



**T.C.
İSTANBUL ÜNİVERSİTESİ-CERRAHPAŞA
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ**



DOKTORA TEZİ

**NANOTÜP KULLANARAK YAPRAK YAYLARDA HASAR
TESPİTİ**

Fatih TURAN

DANIŞMAN

Doç. Dr. Yener TAŞKIN

Makine Mühendisliği Anabilim Dalı

Makine Mühendisliği Programı

İSTANBUL-2022

Bu çalışma 09/12/2021 tarihinde ařağıdaki jüri tarafından Makine Mühendisliğı Anabilim Dalı Makine Mühendisliğı programında Doktora Tezi olarak kabul edilmiştir.

Tez Jürisi:

Doç. Dr. Yener TAŞKIN
İstanbul Üniversitesi-Cerrahpařa
Mühendislik Fakültesi

Prof. Dr. Ali DURMUŞ
İstanbul Üniversitesi-Cerrahpařa
Mühendislik Fakültesi

Prof. Dr. M. Cüneyt FETVACI
İstanbul Üniversitesi- Cerrahpařa
Mühendislik Fakültesi

Prof. Dr. Ayşegöl AKDOĞAN EKER
Yıldız Teknik Üniversitesi
Makine Fakültesi

Prof. Dr. Yunus Ziya ARSLAN
Türk Alman Üniversitesi
Mühendislik Fakültesi



20.04.2016 tarihli Resmi Gazete’de yayımlanan Lisansüstü Eğitim ve Öğretim Yönetmeliğinin 9/2 ve 22/2 maddeleri gereğince; Bu Lisansüstü teze, İstanbul Üniversitesi-Cerrahpaşa’nın abonesi olduğu intihal yazılım programı kullanılarak Lisansüstü Eğitim Enstitüsü’nün belirlemiş olduğu ölçütlere uygun rapor alınmıştır.

ÖNSÖZ

Tez çalışmam boyunca desteğini hiçbir zaman esirgemeyerek her daim yol gösterici, çözüm odaklı, öğretici ve cesaretlendirici bir şekilde davranan değerli hocam Doç. Dr. Yener TAŞKIN'a en içten teşekkürlerimi sunarım.

Değerli vakitlerini ayırarak tez sürecimde yol gösterici ve destekleyici olan tez izleme komitesinde görevli Sayın Prof. Dr. Ayşegül AKDOĞAN EKER ve Sayın Prof. Dr. M. Cüneyt FETVACI hocalarıma katkılarından dolayı çok teşekkür ederim.

Kimyasal analizler konusunda bilgi ve tecrübesini paylaşarak teze önemli bir katkısı olan Prof. Dr. Ali DURMUŞ hocama, tez sürecinde manevi ve fiziksel destek veren Prof. Dr. Tülay BAL DEMİRCİ hocama, doktora çalışmalarım boyunca elektriksel iletkenlikle ilgili deneysel çalışmaların en önemli kısımlarında bilgi ve tecrübesini paylaşarak testlerin başarılı bir şekilde gerçekleşmesinde çok fazla emeği olan Dr. Öğr. Üyesi Koray GÜRKAN hocama, laboratuvardaki çalışmalarımın birçoğunda emeği bulunan, tek başıma yapamayacağım üretimlerde yanımda olan ve çalışmalarım süresince bana destek veren değerli arkadaşım Araş. Gör. Mehmet GÜÇLÜ'ye, çok teşekkür ederim.

Tez sürecinde yaşadığım yorucu ve zorlu günlerde manevi desteğini esirgemeyen ve her zaman yanımda olduğunu hissettiren sevgili eşim Gonca Gülfem TURAN'a ve varlıklarıyla moral ve motivasyon kaynağı olan çocuklarım Emir TURAN ve Salih TURAN'a ne kadar teşekkür etsem azdır.

