., 2017;Kumar ve ark., 2017).Karbon nanotüpler, kompozit malzemelerdeki ara bağlantı ve iletkenlik artırıcı özellikleri sebebiyle elektronik endüstrisinde, veri depolama aygıtlarında, yassı panel ekranlarda, otomobil lastikleri ve endüstriyel zemin uygulamaları gibi birçok farklı alanda ön plana çıkmaktadır.

Elektronik malzeme üreticilerinin ürettikleri cihaz ve bileşenlerde oluşan arızaların giderilmesinde maliyetlerin artması ve insan sağlığı açısından artan tehlikenin farkına varılmasıyla Avrupa Elektroteknik Standartlaşma Komitesi kurulmuş, alınabilecek önlemler belirlenmiştir. Bu kapsamda iletken zemin uygulamaları, ESD korunma ekipmanları arasında yerini almış ve günümüzde ilgi uyandıran, insan sağlığı açısından önem kazanan bir noktaya gelmiştir.

Tez kapsamında gerçekleştirilen çalışmada, klasik yer kaplamalarında kullanılan bisfenol A esaslı epoksi reçine ve sikloalifatik poliaminden oluşan sistemi farklı

oranlarda tek duvarlı karbon nanotüp ile katkılandırarak, yer kaplamalarının yüzey direncini 1×10^9 - 1×10^6 ohm aralığına getirmek ve bu kaplamaların fiziksel, kimyasal, mekanik ve yüzey özelliklerini belirlemek amaçlanmıştır. Böylelikle kaplamalara statik-elektrik dağıtıcı özellik kazandırılmaya çalışılarak, ülkemizde kaplama endüstrisinde en çok kullanılan epoksi reçineli zemin kaplamalarının, ESD korunma ekipmanları arasında yer almasına katkı sağlanmıştır.



BÖLÜM İKİ

TEORİK BİLGİ

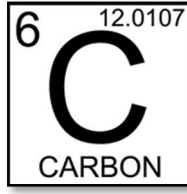
Çalışmanın bu bölümünde karbonun yapısı, fiziksel ve kimyasal özellikleri ve karbon allotropları hakkında bilgi verilmiştir. Özellikle epoksi kaplamalarda kullanımı çok yaygınlaşan ve önemli karbon allotropu olan karbon nanotüplerin özelliklerinden bahsedilmiştir. Ayrıca bu çalışmada kaplamanın epoksi esaslı olması sebebiyle epoksi reçineler hakkında da bilgiye yer verilmiştir.

2.1 Karbon

Karbon, doğada yaygın bulunan ametal kimyasal elementtir. Evrende bolluk bakımından altıncı sırada yer alan karbon, kızgın yıldızlarda hidrojenin termonükleer yanmasında temel rol oynar. Dünyada hem doğal halde hem de başka elementlerle bileşik halinde bulunan karbon, ağırlık olarak yerkabuğunun yaklaşık %0,2'sini oluşturur. Karbon, bilinen elementlerin en çok yönlü olanıdır. Bileşiklerin %94'ü (4 milyondan çoğu) karbon içerir. Yaşamın dayandığı temel işlevleri yerine getirmek için yeterli çeşitlilikte ve karmaşıklıkta düzenlemeler oluşturarak başka elementlerle birleşme yeteneği, yalnızca karbonda vardır (Vikipedi,2022).

2.1.1 Karbon Yapısı

Karbon atomu, IVA grubu elementlerinin en hafifi ve en az metalik olanıdır. Periyodik çizelgedeki başka birçok grubun tersine, IVA grubu elementleri, kimyasal bakımdan birbirinden çok farklıdır; grubu temsil edici davranışı en fazla gösteren de karbondur (Şekil 2.1). Karbon atomunun genel özellikleri Tablo 2.1'de verilmektedir.

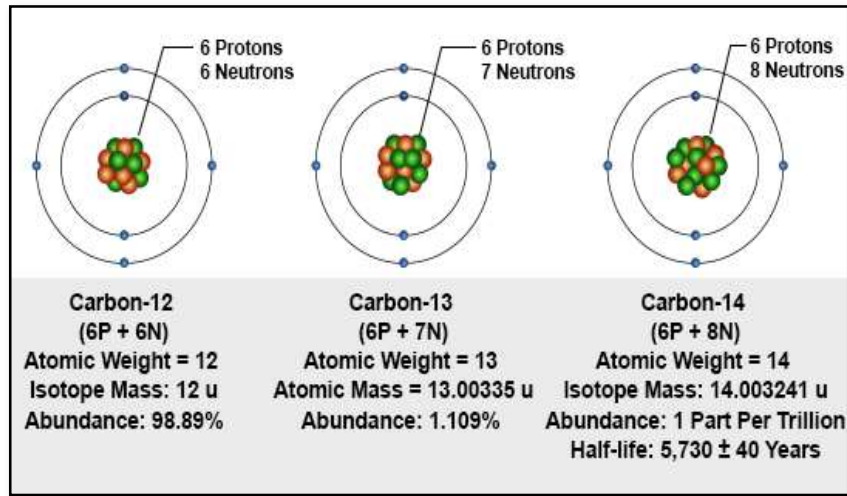


Şekil 2.1 Karbon elementi (Britannica, 2022)

Tablo 2.1 Karbonun fiziksel-kimyasal özellikleri (Vikipedi,2022)

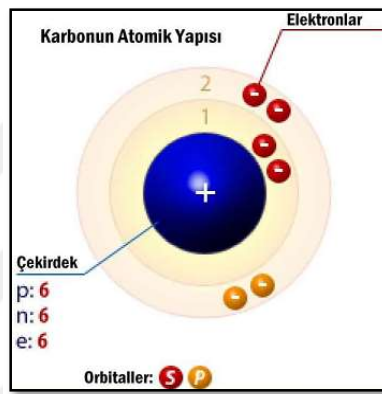
Atom numarası	6
Kristal yapısı	Kübik
Element serisi	Ametaller
Periyodik Tabloda yeri	4A
Kütle numarası	12.01 g/mol
Elektron dizilimi	1s ² 2s ² 2p ²
Maddenin hâli	Katı
Yoğunluk	2.267 g/cm ³

Karbonun en bol bulunan izotopu, doğal karbonun % 98,89'unu oluşturan karbon-12'dir. Tam olarak 12 dalton (atom kütle birimi) değerinde olan bu izotop, atom ağırlığı konusunda uluslararası standart olarak kullanılır. Doğal karbonun % 1,11'ini oluşturan karbon-13, ikinci kararlı izotoptur(Şekil 2.2).Karbonun beş radyoaktif izotopu bilinmektedir; bunlardan karbon-14 (yarılanma süresi 5 730 yıl) en kararlı ve en yararlı olanıdır (Schmittner,2018).



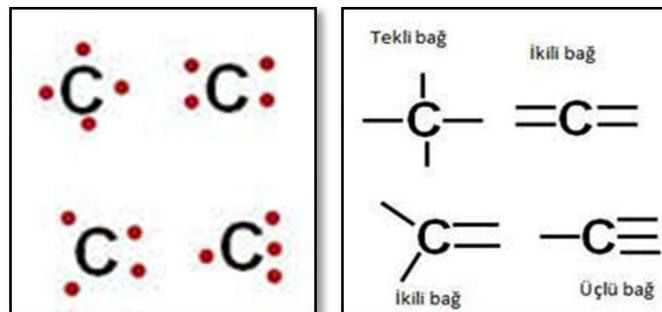
Şekil 2.2 Karbon izotopları (Schmittner,2018)

Serbest karbon atomunun 1s kabuğunda iki elektron, 2s ve 2p kabuklarındaysa bağ oluşturmaya hazır dört değerlik elektronu bulunur (Şekil 2.3). Metallerden ve ametallerin birçoğundan farklı olarak, karbonda bağ oluşumu genellikle iyonik değil, kovalent niteliktedir. Bunun nedenlerinden biri, karbonun atom sayısının küçük olması, bu nedenle de, atom çekirdeğine yakın olan değerlik elektronları arasındaki enerjinin yüksek olmasıdır. Bir karbon atomunun kararlı bir iyon haline gelmesi için dört elektron alması ya da yitirmesi gerekir: Bu da oldukça büyük enerji isteyen bir olaydır (Vikipedi,2022).



Şekil 2.3 Karbonun atomik yapısı (Mallı,2019)

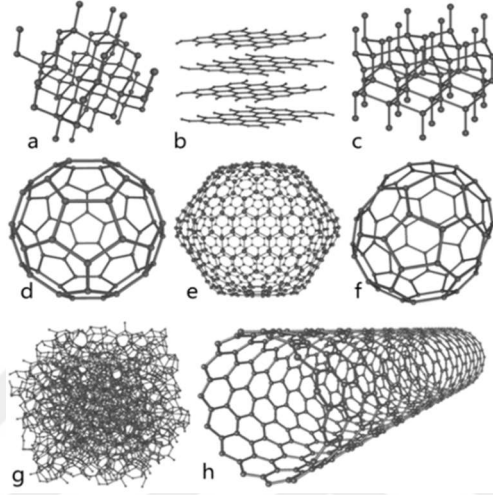
Kovalent bağlanmada, her karbon atomu, değerlik elektronlarını karşılıklı olarak başka atomlarla paylaşır. Karbon bileşiklerinin çoğunda, bitişik bir atom, 1-3 arasında elektron verir; buna karşılık karbon da eşit sayıda elektron katkısı yapar ve tek, çift ya da üçlü bağ oluşur (Şekil 2.4).



Şekil 2.4 Karbon kimyasal bağlarının şematik gösterimi (Bingöl Üniversitesi,2013)

2.1.2 Karbon Allotropları

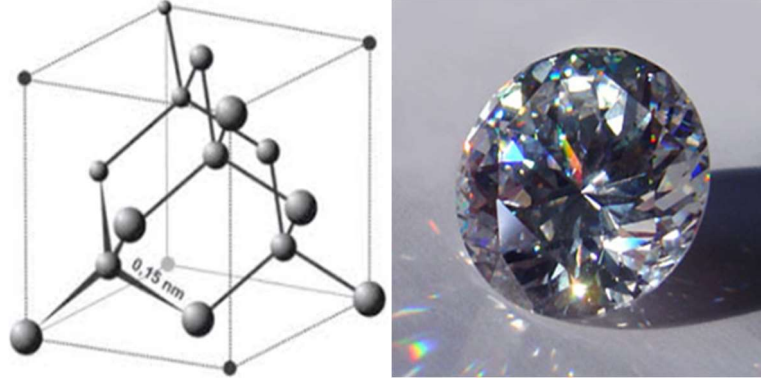
Bir elementin birden fazla kristal yapıda formu varsa, bu formlara allotrop adı verilir. Karbon allotropları elmas, grafit, altıgen elmas, fullerenler (C60, C540, C70), amorf karbon, karbon nanotüp olarak adlandırılır(Şekil 2.5).



Şekil 2.5 Karbon allotropları a)elmas, b)grafit, c)altıgen elmas, d-f)fullerenler (C60, C540, C70), g)amorf karbon, h)karbon nanotüp (Vikipedi,2022)

2.1.2.1 Elmas

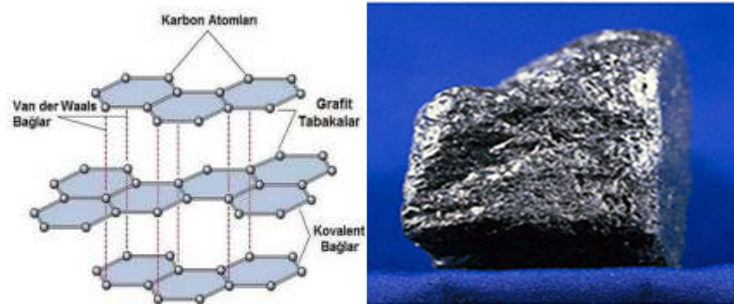
Elmasta karbon atomları sp³ hibritleşmesi yaparak tetrahedral bir düzendedir. (Şekil 2.6) 12 yüzlü ve kübik kristal yapıları da vardır. Kristallerin rengi beyaz, kahverengi, siyah veya renksiz olabilir. Elmas, ametalik özellikler gösterir. Erime noktası 3547 °C'dir. Yoğunluğu yaklaşık 3,5 gr/cm³ tür. Havada 850 °C'de yanar. Karbon atomları arasındaki bağlar çok kuvvetlidir. Bu nedenle de çok sert ve kararlı bir yapıya sahiptir. Mavi elmas (yarı iletken) hariç elektrik iletkenliği düşüktür. Moleküller arasındaki kuvvetli bağlar nedeniyle ısı iletkenliği çok iyidir.



Şekil 2.6 Elmasın kristal yapısı ve görseli (Vikipedi,2022)

2.1.2.2 Grafit

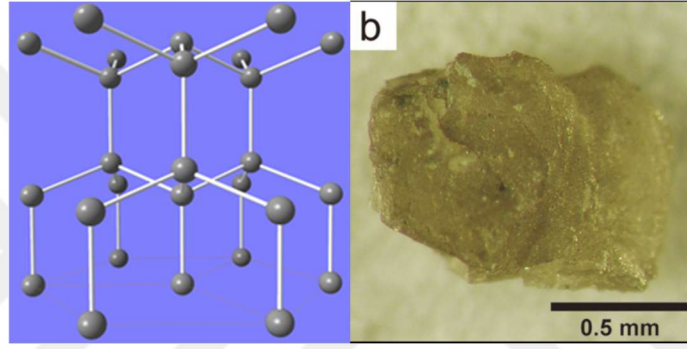
Karbon elementinin hekzagonal kristal yapıya sahip allotropudur. Karbonun diğer allotropu olan elmasın tersine, yumuşak, yağlı, koyu gri ile siyah arası parlak bir rengi ve pul pul bir görünüşü vardır. Grafitin erime sıcaklığı 3527°C olduğundan, ateşe dayanıklı refrakter malzeme yapımında kullanılır. Çok yüksek sıcaklıklarda kullanılan potalar bu malzemeden yapılır. Elektrik iletmesinden ve yüksek sıcaklığa dayanıklılığından istifade edilerek elektrik fırınlarında elektrot olarak kullanılır. Grafit yapısı hekzagonal olarak düzenlenmiş karbon atomu katmanlarından oluşur ve bu katmanların içindeki her karbon atomu üç düzlemsel komşu atomlara güçlü kovalent bağlarla bağlıdır. Dördüncü bağlanma elektronu katmanlar arasındaki Van Der Waals tipi zayıf bağların katkısıyla sağlanır. (Şekil 2.7) Bu zayıf tabakalar arası bağların bir sonucu olarak klivaj (kırılma düzlemine dik bağların kopması) oluşması kolaydır. Bu grafitin yağlayıcılık özelliğini artırır. Tamamen sp^2 hibritleşmesi yapmış C atomlarından oluşur.



Şekil 2.7 Grafitin kristal yapısı ve görseli (Çuhadaroğlu ve Kara,2018)

2.1.2.3 Altıgen Elmas

Karbon allotropları arasında, en yüksek bilinen sertlik ve termal iletkenliğe sahip olanı kübik elmadır. Lonsdaleite ilk olarak yaklaşık Altıgen Elmas (Lonsdaleite) 50 yıl önce Canyon Diablo demir göktaşı'ndan tanımlanmıştır. Oluşumu, Dünya ile çarpışan bir göktaşı içindeki grafitin şok kaynaklı dönüşümüne bağlanmıştır. Altıgen Elmas, basınç dayanımı, sertlik gibi üstün mekanik özellikler ile kübik elmanın rakibi olabilmektedir. Ancak saf olarak sentezlenemediği için kullanım alanı yok denecek kadar azdır.



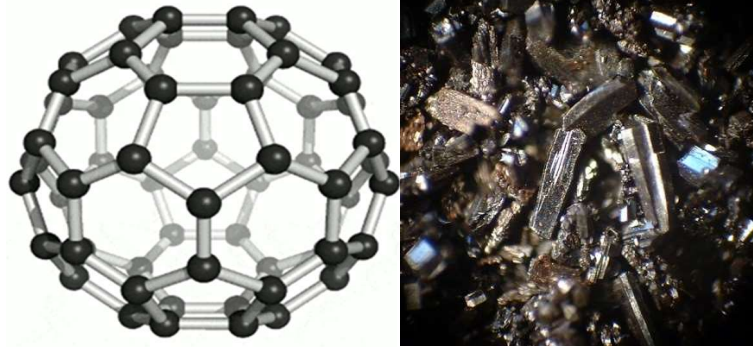
Şekil 2.8 Altıgen Elmanın kristal yapısı ve görseli (Vikipedi,2022)

2.1.2.4 Fullerenler (karbon nanotopları)

Çok sayıda karbon atomunun bir araya gelerek küresel yapılar oluşturmasıyla meydana gelen 0 boyutlu yapılardır. Yapay olarak elde edilirler, grafit benzeri yapıya sahiptirler fakat sadece altıgen değil, beşgen veya yedigen kristallerin ana düzleminin kıvrılmasıyla da küresel yapılar oluşturabilirler. Grafitin buharlaştırılmasıyla elde edilir, grafitin buharlaştırılması sırasında oluşan karbon yapıların, %75 kadarını 60 atomlu yapılar (C60), %23 kadarını da 70 atomlu yapılar (C70) oluşturmaktadır.

Mekanik ve elektronik özelliği en iyi bilinen ve en sağlamı C60'tır. C60, sp² hibritleşmesi ile birbirine bağlanmış 12 yüzlü simetrisi 12 beşgen ve 20 altıgen yüzüyle futbol topuna benzemektedir. (Şekil 2.9) "Küresel Fullerenler" olarak da adlandırılan Buckyballs'un silindirik olanlarına karbon nanotüpler (buckytubes) denir. Saf bir kristal katı olarak bu malzeme, elektriksel açıdan yalıtkandır. Ancak, uygun arayer

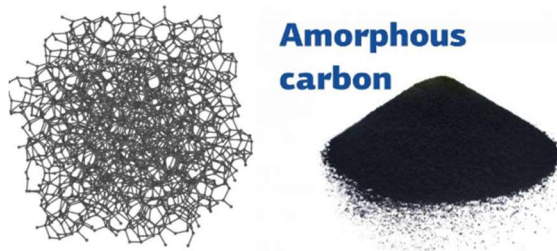
difüzyonu sonucu farklı atom ilaveleriyle, son derece iletken ve yarı iletken olabilir.



Şekil 2.9 Buckybullun kristal yapısı ve görseli (Vikipedi, 2022)

2.1.2.5 Amorf Karbon

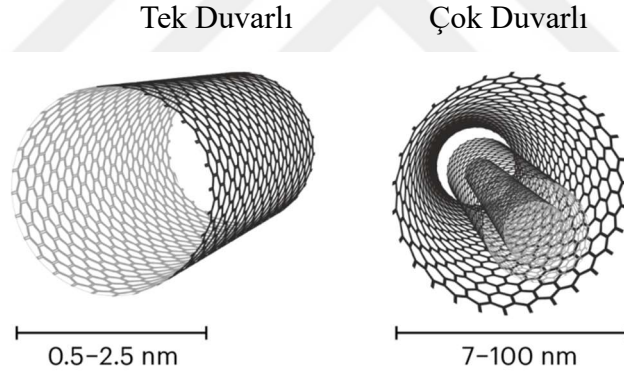
Uzun mesafeli düzeni olmayan, bazen kısa mesafeli düzeni olan genellikle düzensiz yapıda oluşan karbon malzemedir. Amorf yapıda atomlar birbirleriyle (%90) sp^3 ve (%10) sp^2 şeklinde bağlanabilirler. Siyah renkli bir elementtir. İnce toz halinde doğada bulunur. Hazırlanırken yüksek basınç ve ısı uygulanır. Önemli bir absorbandır. Amorf veya aktif karbon, insan sağlığına zararsız, kullanışlı bir malzeme olup, oldukça yüksek gözenekliliğe ve yüzey alanına sahiptir. Aktif karbonlar, çözeltideki molekül ve iyonları gözenekleri vasıtasıyla iç yüzeylerine doğru çekebilirler ve bu yüzden absorban olarak adlandırılırlar.



Şekil 2.10 Amorf Karbonun kristal yapı ve görseli (KhunNay Win,2011)

2.1.2.6 Karbon Nanotüpler

Karbon Nanotüpün (KNT) keşfi makroskopik fulleren sentezini takip etmiştir. KNT silindirik olarak yuvarlanmış grafit levhalardan oluşur ve tüpün her iki ucu C60 fulleren yarı küresi ile kapatılmıştır. KNT'lerin çapı 100 nm veya daha az, uzunlukları ise çapının binlerce katıdır. KNT demetleri, katı halde birbirine dolanmış, karmaşık ağ şeklindedir. Nanotüpler son derece sağlam, rijit ve aynı zamanda nispeten sünektirler. Karbon tüpler, makroskopik büyüklükte çok kırılabilir olabileceği gibi, nanometrik boyutta çok esnek ve sağlam bir halde olabilmektedir. Bir karbon nanotüp, kendi ağırlığının 300 milyon katı bir ağırlığa dayanabilecek sağlamlıkta olduğundan yani kütle:alan oranı normal malzemelere kıyasla daha büyük olduğundan bilinen en sağlam malzeme olma özelliğine sahiptir. Günümüzde bu sağlamlıkta başka bir malzeme henüz bulunmamaktadır. Karbon nanotüpler, tek katmanlı (duvarlı) TDKNT ve çok katmanlı (duvarlı) ÇDKNT olmak üzere ikiye ayrılırlar. (Şekil 2.11)



Şekil 2.11 Tek duvarlı ve çok duvarlı karbon nanotüpler (Tuball, 2018)

Young modülü, katıyı oluşturan atomlar arasındaki çekim gücü ile doğrudan ilişkilidir. İdeal bir kristalin, elastik özelliklerini belirleyen taneciklerini birbirinden ayrılması için gerekli potansiyel enerji fonksiyonu olarak tanımlanır. Zayıf Wan der Waals bağları (tipik olarak 0.1 eV) olan moleküler bir katı düşük young modülüne sahiptir. (genellikle 10 GPa'dan az) Oysa grafit, Elmas, SiC, BN gibi kovalent bağlı malzemelerin young modülü 100 GPa'dan daha fazladır. KNT'ün young modülü, C-C bağlarını önemli ölçüde bozmayacak kadar küçük çapa sahip olduğunda ve sp^2 bağ kuvvetine bağlıdır. Bu şartlarda grafenin young modülüne eşittir (Salvetat ve

diğ.,1999).

TDKNT'lerin young modülü 2.8 ile 3.6 TPa ve ÇDKNT'lerin young modül değeri ise 1.7 – 2.4 TPa'dır. ÇDKNT'lerin Young modülü, tüp duvarlarının düzen derecesine bağlıdır. Düzensizliğin artmasıyla Young modülü azalır. (Örs,2009) Ayrıca diğer mekanik özellikleri incelendiğinde, TDKNT'lerin çekme dayanımı 50 ile 200 GPa arasındadır. Tek bir ÇDKNT katmanının çekme mukavemeti çelikten 100-150 kat daha güçlüdür. (Tablo 2.2) Birim şekil değişimi ise %5 ile %20 arasındadır. TDKNT'lerin gerilme mukavemeti 13-52 GPa ve ÇDKNT'lerin gerilme mukavemeti 63 GPa dır.

Tablo 2.2 KNT'lerin diğer malzemelere göre kıyaslanan özellikleri (Seetharamappa ve ark.,2006)

Malzeme	Elastik Modülü (GPa)	Çekme Dayanımı (GPa)	Yoğunluk (g/cm ³)
Tek duvarlı nanotüp	1.054,0	150,0	
Çok duvarlı nanotüp	1.200,0	150,0	2,6
Çelik	208,0	0,4	7,8
Epoksi	3,5	0,005	1,2
Ahşap	16,0	0,008	0,6

KNT'lerin termal iletkenlik özelliği hem teorik hem deneysel incelenmiştir. Teorik çalışmalar, KNT ısı iletkenliğinin oda sıcaklığında grafit veya elmasa göre daha büyük olduğunu göstermektedir. TDKNT'lerin termal iletkenlik değeri 200 W/m.K; bu değer ÇDKNT'lerde ise 3000 W/m.K deneysel olarak ölçülmüştür. Çalışmalar, epoksi reçineye % 1KNT'ün ilavesinin termal iletkenliği 2 katına çıkardığını göstermektedir (Hone,2004).

KNT altıgen halkaların tübüler yüzey boyunca yerleşimi veya dizilimi, KNT'e metalik veya yarı iletken özellik verir. TDKNT'te elektronun, boşlukta, bir voltluk elektrostatik potansiyel farkı katederek kazandığı kinetik enerji miktarı ~4-5eV, ÇDKNT için ise bu değer~0.2-7eV.tur. Ayrıca TDKNT'ün oda sıcaklığında 10kΩ dirence denk gelen iletkenlik değeri ~100µSdir (Ghaffoori ve Wameedh,2020).

KNT'lerin çeşitli solventlerde zor çözünmesi KNT'ün kullanımını sınırlamaktadır. Çok yaygın olarak kullanılan sonikasyon (ses enerjisi ile partiküllerin hareket ettirilmesi) yöntemi ile disperse edilir ancak prosese ara verildiğinde yeniden çökmeler

gerçekleşir.

Karbon nanotüplerin, bazı grafit özellikleri değiştirilerek, farklı ortamlarda çözünebilir hale getirilerek veya farklı fonksiyonel gruplar bağlayarak ya da inorganik yapılarla modifiye edilerek kullanım alanları genişletilebilmektedir. Karbon nanotüplerin fonksiyonlaştırılması 3 kategoride toplanabilir:

- a) KNT'ün π -konjuge iskeletine kimyasal grupların reaksiyon ile kovalent bağ yapması,
- b) Çeşitli fonksiyonel moleküllerin kovalent olmayan (non-kovalent) adsorpsiyonu veya sarılması (van der-Waals)
- c) İç boşluk-kavitelelerinin endohedral doldurulması,

2.1.2.6.1 Karbon Nanotüplerin Üretim Yöntemleri.

Karbon nanotüpler birçok yöntemle sentezlenmektedir. Bu üretim metotlarının başlıca özellikleri birbiri ile kıyaslanmıştır. (Tablo 2.3)

Tablo 2.3 KNT'lerin üretim metotlarının birbiri ile kıyaslanması (Ziauddin, 2014)

No	Üretim Metodu	Enerji Kaynağı	Kullanılan malzeme	Katalizör	Şartlar	% verim	Üretim Maliyeti (TDKNT gram)
1	Elektrik ark boşalım	Elektrik ark	Saf veya Metal (Fe, Co, Ni, Mo, Y) doplanmış grafit elektrod	-	Düşük basınç (50-700 mbar arasında)	60	\$ 1,906
2	Lazer aşındırma	Darbeli lazer	Grafit	Co, Cu, Nb, Ni, Pt	Yüksek sıcaklık (1200°C)	70	-
3	HiPCO	Isı	Karbon Monoksit	Fe(CO) ₅	Yüksek Sıcaklık (1000-1100°C), yüksek basınç	90	\$ 485
4	Kimyasal buhar biriktirme	Fırın ısısı	Karbon monoksit	Fe, Co, Ni, Mo	Sıcaklık (500-1100°C), atmosferik basınç	90	\$ 1,706

Başlıca üretim yöntemleri:

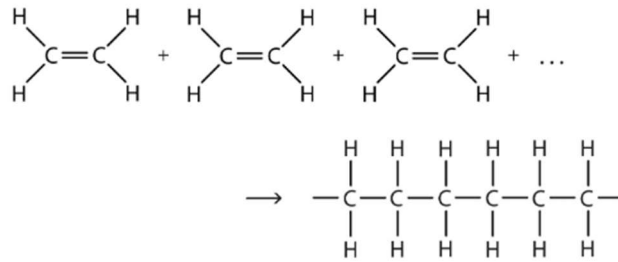
- Elektrik ark boşalım; Grafit elektrotlara inert gaz ortamında elektrik akımı uygulanmasına ve elektrotlar arasında ark oluşturularak grafitin buharlaştırılmasına dayanmaktadır.
- Lazer aşındırma; Lazer ışının etkisiyle koparılan parçaların buharlaşarak

katalizör ile reaksiyona girmesine dayanmaktadır. Bu yöntemle üretilen TDKNT'lerin amorf karbon artığından temiz olarak elde edilmesi büyük avantajdır.

- HiPCO; 1999 yılında, Richard E. Smalley ve çalışanları KNT sentezlemek için yüksek basınçlı karbon monoksit metodu (HiPCO) buldular. Bu proseste sürekli gaz fazında karbon monoksit hammadde olarak ve demir karbon monoksit $Fe(CO)_5$ de katalizör olarak davranır. İnce TDKNT'ler yüksek saflıkta, en az yapısal kusura sahip malzeme olarak üretilmiştir (Örs,2009).
- Kimyasal buhar biriktirme; Mikroskobik boyutta karbon nanotüplerin kimyasal buhar biriktirmede (CVD) oluşum mekanizması birbirlerinden bağımsız üç adımda oluşur. Bu üç adım; hidrokarbon moleküllerin katalizörde çözünmesi, katalizörün nano parçacıklardaki karbon atomlarına doyması ve katalizörde karbonların karbon nanotüp şeklinde çökmesi şeklindedir.

2.2 Polimerler

Polimerler, monomer adı verilen çok sayıda aynı veya farklı türde küçük molekülün, birbirleri arasında kimyasal bağ yaparak oluşturdukları yüksek molekül ağırlığına sahip makromoleküler yapılardır. (Şekil 2.13) Sadece bir monomerden sentezlenebildikleri gibi birden fazla monomerin birlikte kullanılmasıyla da sentezlenebilirler. Farklı molekül yapılarında, farklı fiziksel ve kimyasal özelliklerde, farklı molekül kütlesinde olabilirler. Moleküler yapılarına bağlı olarak bazı reaksiyonlara yatkın olabilirler. Yapısal özelliklerine bağlı olarak plastikler, kauçuklar, iplikler ve reçineler grubunda yer alabilirler (Saçak,2002).



Şekil 2.12 Etilen monomerlerinin polietilen zincir oluşturması (General Chemistrybook, 2022)

Polimerlerin sınıflandırılması, doğada bulunmalarına, zincir yapısına, monomer yapısına, sentez yöntemlerine, kimyasal bileşenlerine, ısıya karşı davranışlarına göre yapılmaktadır. Isıya karşı davranışlarına göre termoplastik ve termoset polimer olarak 2'ye ayrılırlar (Ömercikoğlu, 2009).

Termoplastik polimerler, doğrusal veya dallanmış zincir yapısına sahip, ısıtıldığı zaman eriyebilen ve yeniden şekillendirilebilen polimer türüdür. Eritildikten sonra yaygın kullanılan kalıplama teknikleriyle her türlü şekilde kalıplanabilirler. Üretimde ya da kalıplama sırasında eriyik halden soğutulan termoplastik polimerler kolaylıkla kristal yapıyı kuramazlar. Çünkü polimer zincirinin çokça kıvrılan ve büzülen yapısını, düzenli bir hale sokup, polimerin kristal oluşturması için yüksek enerjiye ihtiyaç vardır. Termoplastikleri oluşturan kristalleşebilen zincirler ise tam anlamıyla mükemmel bir kristal yapı kuramaz. Bunun yerine hem amorf hem de kristal yapıyı barındıran yar-kristal yapı oluştururlar. Yarı kristalin içindeki amorf yapı elastikiyet sağlarken, kristal yapı da mukavemeti ve bükülmezliği sağlar (Poggie ve diğerleri,1994).

Termoset polimerler, kalıcı bir biçimde şekillendirilip kimyasal bir tepkimeyle sertleştikten sonra ısıtılarak yeniden yumuşatılamaz veya başka bir şekle sokulamazlar. Ancak çok yüksek sıcaklıklara ısıtılınca bozunurlar. Dolayısıyla termoset plastikler yeniden üretim çevrimine girmezler yani diğer bir deyişle geri dönüşümleri yoktur. Isıl sert denmesinin nedeni, plastiğin kalıcı olarak şekillendirilebilmesi için ısıya ihtiyaç olması ve sertleştikten sonra ısı ile sertliğini kaybetmemesidir.

Ticari üretimi yapılan önemli termoset polimerler, doymamış poliesterler, alkidler, epoksiler, fenol-formaldehit ve melamin formaldehit polimerleridir.

2.2.1 Epoksi Reçineler

Epoksi halkası iki karbon atomuna bağlanmış bir oksijen atomundan oluşan yapıya verilen addır. Bu üç üyeli halka geriliminden dolayı oldukça reaktif özellik gösterir.

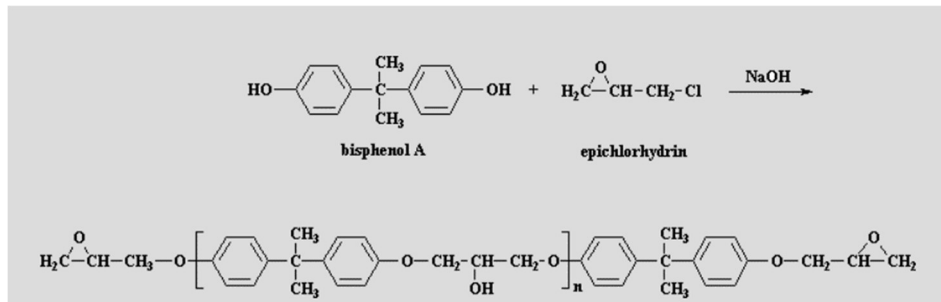
Epoksi reçineler 1909'da Prileschajew tarafından keşfedilmiştir. Birden fazla epoksi halkası içeren düşük molekül ağırlıklı pre-polimerler olarak tanımlanırlar. Epoksi reçineler, çok çeşitli kürleme ajanı ile kürleme reaksiyonu veren termoset reçinelerdir (Jin ve ark.,2015).

Farklı reaksiyonlar ile sentezlenen epoksi reçine çeşitleri;

- Bisfenol A epoksi reçine
- Sikloalifatik epoksi reçine
- Trifonksiyonel epoksi reçine
- Tetrafonksiyonel epoksi reçine
- Novolak epoksi reçine
- Bio-bazlı epoksi reçine
- Florür içeren epoksi sistemler
- Fosfor içeren epoksi sistemler
- Silikon içeren epoksi sistemler

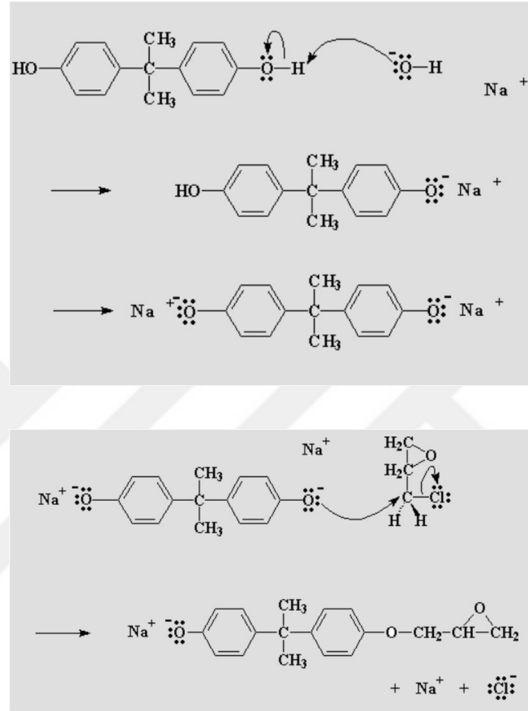
Bu tez çalışmasında diglisidil eter bisfenol A'nın, amin tipi kürleme ajanı ile oda sıcaklığında reaksiyona girmesi ile ürün çalışmaları tamamlanmıştır. Bu sebeple diglisidil eter bisfenol A reçine sentezi, amin tipi kürleme sistemi ve oda sıcaklığında kürleme başlıklarının ayrıntılarına yer verilmiştir.