Aralık, 2021

Fatih TURAN

İÇİNDEKİLER

Sayfa No

ÖNSÖZ	i
İÇİNDEKİLER.....	ii
ŞEKİL LİSTESİ	iv
SİMGE VE KISALTMA LİSTESİ.....	ix
ÖZET	xi
SUMMARY	xiii
1. GİRİŞ.....	1
2. GENEL KISIMLAR.....	4
2.1 KOMPOZİT YAPRAK YAYLAR	4
2.2 KARBON NANOTÜPLER	7
2.3. KARBON NANOTÜPLERİN POLİMERLER İÇERİSİNDE KULLANIMI	10
2.3.1. Karbon Nanotüplerin Polimer Malzeme İçerisinde Dağılım Yöntemleri	10
2.3.2. Karbon Nanotüplerin Fonksiyonelleştirilmesi	11
2.3.3. Karbon Nanotüplerin Polimerler İçerisindeki Dağılım Karakterizasyonu.....	12
2.4. GENİŞLETİLMİŞ GRAFİT (EG)	15
2.5. ELEKTRİKSEL DİRENÇ DEĞİŞİM YÖNTEMİYLE YAPISAL HASAR KONTROLÜ	16
2.6. YORULMA.....	20
2.6.1. Kompozit Malzemelerde Yorulma	20
2.6.2. Yorulma Testleri.....	21
2.6.3. S/N Eğrileri.....	24
2.7. WEİBULL ANALİZİ.....	25
2.7.1. Weibull Dağılımının Teorisi.....	25
2.7.2. Weibull Dağılımının Uygulanması.....	26
3. MALZEME VE YÖNTEM.....	28
3.1. ULTRASONİKASYON	28
3.2. ELYAF TAKVİYELİ NUMUNELERİN ÜRETİMİ	29
3.2.1 Presleme (P) Yöntemi.....	30
3.2.2. Vakum Poşetleme (VP) Yöntemi	32
3.2.3. Vakum İnfüzyon (VI) Yöntemi	32
3.3. YAPRAK YAYLARIN ÜRETİLMESİ.....	35

3.3.1. Yaprak Yay Malzemesinin Mekanik Özelliklerinin Tespiti	35
3.3.2. Yaprak Yay Kalıp Tasarımı.....	36
3.3.3. Yaprak Yayın Presleme Yöntemiyle Üretilmesi	37
3.4. TESTLER.....	37
3.4.1. Optik Mikroskop Analizleri	37
3.4.2. Taramalı Elektron Mikroskop Analizi.....	38
3.4.3. Elektriksel Özelliklerin Ölçülmesi	38
3.4.3.1. Nanopartikül tipinin elektriksel özelliklere etkisi	41
3.4.3.2. KNT oranının elektriksel özelliklere etkisi	41
3.4.3.3. Ultrasonikasyon süresinin elektriksel özelliklere etkisi.....	42
3.4.4. Bilgisayar Tomografi (CT) Analizi	42
3.4.5. Üç Nokta Eğme Testleri	42
3.4.6. Dinamik Mekanik Analiz	44
3.5. YAPRAK YAYLARIN TEST DÜZENEĞİ.....	49
4. BULGULAR ve TARTIŞMA	51
4.1. OPTİK MİKROSKOP GÖRÜNTÜLERİ	51
4.2 SEM ANALİZLERİ.....	52
4.3. ELEKTRİKSEL ÖZELLİKLER.....	54
4.4. CT GÖRÜNTÜLERİ	57
4.5 ÜÇ NOKTA EĞME TEST SONUÇLARI	58
4.6. DİNAMİK MEKANİK ANALİZ SONUÇLARI	62
4.7. ELYAF TAKVİYELİ NUMUNELERİN TESTLERİ.....	66
4.7.1. Elyaf Takviyeli Numunelerin Elektriksel Özellikleri.....	66
4.7.2. Elyaf Takviyeli Numunelerin Mekanik Özellikleri.....	76
4.8. YAPRAK YAYLARIN TESTLERİ	77
4.8.1. Yaprak Yayların Elektriksel Özellikleri	77
4.8.2. Yaprak Yayların Statik Testi	78
4.8.3. Yaprak Yayların Yorulma Testi	80
4.8.4. Weibull Analizi	89
5. TARTIŞMA ve SONUÇ	95
KAYNAKLAR.....	103
ÖZGEÇMİŞ	116