Diglisidil eter bisfenol A, DGBFA, epiklorohidrin ile Bisfenol A'nın katalizör eşliğinde reaksiyon vermesi ile oluşur. (Şekil 2.13)



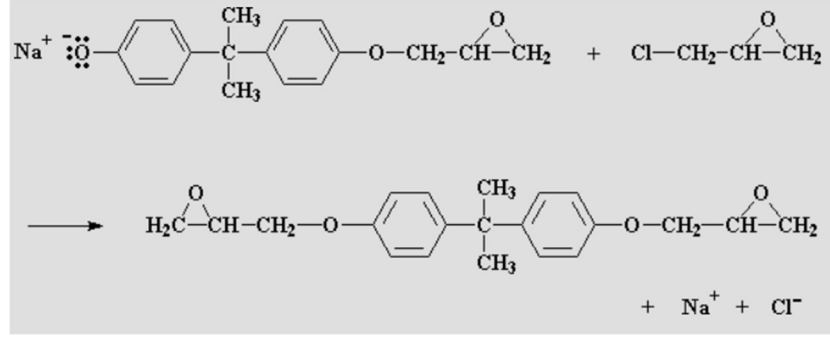
Şekil 2.13 DGBFA'nın oluşum reaksiyonu

Bu kimyasal reaksiyonda, bisfenol A zincirine bađlı OH grubundaki asidik hidrojen, bazik NaOH tarafından alınır. Eksi ykle kalan oksijen atomu epiklorohidrin moleklnn yapısındaki klor atomunun yanında yer alan karbon atomuna bađlanır ve klor atomunun anyon olarak epiklorohidrin moleklnden ayrılmasına sebep olur. Bořta kalan Na⁺ ve Cl⁻ iyonları NaCl tuzu olur. (Őekil 2.14)

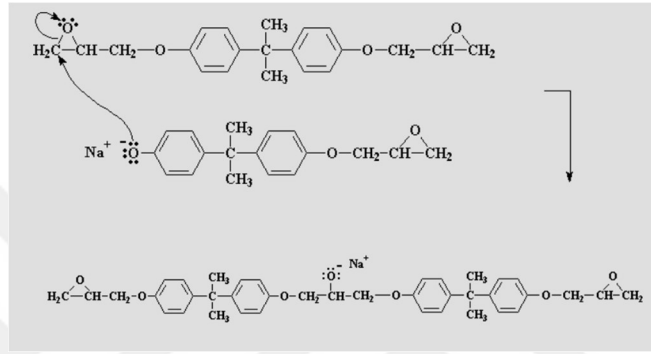


Őekil 2.14 Bisfenol A ve epikloridrin molekllerinin bađlanma reaksiyonu

Aynı reaksiyon Bisfenol A'nın diđer ucunda da yansıma reaksiyonu olarak gerekleřir. (Őekil 2.15) Prepolimer zincirinin uzunluđu karıřımdaki bisfenol A ve epiklorohidrinin reaksiyona derecesine bađlıdır. Reaksiyon Bisfenol A tuzu ortamda kalmayana kadar devam eder ve durur (Őekil 2.16-2.17).

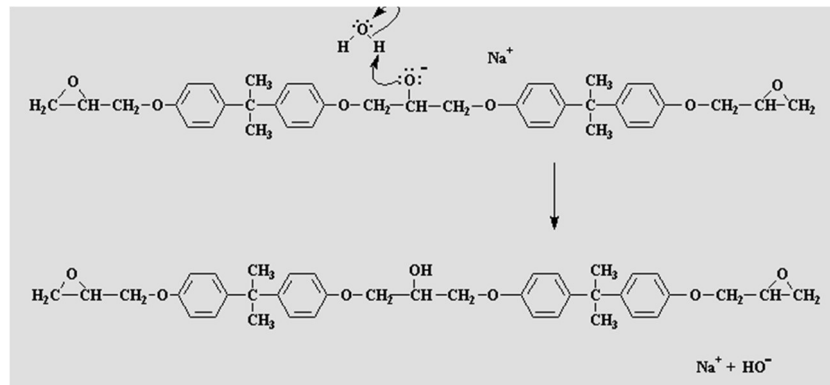


Şekil 2.15 Bisfenol A'nın diğer uçtan epiklorohidrin ile reaksiyonu



Şekil 2.16 DGBFA prepolimer oluşum reaksiyonu (1.adım)

Bisfenol A tuzu epoksi halkasına saldırdığında epoksi halkası açılır ve eksi yüklü oksijen ortaya çıkar, bu oksijen ortamda bulunan su moleküllerinden Hatomunu alarak alkol grubunu oluşturur. Ortamda kalan OH^- ve Na^+ tekrar bir araya gelerek NaOH oluşturur. (Şekil 2.17)



Şekil 2.17 DGBFA prepolimer oluşum reaksiyonu (2.adım) (Polymer 3D Models, 2022)

2.2.1.1 Epoksi krlenme ajanları

Krlenme ajanı, epoksi reinenin apraz baėlanmasını yani krlenmesini saėlar. Epoksi reinenin krlenme kinetiėi ve Tg'si krlenme ajanının molekler yapısına baėlıdır. Epoksi reinelerde en yaygın kullanılan krlenme ajanları:

- Amin tipi krlenme ajanı
- Alkali krlenme ajanı
- Anhidrit krlenme ajanı
- Katalitik krlenme ajanı

Amin tipi krlenme ajanı, epoksi reineler iin en temel krlenme ajanı olup 3 gruba ayrılır: Aromatik, alifatik, sikloalifatik amin. Amin tipi krlenme ajanı ile epoksi halkasının aılma reaksiyonuna nkleofilik katılma reaksiyonu denir (Jin ve ark.,2015). Bu alıřmada krlenme ajanı olarak, sikloalifatik tip poliamin tercih edilmiřtir.

2.2.1.2 Krlenme sistemleri

Epoksi reine krlenme sistemleri, bir krleme ajanı ile epoksi reinelerindeki epoksit grupların apraz baėlı,  boyutlu bir aė oluřturmak zere meydana getirdiėi kimyasal reaksiyonları ierir. Bařlıca  eřit krlenme sistemi yaygın olarak kullanılmaktadır:

- Oda sıcaklıėında krlenme
- Isıl krlenme
- Fotokatalitik krlenme

Oda sıcaklıėında krlenme, alifatik, alisiklik poliamin, dřk molekl aėırlıklı poliamit, modifiye aromatik amin gibi krlenme ajanları ile oda sıcaklıėında gerekleřen krlenme tipidir. Oda sıcaklıėında krlenme, dřk Tg, yksek esnekliėe sahip, yksek darbe dayanımına dayanıklı, elektrik ve termal řok direnci yksek malzeme elde etmeyi saėlar (Jin ve ark.,2015).

BÖLÜM ÜÇ

LİTERATÜR ÇALIŞMASI

Ali Esmaili ve arkadaşları, literatürde daha çok yer alan ÇDKNT yerine TDKNT'lerin epoksi nanokompozitler üzerindeki elektromekanik ve çatlak iletme özelliklerini incelemiştir. Ağırlıkça % 0.25, 0.50 ve 0.75 TDKNT oranları kullanılmıştır. Eş dağılmış % 0.25 ve 0.50 oranlarında epoksi-KNT bağlanmasının uygun olduğu tespit edilmiş, ancak % 0.75'te fazla dolgu yüklemesi ve zayıf bağlanma olduğu görülmüştür. Çekme testleri için, en yüksek hassasiyet ağırlıkça % 0.25 olmakla birlikte, direnç gerilmeye karşı doğrusal olmayan bir eğilim göstermiş yani gerilme arttıkça hassasiyet artmıştır. Kırılma testinde, elektrik direncinin aniden arttığı görülmüş, hasar başlama ve ilerlemenin saptanmasında, KNT yüklemesine bağlı lineer veya lineer olmayan çatlak büyümesinin tespitinde TDKNT katkılı malzemelerin daha faydalı olduğu tespit edilmiştir. Elektriksel iletkenlik ağırlıkça% 0.25 ilavesiyle 9 kat kadar artmıştır. Düşük gerilmede (strain) ağırlıkça % 0.25 KNT ilavesinde, % 0.50'e kıyasla daha yüksek hassasiyet elde edilmiştir. En yüksek gerilme değerine ağırlıkça % 0.50 TDKNT ilavesinde ulaşılmıştır. Numunelerin kırılma tipleri incelendiğinde ağırlıkça% 0.50 KNT ilavesinde gevrek kırılmanın olduğu, kırılan yüzeyin düz, parlak olduğu anlaşılmıştır. Köprüleme mekanizmasında, epoksi ve KNT arasındaki bağ yapısı incelendiğinde en iyi sonuç ağırlıkça % 0.25 - 0.50 oranında olduğu görülmüş, % 0.75 oranında ise KNT hizalanmalarının bozulduğu ve mekanik zayıflamanın, parçalanmanın olduğu tespit edilmiştir. Deformasyon sırasında oluşan mikro-çatlaklar sebebiyle ağırlıkça % 0.75 KNT ilavesinde elektriksel yolların kesintiye uğradığı ancak ağırlıkça % 0.25 – 0.50 ilavede, elektriksel ağırlıkça özellikle gerilme artarken çok iyi çalıştığı izlenmiştir (Esmaili, 2020).

Celina-Maria DAMIAN ve arkadaşları çok duvarlı karbon nanotüplerin (ÇDKNT'ler) işlevselleştirilmesi, içine gömüldüğü epoksi kompozitlerin termal ve mekanik özelliklerini incelemiştir. Amin gruplarını, polimerik matris olarak kullanılan epoksi reçine ile bağ oluşturma potansiyeli nedeniyle karboksillenmiş ÇDKNT'leri fonksiyonelleştirmek için seçmişlerdir. Kütleme entalpisinin en yüksek olduğu sıcaklık DSC tarafından gözlemlenmiş ve maksimum değer yalnızca % 0.3 ÇDKNT eklenerek daha yüksek değerlere çıkmıştır. ÇDKNT-EDA'nın kompozitteki

dağılımı SEM ile incelenmiştir. DGEBA reçine ve ÇDKNT, ÇDKNT-COOH ve ÇDKNT-EDA ultrasonik banyoda, oda sıcaklığında, 2 saat boyunca karıştırılarak kompozit malzemeler hazırlanmıştır. Kürlenme prosesi esnek polyetheramine Jeffamine D230 ile 2 basamakta gerçekleştirilmiştir. 1) 3 saat 60°C ve 2) 1.5 saat 100°C post kürlenme yapılmıştır. D230 ile kürlenme yapılan ÇDKNT ilaveli kompozit malzemelerin daha düşük Tg'ye sahip olduğu görülmüştür. Karboksillenmiş ÇDKNT (ÇDKNT-COOH) oksijen gruplarından dolayı kimyasal bozunmadan daha çok etkilenmekte ve bozunma sıcaklığını düşürmektedir. Ancak ÇDKNT-NH₂ 'in % 0.6 ilavesinde, eğilme mukavemeti %100, eğilme modülü % 58 artış göstermektedir. Sonuçlar, hem kovalent bağların hem de homojen dispersiyonun termal ve mekanik özelliklerin iyileştirilmesinde önemli bir rol oynadığını göstermektedir (Damian,2010).

Ewelina Ciecierska ve arkadaşları, karbon nanotüplerin termal kararlılığa etkisini, epoksi matrisin termal iletkenliğini ve çapraz bağlama yoğunluğunu incelemiştir. Üç çeşit nanotüp kullanılmıştır: modifiye edilmemiş 1- µm ve 1.5-µm uzunluğunda ve amino grupları ile modifiye edilmiş 1-µm. Taramalı elektron mikroskobu (TEM) ile matristeki nanotüplerin dispersiyonu incelenmiştir. Diferansiyel taramalı kalorimetre ile camı geçiş sıcaklığı okunmuştur. Dinamik mekanik analiz ile epoksi ve kompozitlerinin çapraz bağlama yoğunluğu hesaplanmıştır. Ayrıca, termogravimetrik analiz ile nanotüplerin ısıl kararlılığa ve kompozitlerin bozunmasına etkisi belirlenmiştir. Aktivasyon enerjisi TGA eğrilerinden Flynn -Wall -Ozawa metodu ile hesaplanmıştır. SEM görüntüleri karbon nanotübün çökmeden ve aglomera olmadan eşit dağılımını kanıtlamıştır. Amino gruplarıyla modifiye edilmiş nanotüplerin epoksi matris bağlama yoğunluğunda artışa neden olduğu görülmüştür. Tg'de de önemli artış gözlenmiştir. Diğer yandan, karbon nanotüplerin eklenmesi ısıl yayılımının artmasına ancak ısıl kararlılığın azalmasına neden olmuştur. Amino grup modifiye edilmiş karbon nanotüp ilavesinden sonra ortalama zincir (Mc) ve bağlar arasındaki molar kütle azalır. Bunun anlamı, reaktif amino grupları ile epoksi reçinenin etilen oksit halkası arasındaki reaksiyon nedeniyle çapraz bağlanma yoğunluğunun artmasıdır.

Modifiye olmamış KNT'lerin az miktarda ilavesinde çapraz bağlanma yoğunluğu düşer. Yüksek nanotüp içeriğinde, nanotüplerin özel yüzeyinin makromoleküller ile etkileşimi ve polimer zincirlerinin serbest hareketinin kısıtlanması sebebiyle zincirler sıkışır, çapraz bağlanma yoğunluğu artar. KNT ilavesinin artması ısı iletkenliği arttırdığından polimerin bozunmasını hızlandırır. KNT ün uzunluğu ve ağırlıkça yoğunluğu termal yayılmayı etkiler. Ağırlıkça % 5 ilave 2 kat termal yayılma elde edilmesini sağlamıştır. Camsı geçiş sıcaklığı, amino grup modifiyeli KNT ilavesinde 9 °C yükselmiştir (Ciecierska,2013).

Soo-Jin Park ve arkadaşları, CF ile epoksi yüzeyin birbirini tutunmasını arttıran birçok yöntemden (γ -ray radyasyon, elektrokimyasal oksidasyon, plazma) ozonlama yöntemini seçerek TDKNT ile ürettikleri kompozit malzemelerin mukavemet özelliklerini araştırmışlardır. O-TDKNT'ler kuru oksidasyon ile ozonizerde ozonlama işlemi yapılarak elde edilmiştir. Öncelikle O-TDKNT'ler (0.10,0.25,0.50,0.75,1.00 % ağı.) aseton içerisinde disperse edilir. 30 dk. ultrasonik titreşimde muamele edilir ve epoksi reçine ile karıştırılır. O-TDKNT'ler 1 saat boyunca vakumlu fırında 100 °C de asetonun uçması ve kabarcıkların giderilmesi için ısıtılır. O-TDKNT-epoksi DDM kürleme ajanı ile mikserde 5 dk. karıştırılır. Son olarak epoksiye daldırılmış CF ler sıra sıra yığılarak , sıcak preste kürlenirilir. (30 MPa, 170 °C., 180 dk.) XPS ve FTIR analizlerinin de ispatladığı gibi oksijen içeriğinin ve oksijen fonksiyonel gruplarının (-COOH, -OH ve C=O) artışı ile O-TDKNT'lerin yüzey özelliği hidrofobikten hidrofilğe değişmiş, kimyasal etkileşim ve epoksi gruplarının arayüzey ile bağlanması artmıştır. Çevreci bir yöntem olan ozon muamele edilmiş TDKNT ile ürettikleri epoksi kompozit malzemelerde kesme mukavemetini % 79.98, kırılma tokluğunu % 54.59 arttırmayı başarmışlardır. En iyi sonuçlar KNT oranının ağı. 0.50 % olduğunda elde edilmiştir (Park,2020).

Hamed Tanebi ve arkadaşları, KNT'lerdeki kimyasal katkıların, kimyasal yüzey düzenleyicilerin ve dispersiyon prosesini kolaylaştırmak için kullanılan seyreltme çözeltilerin nihai kompozit malzemede elektriksel iletkenliğe pozitif etki etmediğini belirtmiştir. Ancak numune hazırlığında veya kürlenme esnasındaki dispersiyon yönteminin iletkenliği etkilediğini araştırmışlardır. Nanokompozit sensörlerin

üretiminde polidimetilsiloksan (PDMS) ve epoksi kullanılmaktadır. Karıştırma parametreleri (zaman ve hız) epoksi/KNT numunelerinin elektrik iletkenliği ve kopma mukavemetine etkisi, farklı KNT konsantrasyonları için incelenmiştir. Elementel dağılımından dolayı manyetizma metodu ile disperse edilen KNT 'lerin doğrusal dizilmesi sağlanmıştır. (Fe % 1,27) 150 gr. Epoksi içerisine birkaç defada ilave edilen KNT karıştırıldıktan sonra sertleştirici 100:35 oranında eklenmiştir. Karışıma aynı hızda devam edilmiştir. Karışım alüminyum kalıplarda 80°C'de 8 saat kürlendirilmiştir. Ayrıca numuneler kalıptan çıkarıldıktan sonra kenarlarına gümüş kaplanmış ve probalar yardımıyla numune içerisinden geçirilen akım ölçülerek elektriksel iletkenlikleri kontrol edilmiştir. Yüksek karıştırma hızı, karıştırma süresi az olduğunda kopma mukavemetini arttırırken, elektriksel iletkenliği azalttığı tespit edilmiştir. (% 0,2) oran % 0,5'e çıkarıldığında kopma mukavemeti normal oranda artış gösterirken, elektriksel iletkenlik 6 kat artış göstermiştir. Gerinim sensör uygulamalarında, yüksek karıştırma hızı ve uzun karıştırma süresi ile düşük (0,2 %) KNT oranı kullanılması daha uygun gözükmektedir. Manyetikleşerek yönelim kazanan KNT kompozitin elektriksel iletkenliği, düzensiz dağılım gösteren KNT lere göre 1.5 kat daha büyüktür (Tanebi,2019).

M.Tiryakioğlu ve arkadaşları, 3 tip seramik nanopartikül (Fe_2O_3 , SiO_2 ve Al_2O_3) ve ÇDKNT 'ün epoksideki mukavemet özelliklerini incelemiştir.(ilave oranı ağırlıkça % 0,5) KNT özelliklerinin çap, uzunluk, yönelim ve yüzey şartlarına bağlı olduğu görülmüştür. KNT 'ün uygun şekilde disperse olması ve topaklanma olmadan kümelenmesi KNT'ün performansını arttırmıştır. Süneklik ve kopma mukavemetinin de arttığı tespit edilmiştir. Parçacıkların sabitleme (pinningeffect) KNT lerin köprüleme etkisinden daha üstün olduğu bildirilmiştir. Saf epoksi gevrek kırılma davranışı gösterir. KNT ve diğer katkıların ani gevrek kırılmaları önlediği, yapıda başlayan çatlağın ilerlemesini yavaşlattığı ispatlanmıştır. ÇDKNT < Al_2O_3 < SiO_2 < Fe_2O_3 . Eğer etkileşim az ise çatlağın, epoksi ve nanopartikülün ara yüzeyinden yürüdüğü, eğer etkileşim kuvvetli ise çatlakların ikincil çatlakların oluşumuna sebep olduğu belirtilmiştir (Tiryakioğlu ve diğ.,2017).

Amit Kumar ve arkadaşları, Moleküler Dinamik simülasyon tekniği kullanarak bozulmamış ve kusurlu TDKNT'ler ile bunların kompozitlerindeki mekanik özellikleri, kusur paterni ve yüzde kusur oranındaki değişimi incelemişlerdir. Bozulmamış 6,6 armchair TDKNT'te kusur oranı 0'dan % 5 kadar değişen farklı boşluk kusurları belirlenir. Boşluk kusurları yani eksik atomun bulunduğu yerde bir boşluk oluşturmak için karbon atomları TDKNT 'lerin mükemmel altıgen yapısından ayrılır. Kafesten tek bir atom çıkarılınca, üç komşusu daha az kararlı hale gelir, çünkü sp^2 bağları doymamıştır. Bu çalışmada asimetrik kusurlu 2 komşu doymayan atomun durumu incelenmiştir. % 0-5' e artan kusur oranı ile tüm kusur tiplerinde Young's modulu azalır. Karışık tipteki kusurlarda TDKNT'lerin yapısı, Young modülünün azalmasına neden olan diğer iki kusura kıyasla daha kararsız hale gelir. Özellikle armchair TDKNT'lerin en yüksek kusur oranı %5,0'ı için karma boşluk düzeninde güçte kademeli bir bozulma gözlenir. Bu, kusurların, tüp kırığının kolayca başlayabileceği nanotüplerde bir delik veya boşluk oluşturması gerçeğine atfedilebilir. Kusur oranı arttıkça, her boşluk paterninde KNT'lerin modülleri azalır, ancak karışık boşluk paterninde daha hızlı bir şekilde azalır. Modüllerdeki bu azalma bağ-bağ etkileşimlerinden veya kusurların kimyasal kararsızlıklarından kaynaklanabilir. Karışık boşluk düzeninin takviye edilmesi ile yapılan kompozit modüllerinde bozulmamış TDKNT / epoksi kompozit ile karşılaştırıldığında maksimum%20'lik bir bozulma gözlenmiştir. Sonuç olarak, boşluk kusurunun yerleştirilmesi bir TDKNT yapısında, mekanik özellikleri bozmaktadır (Kumar ve diğ.,2017).

Bermudez ve arkadaşları, bu çalışmada az miktarda katkı maddesi kullanarak basit bir şekilde epoksi reçine / karbon nanotüp / iyonik sıvı ile hibrit malzemeler geliştirmek, katkı maddelerinin özelliklerini ve tribolojik performans üzerindeki sinerjistik etkisini belirlemeyi amaçlamışlardır. TDKNT ve IL kombinasyonunun, sürtünme azaltmaya ve aşınma önlemeye en iyi katkı sağlayan malzemeler olduğunu araştırmışlardır. (ER+TDKNT+IL) Daha önce IL ile modifiye edilmiş TDKNT ile de benzer sonuçlar elde edilmiştir (ER+TDKNTm). (ER+TDKNT+IL) nin yüksek termal stabilitesi ve çapraz bağ yoğunluğu, onu tribolojik uygulamalar için uygun bir aday yapar. TDKNT' lerin kullanılmasının ana nedeni, önceki çalışmalarda farklı termoplastikler için iyonik sıvılarla modifiye edildiklerinde elde edilen iyi tribolojik

performanstır. IL'ler, ağır kayma koşulları altında metalik ve seramik malzemelerin yağlanması yağlayıcılar ve yağlayıcı katkı maddeleri olarak ve ayrıca harici yağlayıcılar ve katkı maddeleri olarak termoplastik polimerlerin ve epoksi reçinelerinin sürtünme katsayılarının ve aşınma oranlarının azaltılmasında mükemmel bir performans göstermiştir. Bu çalışmada IL modifiye TDKNTm, katkıların ve sertleştiricinin IKA T25'te 16000 rpm de 15 dk. karıştırılması ile elde edilir. Ardından 20 °C'de 20 dk. ultrasonik banyoda disperse edilir. Kompozit malzemeler 60 °C'de 1 saat, 80 °C'de 1 saat 130°C 'de 2 saat post-cure vakum fırında kürlenmiştir.IL, nanokompozitlerde epoksi reçineye bağlı olarak sertleştirme işleminin hızlandırılmasında görev alır. Bu sonuç, epoksi reçinelerinin sertleştiricisi olarak kullanılan alkilimidazolium IL'ler için daha önce elde edilen sonuçlarla uyumludur. TDKNT ve IL karışımının epoksiye eklenmesi, nihai malzemenin çapraz bağlanma yoğunluğunu %70 oranında artırır. TDKNTm veya TDKNT-IL epoksi matrise ilave edildiğinde sinerjistik bir etki gösterir. Her ikisi de sürtünme katsayısını %53 ve aşınma oranını %86 (katkısız epoksi reçineye kıyasla) oranında azaltır. Katkı maddelerinin ortak etkisinin katkı maddelerinin herhangi birinin ayrı ayrı etkisine nazaran daha üstün olduğu anlaşılmıştır. (ER+SWCNT+IL)epoksi reçineye göre daha yüksek termal stabilite göstermektedir (Bermudez ve diğ.,2016).

Marcelo ve arkadaşları, ÇDKNT ile kuvvetlendirilmiş hibrit organik-inorganik epoksi-copolysilsesquioxane nanokompozit sentezi üzerine çalışmışlardır.

Silsekuioksanlar tipik organik-inorganik malzemelerdir ve termoplastik ve termoset polimerlerin özelliklerini geliştirmek için ilave edilir. İşlenmemiş epoksi ile kıyaslandığında epoksi/silsesquioxane hibritlerin termal stabilite, dielektrik özelliği, korozyon direnci ve mekanik özellikleri, daha düşük tutuşabilirlik özelliği gelişmiştir.%5 oranında silsesquioxane ilavesi epoksi/silsesquioxane sisteminde Tg değerinde 6 °C lik bir artış sağlarken ilave miktarı % 15-20 oranında olduğunda Tg değeri 4 ila 6 °C azalmaya sebep olur.2 epoksi gruplu polyhedral oligomeric silsesquioxane (POSS) , epoksi reçineye dahil edildiğinde, alev geciktiriciliği ve termal stabilitesi gelişmiş hibrit bir malzeme elde edilir. Viskozitesi yüksek (APTES/PTES copolysilsesquioxane) DGEBA matrisi kütlece %7,5 copolysilsesquioxane ile reaksiyona sokulduğunda hibrit bir malzeme elde edilir.

APTES/PTES copolysilsesquioxane epoksi zincirini sertleştirici gibi açabilir. APTES te yer alan birincil amin grubu epoksi zincirinde ikinci amin gibi reaksiyona girer. Ancak silsesquioxane da yer alan amin grubu miktarı (konsantrasyonu) kürlenme prosesini tamamlamaya yetmeyecektir. Kalan kütledeki bu önemli artış, APTES / PTES 'de bulunan Si–O–Si bağlarının yüksek termal kararlılığından kaynaklanmaktadır. Young modülünde LY-18-0-CNT için, % 0.25 ÇDKNT ilavesi ile % 24 artış gözlenmiştir (Farias,2015).

Jean-Francois Feller ve arkadaşları, KNT' ün güçlendirici nanofiller olarak saf epoksi reçine ve tek yönlü (UD) karbon fiber / epoksi kompozitlerde kullanılabilmesini incelemiştir. Ayrıca KNT ağlarının cam elyaf/epoksi kompozitlerde çok fonksiyonlu doğası ve özellikle hem gerilim hem de hasar birikimini takip etme potansiyelini incelemiştir. Bunu ispatlamak için çekme, üç nokta bükme ve mukavemet deneyleri yapılmıştır. Ağ. %0.5 ve % 1.5 NC 7000 KNT ile doldurulmuş epoksi grubu tek yönlü karbon fiber ile (800 Tex ile Toho Tenax) (% 62 UDCF- % 38 EP) kompozit malzeme oluşturmak üzere vakum altında 25°C den 100°C her 2 saatte 20°C artacak şekilde kürlendirilmiştir. Epoksi reçine matrisinde nihai stresin KNT ilavesiyle iyileştirilmesi, agregaların boyut ve sayısında bir azalma gerektirir. Lokal iletken polimer nanokompozit yamaları, yapısal zarar tespiti (SHM) yapabilen akıllı kompozitler tasarlamak için cam ve keten lifleri ile güçlendirilmiş epoksiden yapılmış kompozitlerin çekirdeğine yerleştirilir. Polimer nanokompozitteki iletkenlik esas olarak, karbon dolgu maddeleri arasındaki ortalama boşlukların hassasiyeti yani tünel etkisi ile yönetilir. İki bitişik KNT arasındaki mesafe 1.8 nm'yi aştığında tünel iletkenliği kesilir.60 mt. %1,5 ağırlıkça KNT masterbach tabakalar cam fiber epoksi kompozit plakaların ortalarına yerleştirilmiştir. Klasik olarak termosette, reçine kırılma tokluğu, sertleştirici ve reçine arasındaki arayüzey yapışmayı iyileştirilerek veya aşırı dallanmış reçine ilave edilerek arttırılır. Her iki durum da, daha yüksek bir deformasyona neden olur ve kompozitin kırılma tokluğu artar. Ancak, bu yaklaşım kompozitin kırılma modülünü ve stresini azaltır. Karbon nanotüpleri polimer matris içerisinde hem mukavemet hem hasar görüntüleme yeteneği sağlar. Çok yüksek özgül yüzey alanı ve en-boy oranı ile, KNT'ler reçine ve lifler arasındaki stres transferini arttırabilir, böylece laminant katmanlar arasındaki stres konsantrasyonunu azaltır.

Kompozitlerdeki karbon nanotüpler ve karbon fiberler arasındaki kırılma davranışları benzer, KNT kırığı, çatlak köprüleme ve stres kaynaklı KNT parçalanması olarak görülmektedir. Büyük çatlakların meydana gelmesinden önce, GF-gauge faktör ile elektrik patikalarının KNT ağı içindeki etkileşimi sensörü tetikler. GF, yüksek oranda yüklemelerde daha önemli hale gelen gerilmenin heterojen dağılımı sayesinde ve anizotropiyi teşvik eden yönelim olayları ile güçlenir. Bu tersinir işlem altında, sensörün iletkenliği bir döngüden diğerine durağan hale gelir. Elastik sınırın üzerinde, hasar birikimi ve çatlak gelişimi tanımlanabilir ve her mekanik döngüden sonra Ar (direnc büyüklüğü) üstel değer olarak ölçülür. Sensör hassasiyetindeki gözle görülür azalma kompozit içerisindeki hasar gelişimini tanımlar. Bu çalışmada, %0,5 KNT ilaveli UD-EP numunelerinde G_{Ic} (kritik gerilim enerji salınım oranı) %25,6 ilerleme yaratmıştır. En önemli sonuç % 0,5 KNT ilavesi ile kırılma stresinde % 4 gelişme kaydedilmesidir. Ayrıca bu ilave epoksinin Young's modülünü %2 değiştirmiştir. KNT'ler arayüz etkileşimini ve lif-matris stres transferini geliştirir, bu da daha yüksek çekme gerilimine dayanıklı bir malzeme elde edilmesine imkân verir (Feller ve diğ.,2019).

BÖLÜM DÖRT

DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Çalışmanın bu bölümünde iletken kompozitlerin üretimi ve yapısal-kimyasal özelliklerinin karakterizasyonu için kullanılan yöntemler incelenmiştir.

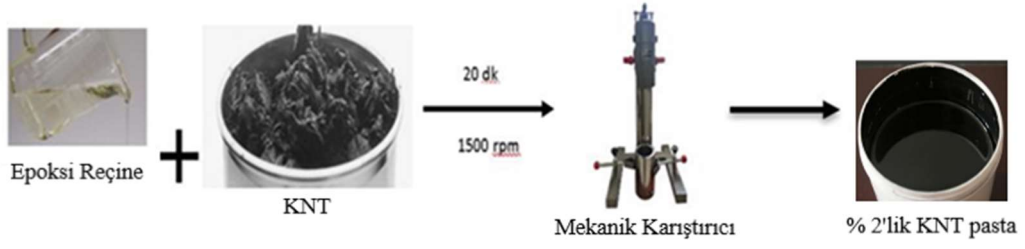
4.1 Malzemeler

Çalışmada kullanılan bisfenol A/F epoksi reçine, Araldite GY 783 (epoksi ekivalenti 185-196 g/Eq), Huntsman firmasından satın alınmıştır. Karbon nanotüp (KNT) katkı, Tuball Matris 203, OCSiAl firmasının Türkiye temsilcisi olan Hayim Pinhas A.Ş. şirketinden temin edilmiştir. TuballMatris 203'ün taşıyıcı ortamı yağ asidi glisidil esterden oluşmaktadır. Ayrıca çapraz bağlanmada kullanılan kürleme ajanı sikloalifatik poliamin ise Ancamine 2760, Evonik firmasından tedarik edilmiştir.

4.2 KNT Katkılı Kompozitlerin Üretimi

4.2.1 KNT Pasta üretimi

KNT katkıli kompozitlerin üretiminde ilk olarak KNT pasta hazırlanmıştır. Bisfenol A/F epoksi reçineden (Huntsman, Araldite GY 783) 98 birim, tek duvarlı karbon nanotüp (OCSiAl, Tuball Matris 203) 2 birim olarak, 1500 devir/dakika hızda mekanik tip bir laboratuvar karıştırıcıda (dispermat) 20 dakika karıştırılmıştır. (Şekil 4.1) Kompozit üretiminde %2'lik KNT pasta ağırlıkça % 0,10 ; 0,15 ; 0,20 ; 0,30 olacak şekilde kullanılmıştır.



Şekil 4.1 % 2'lik KNT Pasta hazırlama işlemi

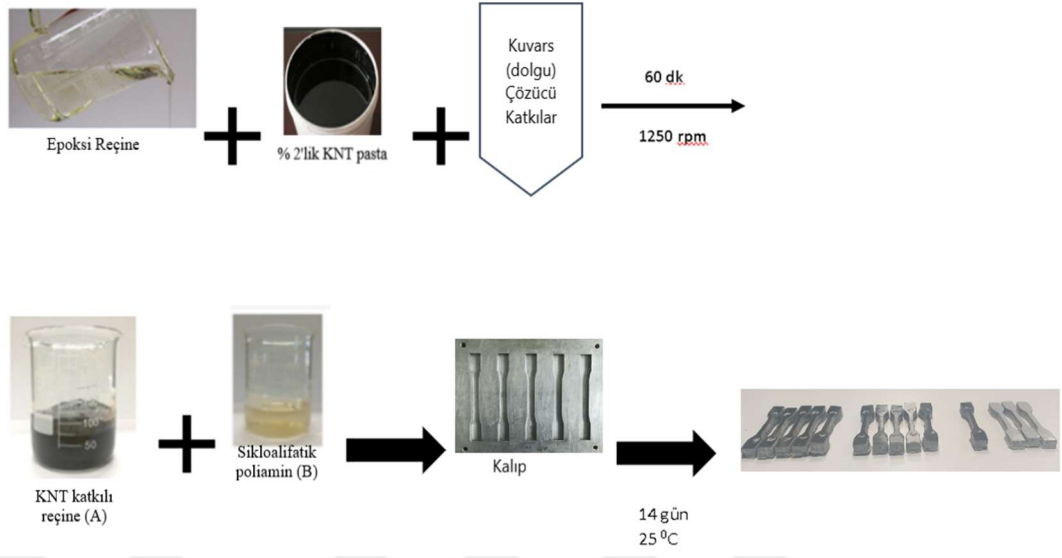
4.2.2 KNT Katkılı Kompozit ve Katkısız Kontrol Grubunun Üretimi

A/F esaslı epoksi reçine ve hazırlanan %2 'lik KNT pastadan belirli oranlarda (Tablo 4.1) 1250 devir/ dakika hızda 10 dakika karıştırılmış, ardından sisteme çözücü, dolgu ve diğer katkıları ilave edilmiştir. Karıştırma işlemine 50 dakika devam edilerek sistemin A komponenti oluşturulmuştur.

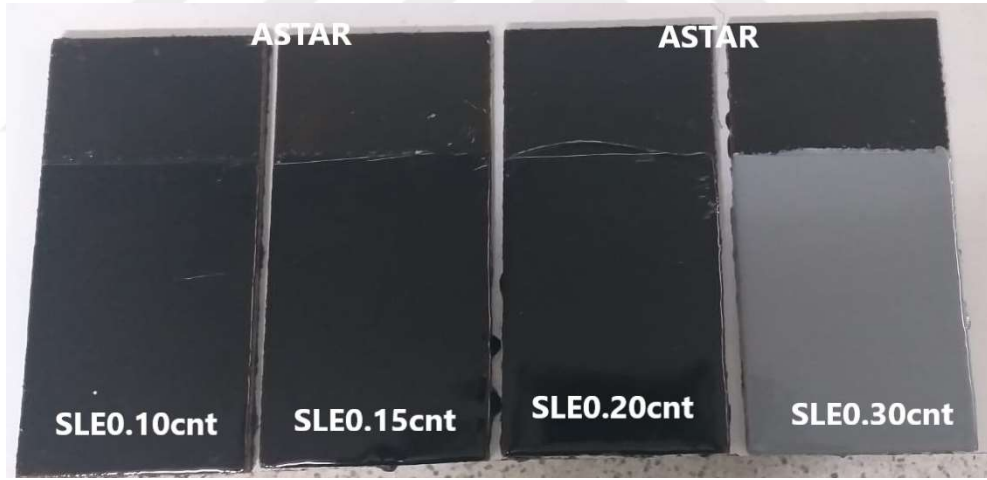
Kürleme için sikloalifatik poliamin (Evonik, Ancamine 2760) ile A komponenti miktarı, amin hidrojen eşleniğine göre hesaplanmış ve 3:1 (A:B) oranında karıştırılmıştır. Elde edilen karışımlar, mekanik testler için kalıplara dökülmüş (Şekil 4.2) ve ayrıca bu karışımların epoksi astar uygulanmış betopan zemin üzerine rulo ile uygulamaları yapılmıştır. (Şekil 4.3) Karışımların kürlenmesi 25 °C oda sıcaklığı ve % 50 bağıl nem ortamında 14 günde sağlanmıştır.

Tablo 4.1 KNT katkılı ve katkısız kompozit grubunun adlandırılması

Kompozit numune kodu	Kompozit içeriği	KNT'ün kompozit içindeki konsantrasyonu (w/w ağırlıkça %)
SLE0.10cnt	Epoksi-KNT	50 gr./1000 gr.
SLE0.15cnt	Epoksi-KNT	75 gr./1000 gr.
SLE0.20cnt	Epoksi-KNT	100 gr./1000 gr.
SLE0.30cnt	Epoksi-KNT	150 gr./1000 gr.
SLE	Epoksi	-



Şekil 4.2 Mekanik testler için kalıpta ağırlıkça %0.10/0.15/0.20/0.30 KNT katkılı kompozitlerin hazırlanma aşamaları



Şekil 4.3 Farklı katkıların üretildiği kaplamaların uygulandığı ahşap-çimento karışımı yüzey (betopan) (kişisel arşiv)

4.3 KNT Katkılı Kompozitlerin Karakterizasyonu

4.3.1 Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR)

Kompozit örneklerinin kimyasal karakterizasyonu ATR ünitesi eklentili Perkin Elmer marka Spektrum BX cihazı (Şekil 4.4) ile dalga sayısı aralığı 4000-650 cm^{-1} , tarama sayısı 20 ve çözünürlük 1cm^{-1} olarak ayarlanarak gerçekleştirilmiştir.



Şekil 4.4 ATR-FTIR cihazı , Perkin Elmer

4.3.2 Termogravimetrik (TGA) ve Diferansiyel Termal Analiz (DTA)

Kompozit örneklerin termogravimetrik ve diferansiyel termal analizi Shimadzu marka DTG-60H model TGA-DTA cihazı (Şekil 4.5) ile azot atmosferi altında, $10^{\circ}\text{C}/\text{dk}$ 'lık bir ısıtma hızında 25°C 'den 1000°C 'ye artan sıcaklıkla sürekli olarak kaydedilerek gerçekleştirilmiştir.



Şekil 4.5 TGA-DTA cihazı, Shimadzu

4.3.3 Shore D Sertlik Ölçümü

KNT katkıli kompozit örneklerinin yüzey sertliđi Tronic Model LX-D Shore D durometre (Şekil 4.6) ile ölçülmüştür. Malzeme sertliđi epoksi kaplamalarda önem arz etmektedir.



Şekil 4.6 Shore D Durometre, Tronic

4.3.4 Çekme Testi

Mekanik testlerden biri olan ve epoksi zemin kaplamalarda önem arz eden çekme testi ZwickRoellz050 cihazı ile EN ISO 527-2 standardında tip IB'ye göre 4 mm (kalınlık) x 10 mm (gövde) x 50 mm (uzunluk) boyutlarında hazırlanan örnekler kullanılarak sabit 100 mm/dk çekme hızında oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. (Şekil 4.7) Her bir numunenin kalınlığı test öncesi ölçülmüştür. Çekme testi sırasında her bir örnek için gerilme-uzama grafiđi elde edilmiş, örneklerin elastik modül, çekme kuvveti, çekme ve kopma uzaması deđerleri belirlenmiştir.



Şekil 4.7 Zwick Roell z050 ile yapılan çekme testi

4.3.5 Elektriksel Direnç Testi

Direnç ölçümleri Appa 605 insulation tester (Şekil 4.8) ile Hayim Pinhas A.Ş firması tarafından ve EN 61340-4-9:2016 standardına göre örneklerin uygulandığı betopan plaka yüzeyinden (20*10*1cm) 2 nokta prob ile (problar arası 5 cm) ölçüm alınarak gerçekleştirilmiştir. Sonuçlar mV cinsinden karşılaştırılmıştır.



Şekil 4.8 Appa 605 insulation tester cihazı

4.3.6 Stereo Mikroskop ile Görüntüleme

Betopan üzerine uygulanan KNT katkıli kompozit örneklerinin kesit morfolojileri Carl Zeiss Jena stereomikroskopa (Şekil 4.9) incelenmiş, astar ve kaplama kalınlıkları ölçülmüştür. Stereo mikroskoplar ışık mikroskobundan farklı olarak sabit dürbün mantığı ile çalışan 3 boyutlu görüntü elde etmeyi sağlayan bir mikroskop türüdür.



Şekil 4.9 Carl Zeiss Jena stereo mikroskobu

4.3.7 Yüzey Pürüzlülük Ölçümü

KNT katkıli kompozit örneklerinin yüzey pürüzlülüğü, Ambios XP-2 yüzey profilometresi (Şekil 4.10) kullanılarak ölçülmüştür. Cihazın ölçüm mantığı şu şekildedir. Piezoelektrik elemanı; üzerine bir kuvvet uygulandığında, gerilim doğurur. Elmas uç kolu kristale pimlenir. Elmas uç, yüzeye üzerinde kayan bir altlıkla değer. Ucun düşey hareketiyle doğan gerilim sinyal olarak alınır gösterge veya kaydediciye verilir. Gerilim değişimi bu değişim kalibrelenerek yüzey pürüzlülüğü ölçülür. Çukur az kuvvet uygulanır. Tepe maksimum kuvvet uygulanır.

Yüzey pürüzlülük ölçümlerinde R_a , R_z , R_q , R_y olarak 4 farklı değer elde edilir. R_a , (pürüzlülük ortalaması) merkez ortalama çizgisinin altında ve üzerinde kalan alanların mutlak değerinin toplamının ölçüm mesafesine bölümü olarak tanımlanabilir. R_z , beş örnekleme uzunluğu içinde en yüksek tepeden en alçak çukura dikey mesafe ölçülerek ve ardından bu mesafelerin ortalaması alınarak hesaplanır. Yalnızca en yüksek beş zirvenin ve en derin beş vadinin ortalamasını alır. R_q , merkez ortalama

izgisinden sapmaların geometrik ortalaması olarak tanımlanır. R_y , lim mesafesi ierisindeki alanda, en yksek nokta ile en ukur nokta arasında kalan mesafe olarak tanımlanır (Gler,2012).

Sonular her bir rnek iin 3 tekrarla ortalama alınarak hesaplanmıřtır.



řekil 4.10 Ambios XP-2 yzey profilometresi

BÖLÜM BEŞ

DENEYSEL SONUÇLAR ve TARTIŞMALAR

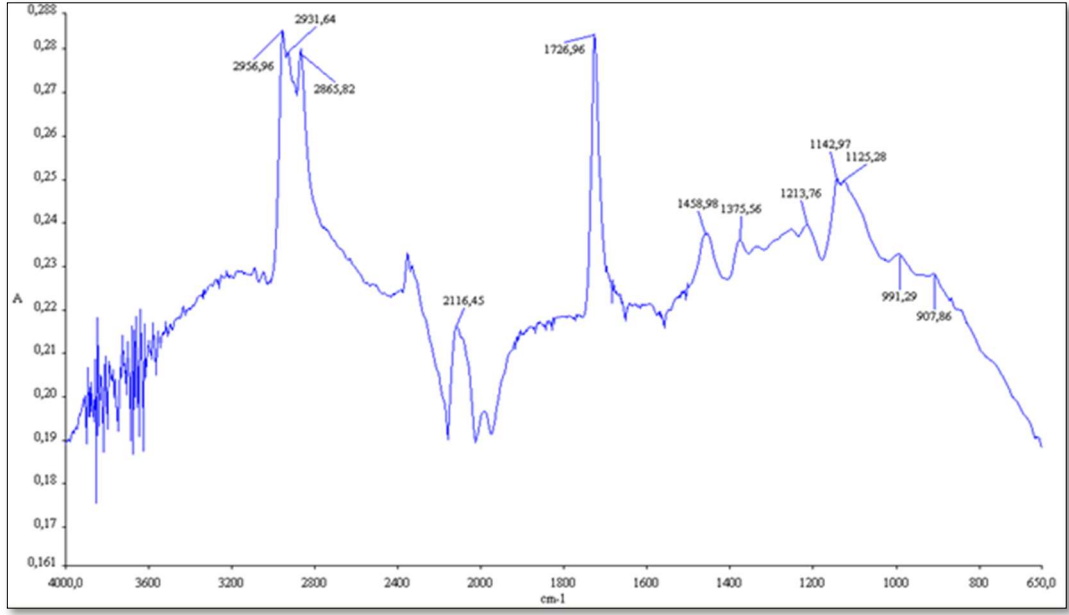
Klasik yer kaplamalarında kullanılan bisfenol A-A/F esaslı epoksi reçine ve sikloalifatik poliaminin çapraz bağlanma ile oluşan sistemin, değişik oranlarda (yüzde 0,1/ 0,15/ 0,2/ 0,3) tek duvarlı karbon nanotüp ile katkılandırılması ile yüzey direncinin düşürülmesi bu çalışmanın amacıdır.

Bu tez kapsamında, tek duvarlı karbon nanotüp ile oluşturulan kompozitler, Pomza Eksport Madencilik San. ve Tic. A.Ş. laboratuvarında üretilmiş ve çapraz bağlanma için B komponenti ile uygun oranda karıştırılmıştır. Mekanik dayanım testleri için kalıba, kimyasal ve termal karakterizasyon testleri için 0.5 mm kalınlığında ince tabaka halinde PE film üzerine dökümler yapılmıştır. Ayrıca betopan yüzeylerde uygulamalar yapılmış ve uygulamalardaki tabaka kalınlıkları ölçülmüş, yüzeylerin Shore D sertlik, pürüzlülük ve elektriksel dirençleri belirlenmiştir.

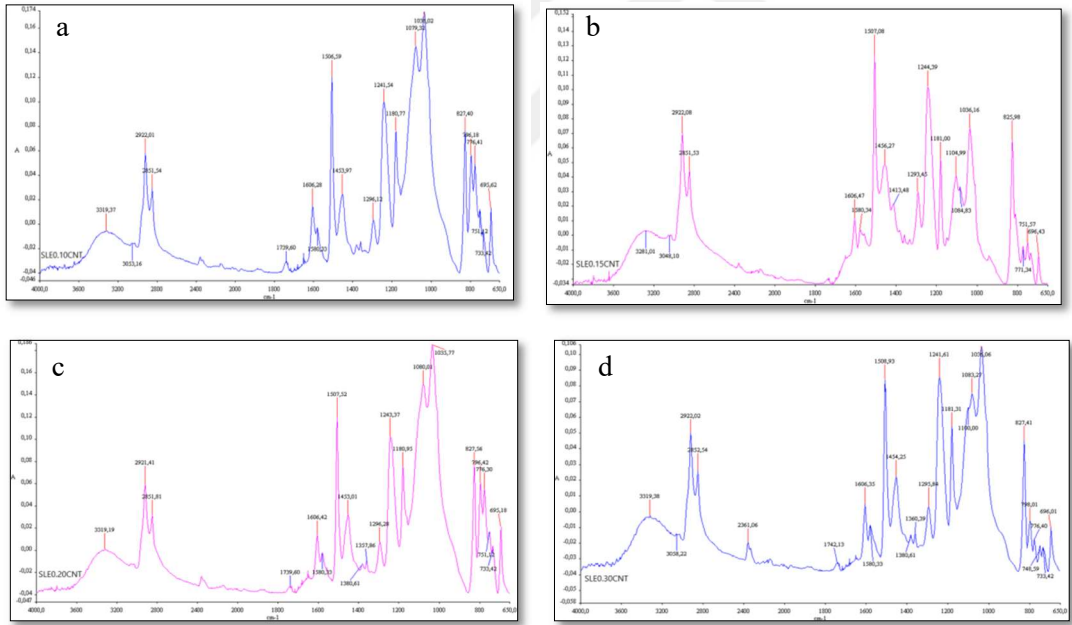
5.1 Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR)

OCSiAl firması tarafından üretilen TDKNT içeren Tuball-Matris 203'ün ve TDKNT katkılı epoksi kaplamaların çapraz bağlanma sonrası kimyasal karakterizasyonu ATR-FTIR analizi ile yapılmıştır.

Şekil 5.1'de Tuball TDKNT Matris 203'ün ATR-FTIR spektrumu görülmektedir. Spektrum Tuball TDKNT Matris 203'ün kimyasal içeriği olan glisidil ester yağ asidi ve poliolefin amonyum tuzu ile örtüşmekte, 2950 cm⁻¹ bandında poliolefin ve yağ asidi C-H pikleri ve 1726 cm⁻¹ bandında literatürde bilindiği gibi TDKNT'teki ester C=O piki görülmektedir (Ceponkus ve ark., 2013). Ester pikinin, karbon nanotüplerin yapısında bulunan karboksilik asit fonksiyonel grupları ile epoksi halkasının esterifikasyon reaksiyonu sonucu şiddeti azalır. Ayrıca Ceponkus ve ark.,2013 çalışmasında yer alan, spesifik Tuball TDKNT'e ait 2300 cm⁻¹ bandında C-O-O piki spektrumda yer almaktadır.



Şekil 5.1 Tuball TDKNT Matris 203'e ait ATR-FTIR Analizi



Şekil 5.2 (a) SLE0.10CNT – (b) SLE0.15CNT – (c) SLE0.20CNT – (d) SLE0.30CNT kompozit örneklerine ait ATR-FTIR Analizleri

Şekil 5.2'de farklı oranlarda TDKNT katkılandırılmış ve kürlenmiş kompozit örneklerine ait ATR-FTIR analiz sonuçları görülmektedir. Tüm örneklerin FTIR spektrumlarında 3280-3320 cm^{-1} bandında O-H piki yer almaktadır. Nikolic ve arkadaşları çalışmalarında epoksi veya polyamine spektrumunda bulunmayan bu

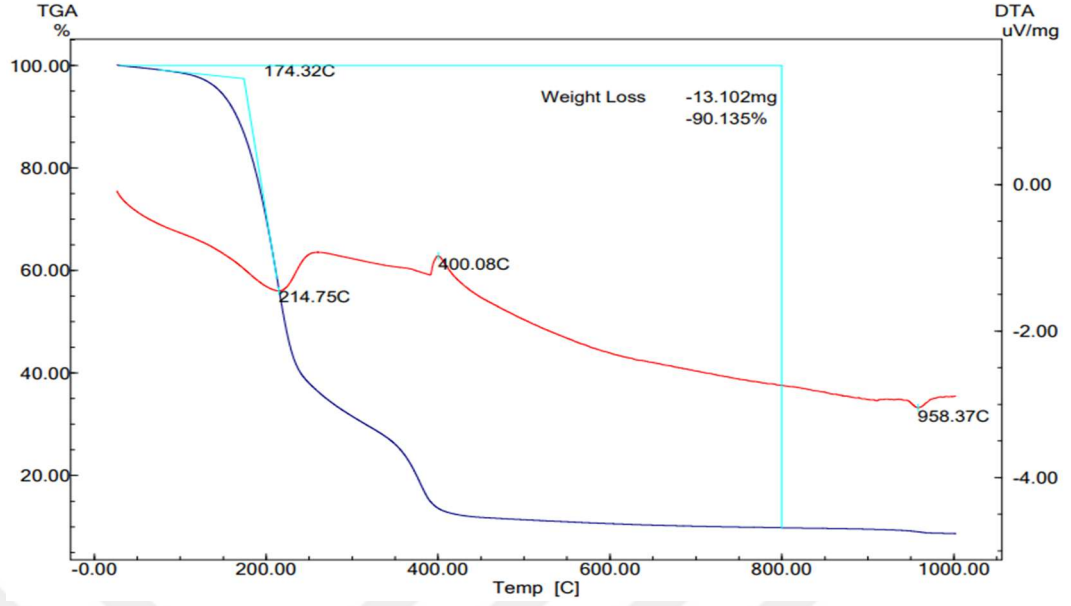
pikin, krlenme sonrasında epoksi halkasının aılmasıyla oluřtuđunu belirtmiřtir. Aromatik ve alifatik -CH₂-, -CH₃ gruplarına ait asimetrik ve simetrik titreřim gsteren -C-H bađı 2921-2852 cm⁻¹ bantlarında, 1605-1580-1510-1455 cm⁻¹ bantlarında Ar-C=C-H zincirine, 1085 cm⁻¹ bandında -O-C-C zincirine ve 1035 cm⁻¹ bandında -C-O-C- zincirine ait karakteristik absorpsiyon pikleri grlmektedir. Barrera ve ark., alıřmalarında, 825 cm⁻¹'deki pikin para sbstite aromatik halkadan, 1740 cm⁻¹ gzlenen zayıf absorbansın ise Tuball-Matris 203 katkısıyla ieriđe eklenen ester trevlerinden gelen C=O bađından kaynaklanabileceđini ifade etmektedir. Ayrıca 1200-1100 cm⁻¹ bandında kuvvetli pik asimetrik titreřim gsteren Si-O-Si grubuna aittir. Bu da sistemde kullanılan kuvars dolgusuna iřaret etmektedir.

5.2 Termal Gravimetrik Analiz (TGA)–Diferansiyel Termal Analiz (DTA)

TDKNT ieren Tuball-Matris 203'n ve TDKNT katkılı epoksi rneklerin termal davranıřını arařtırmak iin TGA-DTA analizleri gerekleřtirilmiřtir.

Tuball Matris 203'n bozunma bařlangı sıcaklıđı yaklaşık 174°C olarak tespit edilmiřtir (řekil 5.3). Bozunma 3 basamakta gerekleřmiř, 2 endotermik pik 214°C ve 958°C de, 1 ekzotermik pik 400°C de grlmřtir. Smirnov ve ark. gre, 400°C'de grlen reaksiyon ve ekzotermik ykseliř, KNT'n yapısındaki oksidasyon tepkimesi olarak dřnlmektedir (Predtechenskiy ve ark., 2022). Tuball Matris 203'n ieriđindeki TDKNT tařıyıcı ortamı glisidil yađ asidi esteri ve poliolefin esaslı amonyum tuzundan oluřmaktadır. Bu dođrultuda, literatre gre 1. Basamađın uucu kısım olan glisidil yađ asidi esterinin, 2. basamađın ise poliolefin amonyum tuzunun bozunma basamađı olduđu dřnlmektedir (Silva ve ark., 2019). Bu tařıyıcı sistem TDKNT'lerin epoksi matris ierisinde homojen ve kolay dađılmasını sađlamaktadır.

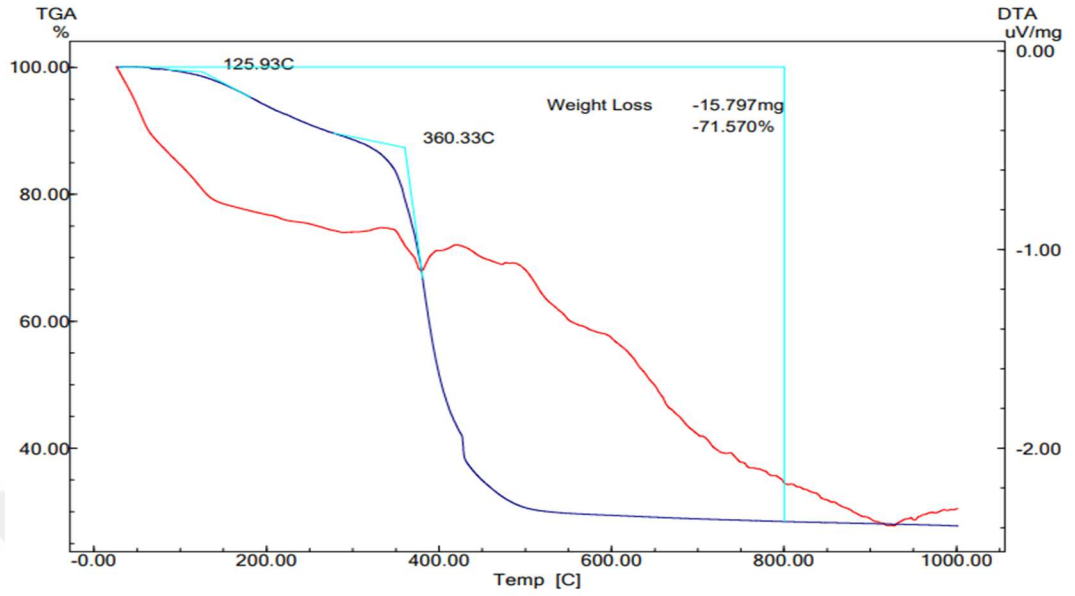
Yaklaşık %13 kalıntı ise TDKNT'nın kalıntısı olduđu dřnlmektedir (Predtechenskiy ve ark., 2022).



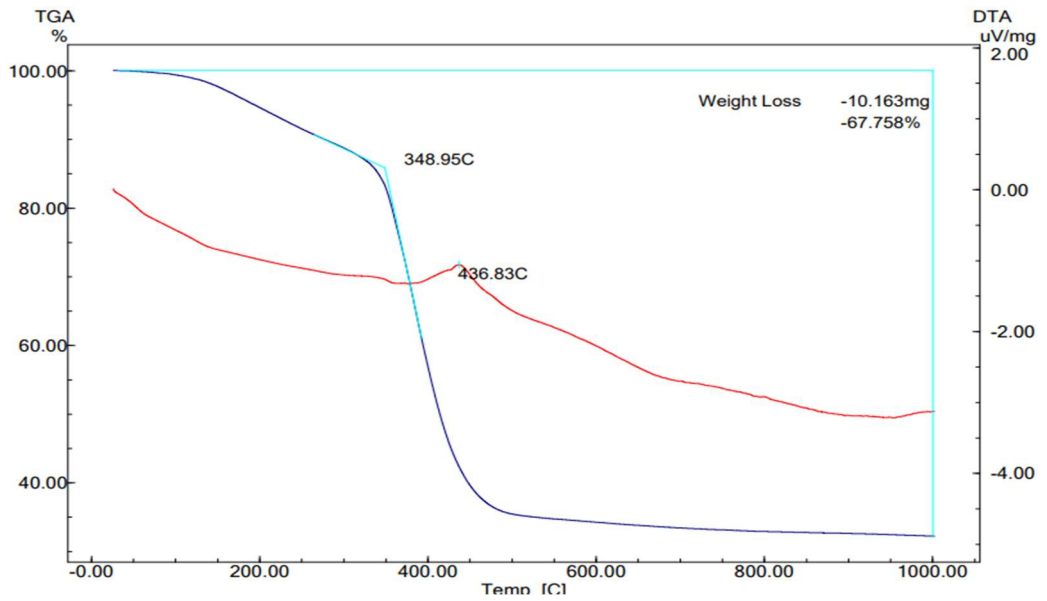
Şekil 5.3 Tuball TDKNT Matris 203'e ait TGA-DTA Analizi

TDKNT katkılı epoksi örneklerine ait TGA-DTA eğrileri Şekil 5.4-5.7'de verilmektedir. Bozunma başlangıç sıcaklıkları SLE0.10cnt örneğinde 360°C, SLE0.15cnt örneğinde 348°C, SLE0.20cnt örneğinde 354°C ve SLE0.30cnt örneğinde 358°C olarak belirlenmiştir. Bu sıcaklıklardan sonra görülen yüksek kütle kayıpları epoksi matris ve diğer organik bileşenlere ait organik bağların kopmasıyla uçucu bileşenlerin oluşmasını işaret etmektedir. Literatürde saf epoksinin 345°C de bozunmaya başladığı ve ayrıca kömür verimi %6,6 olduğu bilgisi bulunmaktadır (Hameed ve ark.,2007). Bu sonuçlara göre TDKNT katkısının, epoksi matrisin termal dayanımında bir miktar artışa neden olduğu düşünülmektedir. Artan TDKNT oranı ise örneklerin termal kararlılığında anlamlı bir fark yaratmamıştır.

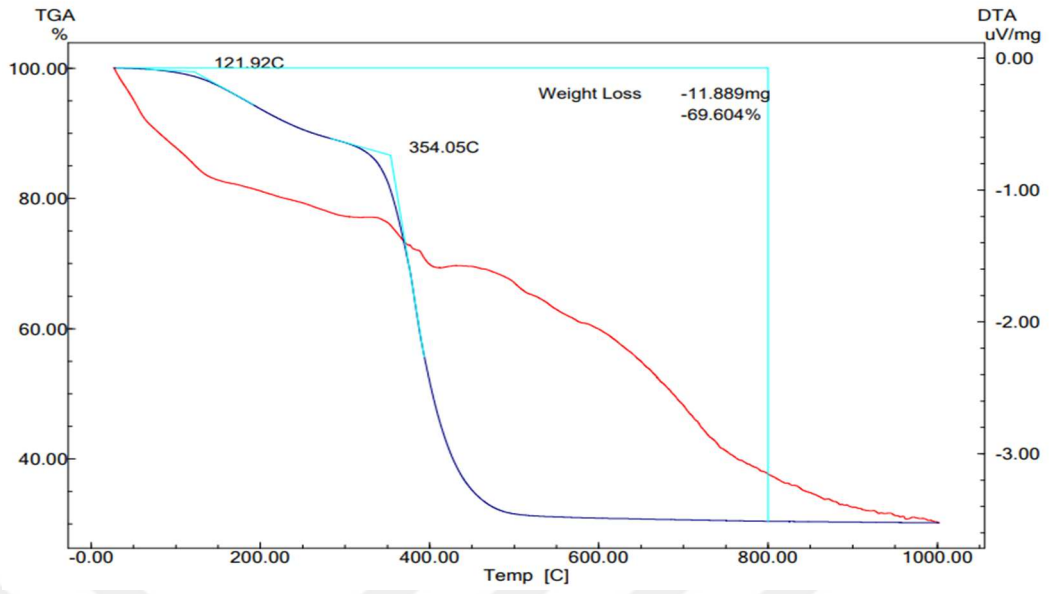
TDKNT katkılı epoksi örneklerinde kömür verimi ve formül içerisine eklenen uçucu bileşen içermeyen dolgu yüzdesi Tablo 5.1'de verilmektedir. Dolgu olarak formülasyonlarda SiO₂ içeriği zengin kuvars kumu kullanılmıştır. Kuvarsın dehidrasyon ve dehidroksilasyon tepkimeleri ile parçalanmaya uğradığı ve bu sebeple kömür veriminin, dolgu yüzdesinden düşük olduğu düşünülebilir. Benes ve ark., silis bileşiklerinin termal ve kinetik parametrelerini inceledikleri çalışmada kömür veriminin bu reaksiyonlardan etkilendiğini belirlemiştir.



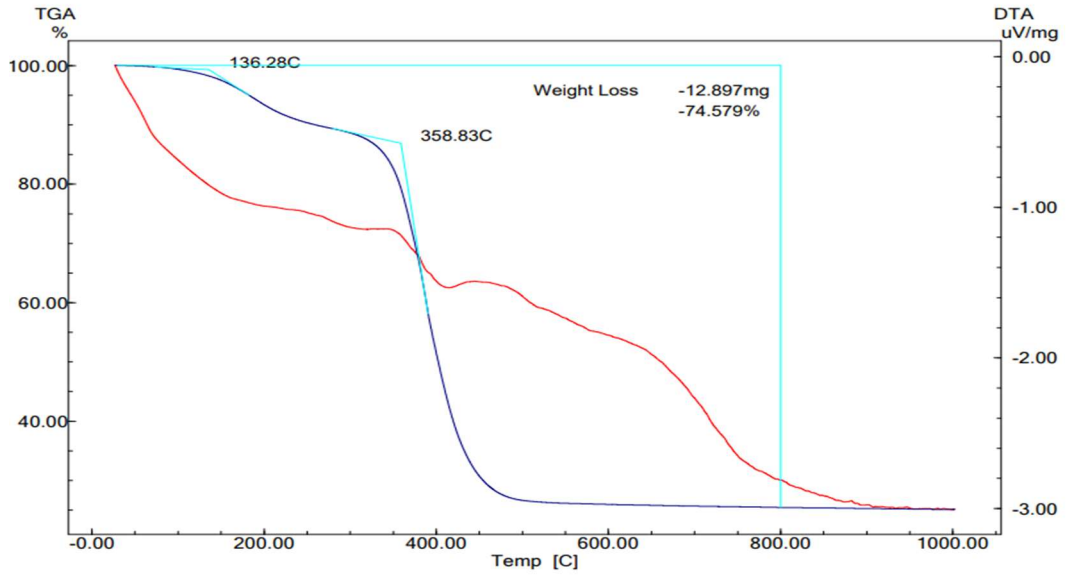
Şekil 5.4 SLE0.10CNT'e ait TGA-DTA Analizi



Şekil 5.5 SLE0.15CNT'e ait TGA-DTA Analizi



Şekil 5.6 SLE0.20CNT'e ait TGA-DTA Analizi



Şekil 5.7 SLE0.30CNT'e ait TGA-DTA Analizi

Tablo 5.1 Kömür verimi ve formül içerisine eklenen uçucu bileşen içermeyen dolgu yüzdesi

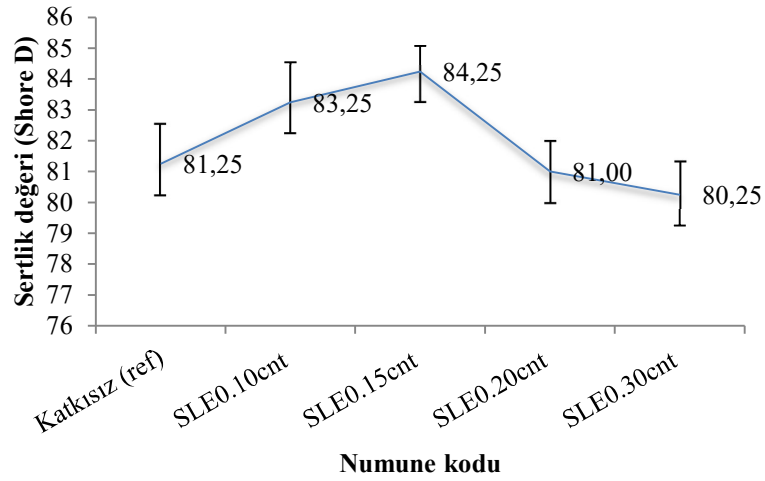
	Kömür verimi (%)	Formül içerisindeki dolgu oranı (%)
SLE0.10cnt	28.5	35
SLE0.15cnt	32.5	34
SLE0.20cnt	30.5	33
SLE0.30cnt	25.5	33
Katkısız (referans)	6.6*	-

5.3 Shore D Sertlik Analizi

Örneklerin mekanik özelliklerinden biri olan yüzey sertliği Tronic Model LX-D Shore D durometre ile ölçülmüştür ve sonuçlar Tablo 5.2’de verilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre TDKNT katkısının %0,10 ve%0,15 olduğu çalışmalarda daha yüksek sertlik değerlerine ulaşılmıştır. Daha yüksek oranda TDKNT ilavesi Shore D sertliğini düşürmektedir. KNT ilavesinin dislokasyon hareketlerini yavaşlattığı, bundan dolayı plastik şekil değişimini sınırlandırarak sertlik değerini arttırdığı bilinmektedir. Artan TDKNT ilavesi ile epoksi matrisin viskozitesi önemli ölçüde artar ve oldukça viskoz matris süspansiyonu, KNT'lerin topaklanmasını artırır ve ayrıca kompozit üretiminde boşlukların giderilebilmesini zorlaştırır. Bu durum sertlik değerlerinin, artan TDKNT katkısı ile düşmesine sebep olmaktadır (Panchagnula ve Kuppan,2018).

Tablo 5.2 Shore D ile alınan ölçüm sonuçları

Numune Kodu	Değerler				Ortalama	Standart sapma
SLE0.10cnt	85	82	84	82	83,25	1,3
SLE0.15cnt	85	85	83	84	84,25	0,8
SLE0.20cnt	82	80	80	82	81,00	1,0
SLE0.30cnt	79	82	80	80	80,25	1,1
Katkısız (referans)	82	80	83	80	81,25	1,3



Şekil 5.8 Kompozit numunelerinin sertlik değerleri (Shore D)

5.4 Çekme Testi

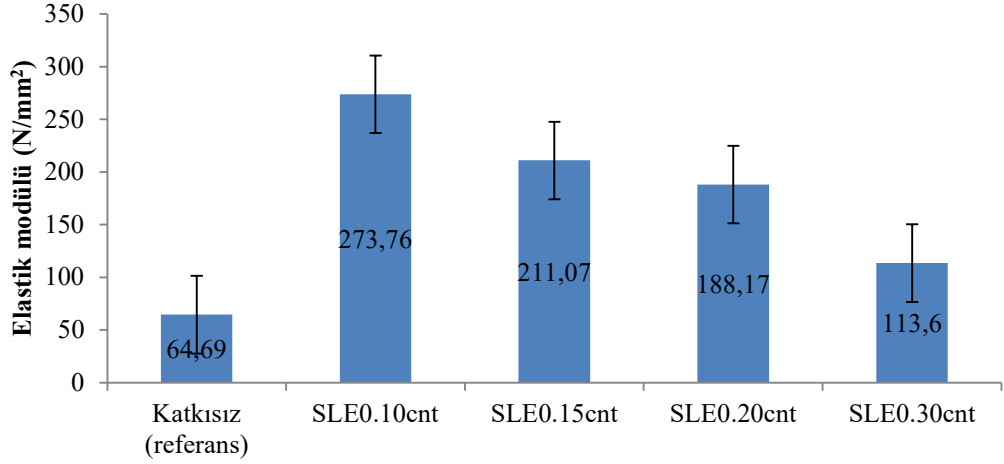
Mekanik testlerden biri olan ve epoksi zemin kaplamalarda önem arz eden çekme testi, ZwickRoellz050 cihazı ile standarda uygun boyutlarda gerçekleştirilmiştir. Şekil 5.9’da hazırlanan papyon kompozit numuneleri görülmektedir. Şekil 5.15’te ise çekme testi sonrası hali ve kopma kırılmalarının numunenin orta noktalarından gerçekleştiği gözlenmiştir.



Şekil 5.9 Çekme testi için hazırlanan papyon kompozit numuneleri

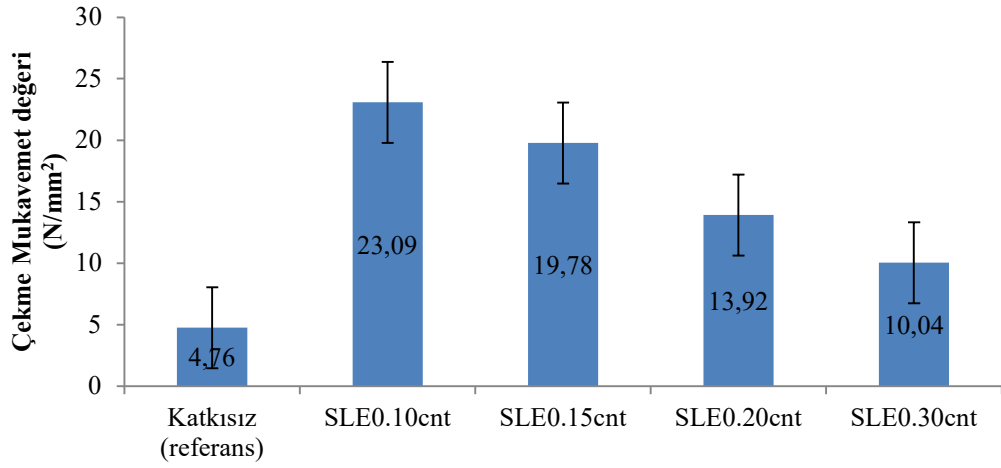
Hazırlanan kompozit numunelerinin (katkısız; % 0,10; %0,15; % 0,20; %0.30 TDKNT katkılı) elastik modülü, çekme mukavemeti, çekme uzaması, kopma uzaması değerleri sırasıyla Şekil 5.10-5.11-5.12-5.13’te gösterilmiştir.

Şekil 5.10’da görüldüğü üzere, katkısız kompozit numunesinin elastik modül değeri $64,69 \text{ N/mm}^2$ olarak belirlenmiştir. % 0,10 TDKNT ilavesi olan kompozit numunesinde elastik modülü 4 kat artmıştır ve $273,76 \text{ N/mm}^2$ olarak belirlenmiştir. Artan TDKNT ilavesinde ise elastik modül değerleri düşmektedir. En yüksek elastik modül değeri SLE0.10cnt kompozit numunesinde tespit edilmiştir.



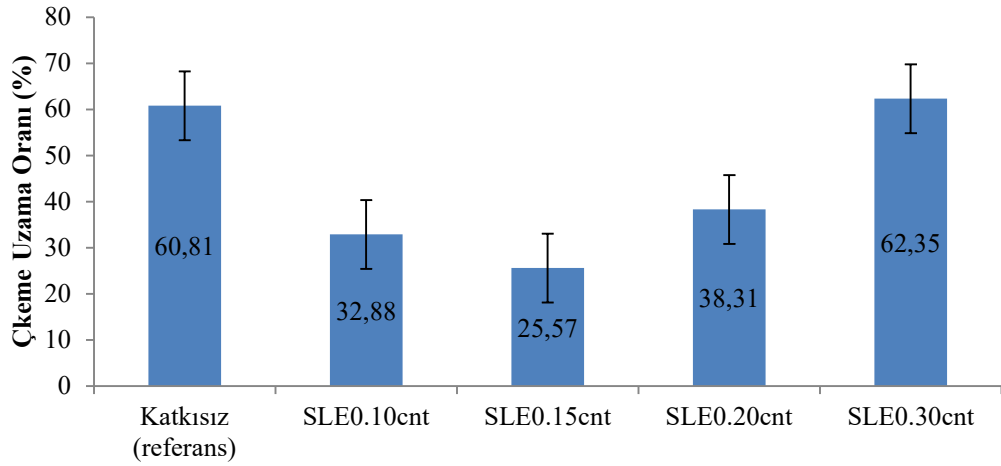
Şekil 5.10 Katkısız ve katılı kompozit numunelerin elastik modül değerleri (N/mm²)

Şekil 5.11’de görüldüğü gibi kompozit numunelerinin çekme mukavemet değeri % 0,10 TDKNT katılı olanda katkısız olan numuneye göre yaklaşık 5 kat artmış ve en yüksek değerine ulaşmıştır. Artan TDKNT katkısı ile çekme mukavemet değerleri azalmaktadır.

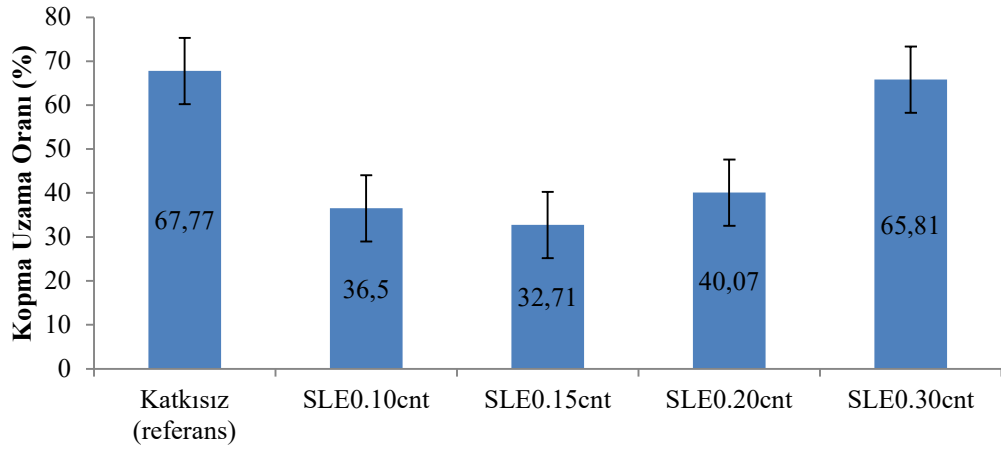


Şekil 5.11 Katkısız ve katkılı kompozit numunelerin çekme mukavemet değerleri (N/mm²)

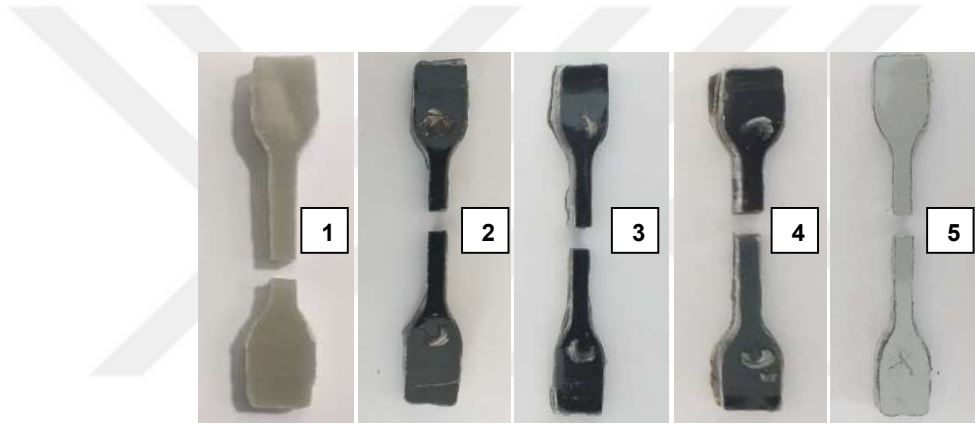
Şekil 5.12 ve 5.13'te çekme ve kopma uzama değerleri katkısız kompozit numunesinde yüksek iken, %0,15 TDKNT katkılı kompozit numunesinde en düşük değerine ulaşmakta, %0,20 ve 0,30 TDKNT katkılı kompozit numunelerinde bu değerler tekrar yükselmektedir.



Şekil 5.12 Katkısız ve katkılı kompozit numunelerin çekme uzaması oranı (%)

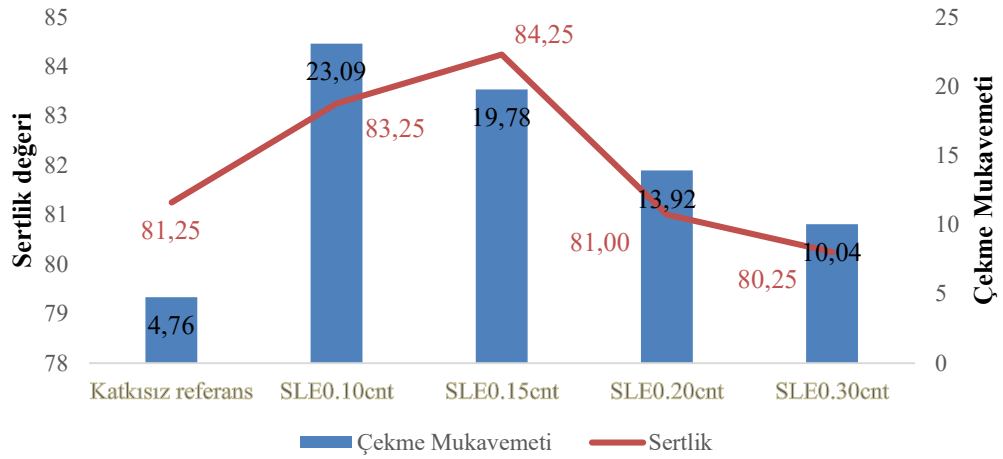


Şekil 5.13 Katkısız ve katkılı kompozit numunelerin kopma uzaması oranı (%)



Şekil 5.14 Katkısız ve katkılı kompozit numunelerinin çekme testi sonrası görüntüleri Sırasıyla katkısız (1), %0.10 (2), 0.15 (3), 0.20 (4), 0.30 (5) KNT katkı

Şekil 5.14'te çekme mukavemeti ile sertlik değerlerinin artan TDKNT katkısı ile nasıl değişiklik gösterdiği ve aralarındaki ilişki karşılaştırılmıştır. Artan TDKNT ilavesi ile kompozit numunelerinin çekme mukavemet değeri, % 0,10 ilave oranında maksimum değere ulaşırken, sertlik değeri % 0,15 ilave oranında maksimum değerde kaydedilmiştir. % 0,20 ve 0,30 ilave oranlarında kompozit numunelerinin hem çekme mukavemeti hem de sertlik değerleri gerilemektedir.



Şekil 5.15 Katkısız ve katkılı kompozit numunelerinin çekme mukavemet ve sertlik değerlerinin kıyaslaması

Literatürde epoksi sistemlerde artan KNT katkısı ile çekme mukavemetinin ve dolayısıyla arayüzey etkileşimi sebebiyle sertliğin arttığı ifade edilmektedir (Panchagnula ve Kuppon,2018). Ayrıca KNT ilavesinin artmasına rağmen farklı sebepler nedeniyle mukavemet değerlerinin azalabileceğinden bahsedilmektedir. Bu nedenlerden bazıları, KNT katkıların matris içerisinde yeterince ıslanmaması, homojen dağılım göstermemesi, topaklanma yapabilmesi, artan viskozite ile birlikte oluşan hava boşluklarının ve topaklanmanın yapıda mikro kusura sebep olması olarak belirtilmiştir (Mahato ve ark.,2018). Bu tez çalışmasında elde edilen sonuçlar literatür ile uyumludur.

Çekme modülü ile çekme - kopma uzaması ters ilişkilidir. Bu çalışmada %0,2'ye kadar KNT katkısı plastik deformasyonu azaltmakta, bu durum da katkısız matrise göre yüksek modül ve dolayısıyla düşük kopma uzaması ve çekme uzaması değerlerinin elde edilmesine neden olmaktadır.

5.5 Elektriksel Direnç Testi

Epoksi zemin kaplamalarında elektriksel özellikler 2 farklı standarda göre değerlendirilmektedir. İlki olan ASTM F150 standardında direnç değerlerine göre 2 tip zemin sınıflandırması vardır:

- İletken zemin: $2.5 \times 10^4 \Omega < R_E < 10^6 \Omega$;
- Statik – dissipative zemin: $1.0 \times 10^6 \Omega < R_E < 1.0 \times 10^9 \Omega$

Bir diğeri DIN IEC 61340-4-1 standardına göre ise direnç değerlerine göre 3 tip zemin sınıflandırması vardır:

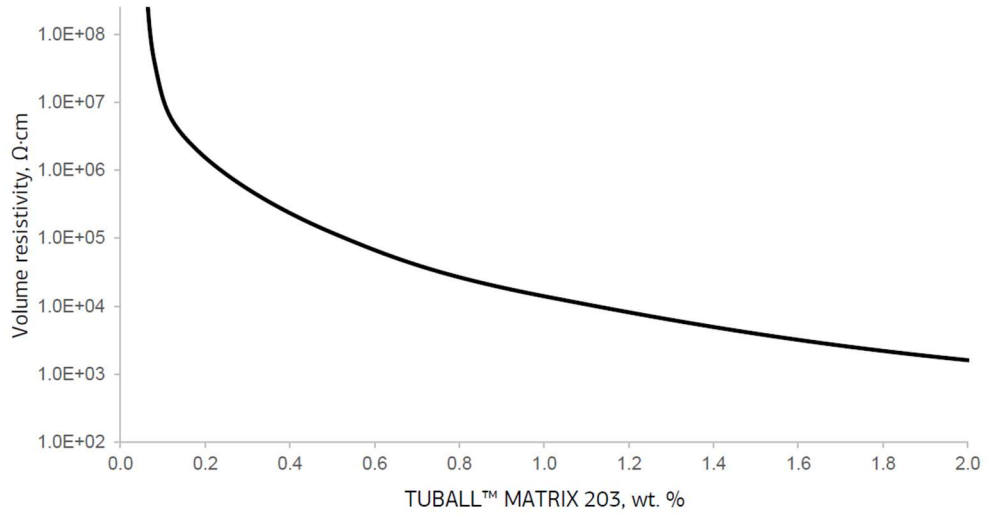
- Elektriksel iletken zemin $R_E < 1 \times 10^6 \Omega$
- Dissipative zemin $1.0 \times 10^6 \Omega < R_E < 1.0 \times 10^9 \Omega$
- Astatik zemin yükü $< 2 \text{ kV}$

Bu tez çalışmasına konu olan kompozit numunelerinin 2 nokta prob ölçümlerine göre elektriksel direnç değerleri Tablo 5.3'te verilmiştir.

Tablo 5. 3 Elektriksel Direnç Sonuçları

Numune Kodu	Elektriksel direnç değerleri (Ω)
Saf epoksi	0.500×10^{11}
SLE0.10cnt	0.474×10^6
SLE0.15cnt	0.552×10^6
SLE0.20cnt	0.516×10^6
SLE0.30cnt	0.540×10^5

OCSiAl firması tarafından hazırlanan KNT içeren Tuball Matris 203 ilavesi ile elde edilebilecek direnç değerleri grafiği Şekil5.16 da verilmiştir.

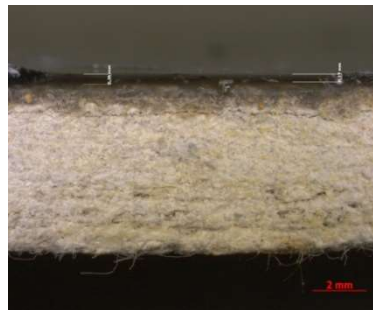


Şekil 5.16 İlave edilen KNT içeren Tuball Matris 203 oranları ile elde edilebilecek direnç değerleri (OCSiAl,Tuball,2021)

Standartlara ve ticari verilere göre, üretilen örneklerin direnç değerleri analiz edildiğinde, Bisfenol A/F esaslı epoksi, sikloalifatik diamin matrisinin yalıtkan özellik gösterdiği, % 0,10 ; 0,15; 0,20 ; 0,30 TDKNT katkılı kompozitlerinde ise iletken zemin elde edildiği sonucuna varılmıştır. Literatüre bakıldığında, artan KNT katkısı ile iletkenliğin arttığı ifade edilmektedir (Örs,2009).

5.6 Stereo Mikroskop ile Görüntüleme

Stereo mikroskopla, betopan üzeri uygulanan epoksi kompozit numuneleri görüntülenmiş ve uygulama kalınlıkları ölçülmüştür.



Şekil 5.17 Astar uygulamasının stereo mikroskop görüntüsü



Şekil 5.18 Farklı oranda TDKNT ilaveli, betopan üzeri uygulanmış kompozit kaplamaların stereo mikroskop görüntüleri (sırasıyla %0.10 (a), 0.15 (b), 0.20 (c), 0.30 (d) KNT katkılı)

Betopan üzerine, kendi kendine yayılma özelliği gösteren kompozit kaplama numunelerinin uygulama kalınlıkları stereo mikroskop ile ölçülmüştür. Betopan üzerine uygulama yapılarak rulo yardımı ile yayılma sağlanmıştır. Astarın kalınlığı, 0,27 mm- 0,36 mm aralığında ölçülmüştür. SLE0,10cnt kompozit numunesinde, 1,96 mm - 2,01 mm, SLE 0,15cnt kompozit numunesinde 2,69 mm - 2,53 mm, SLE 0,20cnt kompozit numunesinde 2,57 mm-2,48 mm ve SLE 0,30cnt kompozit numunesinde 2,82 mm - 2,71 mm aralığında kaplama kalınlık ölçümleri alınmıştır. Bu ölçüm kalınlıklarına göre, TDKNT katkı oranı arttıkça, karışımın viskozitesi artmakta ve yayılma özelliği azalmaktadır. Bu sebeple betopan üzerinde kalan film kalınlığı artmaktadır.

5.7 Yüzey Pürüzlülüğü

Yüzey pürüzlülüğü cihazı ile elde edilen parametre değerleri Tablo 5.4'te verilmiştir.

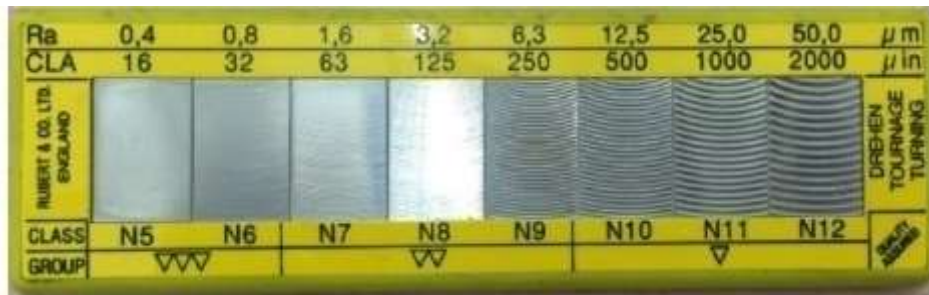
Tablo 5.4 Yüzey pürüzlülüğü parametre değerleri

	SLE0.10cnt	SLE0.15cnt	SLE0.20cnt	SLE0.30cnt
Ra(μm)	0,20	0,19	0,17	0,16
Rz(μm)	1,26	1,20	1,07	1,07
Rq(μm)	0,25	0,25	0,21	0,20
Rt(μm)	2,30	2,68	1,52	1,38

Ra değerleri, TS 2495 EN ISO 3274 standardına göre 0,025-50 μm arasında sınıflandırılmış ve N ile simgelenmiştir (Şekil 5.19). Bu değer azaldıkça yüzey pürüzlülüğü de azalır. Ayrıca yüzey pürüzlülük karşılaştırma plakaları ile bu sınıflandırmalar görsel olarak kıyaslanabilmektedir (Şekil 5.20)

Pürüzlülük Derecesi	N1	N2	N3	N4	N5	N6	N7	N8	N9	N10	N11	N12
Ra (μm)	0.025	0.05	0.1	0.2	0.4	0.8	1.6	3.2	6.3	12.5	25	50
Simge		▽▽▽▽			▽▽▽			▽▽			▽	

Şekil 5.19 Ra değerlerine göre pürüzlülük derecesi ve adlandırması



Şekil 5.20 Yüzey pürüzlülük karşılaştırma plakası

Bu değerlendirmeler ışığında TDKNT katkılı kompozit numunelerinin yüzey pürüzlülük sınıfı N3-N4 sınıfı arasındadır.

BÖLÜM ALTI

GENEL SONUÇLAR ve ÖNERİLER

Hassas bir şekilde disperse edilen KNT, epoksi reçine içerisinde topaklanma göstermediği sürece düzgün elektriksel ağ oluşturmakta ve çok düşük miktarlarda bile iletkenliği 10^5 kat arttırmaktadır.

Numune hazırlıklarında kullanılan mekanik karıştırıcıların yüksek devirlere ulaşması ve dolgu gibi katkıların sebep olduğu sürtünme, epoksi karışımlarının ısınmasına sebep olmaktadır. Prosese uygun soğutma sistemlerinin adapte edilmesi ve yüksek devir kapasitesine sahip mekanik karıştırıcıların tercih edilmesi çok kritiktir.

Proses aşamalarında dolgu ve katkıların sisteme ilave sıralaması önemlidir.

Çalışmada barit, silis kumu gibi farklı dolgular ile deneme yapılmıştır ancak OCSiAl firmasının da çalışmalarına dayandırdığı gibi elektriksel iletkenlikte en iyi sonuçlar Kuvars (SiO_2) ile elde edilmiştir.

Ayrıca KNT ilaveleri çok az dozajlanmasına rağmen epoksi reçinede ciddi viskozite artışlarına sebebiyet vermektedir. Bu sebeple fazla oranlarda kullanımı işlenebilirliği azaltmaktadır.

Hazırlanan numunelerin stok testi sonuçlarında ciddi faz ayrımı problemleri gözlenmiştir. Bu sebeple epoksi matrislerinde reoloji ajanları ile ileri çalışmalar yapılmalıdır.

KAYNAKLAR

- Ahmadi, M., Elmongy, H., Madrakian, T. ve Abdel-Rehim, M. (2017). *Nanomaterials as sorbents for sample preparation in bio analysis: A review*, *Analytica Chimica Acta*, 958, 1-21.
- A. Esmaceli, C. Sbarufatti, D. M., A. Manes, A. Jimenez-Suarez, A. Urena , D. Dellasega ve A.M.S. Hamouda (2020). *Strain and crack growth sensing capability of SWCNT reinforced epoxy in tensile and mode I fracture tests*. *Composites Science ve Technology* 186, 10791
- Čeponkus, J., Smilga, A.P., Rumskaitė, I., Puodžiūtė, I. ve Šablinskas, V., (2013) *Infrared absorption spectroscopy of functionalized single-walled carbon nanotubes*, *Chemija*, vol. 24, No. 1, 9–19
- Chen, M., Qin, X. ve Zeng, G. (2017). *Biodegradation of carbon nanotubes, graphene and their derivatives*, *Trends in Biotechnology*, 35, 836-846.
- Ciecierska E., Boczkowska A., Kurzydłowski K., Rosca, I.D. ve Van Hoa S.(2013). *The effect of carbon nanotubes on epoxy matrix nanocomposites*. 111:1019–1024: <https://doi.org/10.1007/s10973-012-2506-0>
- Çuhadaroğlu, D. ve Kara, E.(2018). *Grafit: Bir Genel Değerlendirme*. *SDU Teknik Bilimler Dergisi*, 8(1), 15-33 <https://dergipark.org.tr/tr/download/article-file/431135>
- Damian, C.M., Pandela A. ve Iovu H.(2010). *Ethlene diamine functionalization effect on the thermo-mechanical properties of epoxy nanocomposites reinforced with multiwall carbon nanotubes* . *U.P.B. Sci. Bull., Series B*, Vol. 72, Iss. 3, ISSN 1454-2331

Dasgupta, A., Rajukumar, L.P., Rotella, C., Lei, Y. ve Terrones, M. (2017). *Covalent three dimensiona lnetworks of graphene and carbon nanotubes: synthesis and environmental applications*, Nanotoday,12, 116-135.

EN ISO 527-2 , European Standards , 31 Mart 2012

EN 61340-4-9 , European Standards, 27 Nisan 2016

Farias M., Coelho L. ve Pezzin S., (2015). *Hybrid Nanocomposites Based on Epoxy/silsesquioxanes Matrices Reinforced with Multi-walled Carbon Nanotubes* - <http://dx.doi.org/10.1590/1516-1439.023015>

Genel Kimya Notları. (30 Eylül 2013) Bingöl Üniversitesi.

<https://www.bingol.edu.tr/documents/Genel%20Kimya%20Notlar%C4%B1.pdf>

Ghaffoori, A. ve Wameedh R.A.,(2020). *A Review of Carbon Nanotubes Electrical Properties for Future Nanotechnology Applications*, Journal of Al Rafidain University College Issue No. 45/ 2019

Güler, Ü., (2012). *Termoplastiklerin Ekstrüzyonunda Kalıp Yüzey Pürüzlülüğünün Akış Hızı ve Basınç Düşümüne Etkisi*. [Yüksek Lisans Tezi]. Namık Kemal Üniversitesi

Hameed, N., Sreekumar, P.A., Francis, B., Yang, W. ve Thomas, S. (2007). *Morphology, dynamic mechanical and thermal studies on poly(styrene-co-acrylonitrile) modified epoxy resin/glass fibre composites*. Composites: Part A 38, 2422–2432.

<https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2007.08.009>

Hart, M. (2018). *Filling Single-Walled Carbon Nanotubes with Highly Reactive Chemicals*. [Doktora tezi]. College London Üniversitesi, 69-70

Hone, J. (2004). *Carbon nanotubes: Thermal properties*. Dekker Encyclopedia of Nanoscience and Nanotechnology, DOI: 10.1081/E-ENN 120009128. Columbia University, NewYork.

Jin, F., Li, X. ve Park, S. (2015). *Synthesis and application of epoxy resins: A review*. Journal of Industrial and Engineering Chemistry 29 1–11

Kappert, E.J., Bouwmeester, H.J.M., Benes, N.E. ve Nijmeijer, A. *Kinetic Analysis of the Thermal Processing of Silica and Organosilica*. Inorganic Membranes, Faculty of Science and Technology, MESA+ Institute for Nanotechnology, University of Twente

Karbon. (01 Ağustos 2022). Vikipedi. <https://tr.wikipedia.org/wiki/Karbon>

Karbon. (13 Kasım 2022) Britannica Ansiklopedisi.

Kumar A., Sharma K., Singh P. ve Dwivedi V.,(2017). *Mechanical characterization of vacancy defective single-walled carbon nanotube/epoxy composites* Materials Today: Proceedings 4 4013–4021

Kutucu, B. (2010). *Nanoteknoloji ve Çift Duvarlı Karbon Nanotüplerin İncelenmesi*. [Yüksek Lisans tezi]. İstanbul Teknik Üniversitesi, 12-20

Mahato, K.K., Fulmali, A.O., Kattaguri, R., Dutta, K., Prusty, R.K. ve Ray, B.,C. (2018). *Effect of severely thermal shocked MWCNT enhanced glass fiber reinforced polymer composite: An emphasis on tensile and thermal responses*. IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering 338, 012057. <https://doi:10.1088/1757-899X/338/1/012057>

Mallı,O. (14 Eylül 2019). *Karbon nedir ve karbonun özellikleri*. <https://www.muhandisbeyinler.net/karbon-nedir-ve-karbonun-ozellikleri/>

Nikolic, G., Zlatkovic, S., Cakic, M., Cakic, S., Lacnjevac, C. ve Rajic, Z.(2010)*Fast Fourier Transform IR Characterization of Epoxy GY Systems Crosslinked with Aliphatic and Cycloaliphatic EH Polyamine Adducts*.Sensors, 10, 684-696. <https://doi.org/10.3390/s100100684>

Ömerciklioğlu, A., 2009. Metal Katmanlar içeren Hibrit Katmanlı Kompozit Plakların Anlık Basınç Yüğü Altındaki Dinamik Cevabının İncelenmesi

Örs, A. (2009). *Karbon Nanotüplerden polimerler ile fonksiyonlaştırılması*. [Yüksek lisans tezi]. İstanbul Teknik Üniversitesi, 8-24

Panchagnula, K.K. ve Kuppan, P., (2018).*Improvement in the mechanical properties of neat GFRPs with multi-walled CNTs*. JMRTEC-365; No. of Pages 11.

Park, S.J. ve Park, S.J,(2020). *Effect of ozone-treated single-walled carbon nanotubes on interfacial properties and fracture toughness of carbon fiber-reinforced epoxy composites*. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, Volume 137, 105937 <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2020.105937>

Poggie, R.A., Wert, J.J. ve Harris, LA., (1994). *The Effects of Surface Oxidation and Segregation on the Adhesional Wear Behavior of Aluminum-Bronze Alloys*, Adhesion Science Technology, Cilt 8, Sayfa 11-28

Polymer 3D Models, Kasım 2022. <https://www.pslc.ws/modelhtmls/poly3D.htm>
<https://www.pslc.ws/macrog/maindir.htm>

Robert, C., Pillin, I., Castro, M. ve Feller, J.F.,(2019). *Multifunctional Carbon Nanotubes Enhanced Structural Composites with Improved Toughness and Damage Monitoring*, J. Compos. Sci., 3, 109. <https://doi.org/10.3390/jcs3040109>

- Predtechenskiy, M.R., Khasin, A.A., Bezrodny, A.E., Bobrenok, O.F., Dubov, D.Y., Muradyan, V.E., Saik, V.O. ve Smirnov, S.N. (2022). *New perspectives in S WCNT applications: Tuball S WCNTs. Part 1. Tuball by itself—All you need to know about it*. Carbon Trends, 8, 100175. <https://doi.org/10.1016/j.cartre.2022.100175>
- Saçak, M., 2002, Polimer Kimyası, Gazi Kitapevi, Ankara, 975-8640-27-5. 2.
- Saçak, M., 2005, Polimer Teknolojisi, Gazi Kitapevi, Ankara, 975-8895-82-6.
- Sanes, J., Saurín, N., Carrión, F.J., Ojados, G. ve Bermúdez, M., D., (2016). *Synergy between single-walled carbon nanotubes and ionic liquid in epoxy resin nanocomposites*. Composites Part B 105149-159
- Salvetat, J.P. ve diğ. (1999) *Mechanical properties of carbon nanotubes*, Applied Physics A MaterialScience&Processing, Springer-Verlag NewYork.
- Schmittner, A. (2018). *Introduction to Climate Science, Climate change*. Oregon State University. <https://open.oregonstate.edu/climatechange/chapter/the-carbon-cycle/>
- Sebastien, V. ve Gimenez, M. (2016). *Teaching Nanoscience and thinking nano at the macroscale: Nanocapsules of wisdom*. Procedia –Social and Behavioral Sciences 228, 489 – 495
- Seetharamappa, J., Yellappa, S. ve D’Souza, F. (2006) *The Electrochemical Society Interface Carbon Nanotubes: Next Generation of Electronic Materials*
- Silva, M.M., Ribeiro, D., Cunha, E., Proença, M.F., Young, R.J. ve Paiva M.C.(2019) *A Simple Method for Anchoring Silver and Copper Nanoparticles on Single Wall Carbon Nanotubes*. Nanomaterials, 9, 1416. <https://doi.org/10.3390/nano9101416>

Tanebi, H. ve Erdal, M.,(2019). *Effect of CNTs dispersion on electrical, mechanical and strain sensing properties of CNT/epoxy nanocomposites*. Results in Physics 12 486–503 <https://doi.org/10.1016/j.rinp.2018.11.081>

Tiryakođlu, M., Dışpınar, D., Uludađ, M., Yazman, Ő. ve Gemi, L.(2017) *The effect of 0.5 wt % additions of carbon nanotubes & ceramic nanoparticles on tensile properties of epoxy-matrix composites: a comparative study* MaterSciNanotechnol. 1(1):15-22.

TS 2495 EN ISO 3274, Türk Standartları Enstitüsü, 31 Mart 2005

Ünlü, G.C., Öztekin Y. (2018) *Karbon Yapılı Nanoparçacıklar*. içinde M. Ersöz, A. Işıtan, M. Balaban (editör), Nanoteknoloji-1, s. 219-234 <https://www.britannica.com/science/carbon-chemical-element>

Win,K. (2011).*Structure and electrochemical behavior of nitrogen doped diamond like carbon thin films with or without platinum and ruthenium doping*. [Doktora tezi]. Nanyang Technological University, 13-14

Ziauddin A.ve ark. (2014). *Carbon Nanotubes production, properties ve health effects*. International Journal of Advanced Engineering Technology E-ISSN 0976-3945 Vol. V, Issue III, 42-49

Zhu, J., Kim, J.D., Peng, H., Margrave, J.L., Khabashesku, V.N. ve Barrera, E.V. (2003) *Improving the Dispersion and Integration of Single-Walled Carbon Nanotubes in Epoxy Composites through Functionalization*. Nano Letters, Vol. 3, No. 8 1107-1113