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa No

Şekil 2.1: Kompozit malzemelerle çeliğin mekanik özelliklerinin karşılaştırılması [1].....	4
Şekil 2.2: Yaprak yay malzemelerinin özgül gerinim ve darbe sönümleme enerjisi [2].	6
Şekil 2.3: Kompozit yaprak yaylarda kullanılan gövde tasarımları.....	6
Şekil 2.4: Grafen düzlemi ve grafen düzleminin sarılmasıyla oluşan koltuk tipi ve zig zag tipi KNT'lerin şematik görünümü [29].	8
Şekil 2.5: Tek duvarlı ve çok duvarlı KNT'lerin şematik görünümü [30].	8
Şekil 2.6: Grafen düzlemindeki hegzagonal yapıda yer alan karbon atomları arasında meydana gelen sigma (σ) ve pi (π) bağlarının şematik görünümü.	10
Şekil 2.7: Elektriksel perkolasyon eşik değerinin grafiksel olarak tespit edilmesi ve rezistif ve kapasitif malzemeler için KNT dağılımlarının şematik görünümleri.	14
Şekil 2.8: EG'nin üretim prosedürünün şematik görünümü [89].....	16
Şekil 2.9: KNT'lerin kompozit içerisindeki dağılımından oluşan direncin şematik görünümü.	18
Şekil 2.10: Deformasyon sonucu KNT'ler arasındaki bağlantıların azalarak direncin artması.....	18
Şekil 2.11: Elyaf takviyeli kompozit malzemelerde görülen tipik hasar mekanizmaları [114-116].	20
Şekil 2.12: Boyutlarına göre kompozit malzeme içerisinde oluşan hasar tipleri.	21
Şekil 2.13: a) Deplasman ve b) yük kontrollü yapılan testlerde edilen tipik grafikler.	22
Şekil 2.14: Yorulma testlerindeki genlik, çevrim ve aralık tanımlarının grafik üzerinde gösterimi.	23
Şekil 2.15: Farklı R değerlerine karşılık gelen yorulma tipleri.....	24
Şekil 2.16: Tipik bir S-N grafiği.	24
Şekil 3.1: Ultrasonikasyon yöntemiyle nanopartiküllerin epoksi içerisindeki karıştırma prosedürü.	29
Şekil 3.2: KNT dolgulu cam elyaf epoksi plakaların presleme yöntemiyle üretimi.	31
Şekil 3.3: KNT dolgulu cam elyaf epoksi plakaların vakum poşetleme ve vakum infüzyon yöntemiyle üretimi.	34
Şekil 3.4: a) Vakum poşetleme ve b) vakum infüzyon yöntemlerinin şematik görünümü.	34
Şekil 3.5: Kompozit plaka ölçüleri.	35
Şekil 3.6: Yaprak yay kalıbın tasarım ve imalat görüntüleri.	36

Şekil 3.7: KNT dolgulu kompozit yaprak yayların presleme yöntemiyle üretimi.	37
Şekil 3.8: Optik mikroskop numunesi.	38
Şekil 3.9: Nanopartikül dolgulu epoksi malzemelerin elektrik devresi olarak modellenmesi a) perkolasyonun sağlandığı durum (rezistif davranış) ve b) perkolasyonun tam sağlanmadığı durum (kapasitif davranış).	39
Şekil 3.10: Elektriksel iletkenlik ölçüm numunesinin üretilmesi ve ölçüleri.	40
Şekil 3.11: Elektriksel iletkenlik ölçüm numunesinin ölçüleri ve iletkenlik ölçümü.	41
Şekil 3.12: ASTM D790 standartına göre üç nokta eğme testi için numune üretimi.	43
Şekil 3.13: Üç nokta eğme testinin şematik olarak görünümü.	44
Şekil 3.14: DMA testinde ideal elastik katı, ideal sıvı ve viskoelastik malzemeler için elde edilen sinüzoidal gerilme ve gerinim arasındaki faz açıları.	46
Şekil 3.15: Termoset bir polimer için DMA analizi sonucu elde edilen yükleme ve kayıp modülü eğrileri.	48
Şekil 3.16: DMA testi için kalıp üretimi.	48
Şekil 3.17: DMA numunesinin ölçüleri ve b) DMA test düzeneği.	49
Şekil 3.18: Yaprak yayların uçlarında kullanılan burçların ölçüleri.	49
Şekil 3.19: Yaprak yayların statik ve yorulma testleri ve eş zamanlı direnç ölçümü test düzeneği.	50
Şekil 3.20: Yaprak yay uçlarının kızaklara sabitlenmesi.	50
Şekil 4.1: Ağırlıkça %0.4 oranında KNT, KNTF ve EG dolgulu epoksinin 10X büyütme optik mikroskop görüntüleri. Ölçek çubuğu: 32 µm.	51
Şekil 4.2: Ağırlıkça a) %0.1 KNT, b) %0.4 KNT, c) %0.8 KNT ve d) %1 KNT içeren E/KNT karışımının 10X büyütme optik mikroskop görüntüleri. Ölçek çubuğu: 64 µm.	52
Şekil 4.3: Farklı ultrasonikasyon sürelerinde karıştırılan KNT'lerin epoksi içerisindeki dağılım seviyelerinin optik mikroskop görüntüleri. Ölçek çubuğu: 64 µm.	52
Şekil 4.4: Ağırlıkça % 0.4 oranında a) KNT, b) KNTF ve c) EG dolgulu epoksi nanokompozitlerin kırılma yüzeylerinin FE-SEM görüntüleri. Büyütme ölçekleri: (Sol, 5000x), (Sağ 20000X).	53
Şekil 4.5: Ağırlıkça % 0.4 oranında KNT, KNTF ve EG dolgulu epoksinin 20 Hz'deki iletkenlik değerleri ve farklı frekanslardaki AC İletkenlik değerleri.	54
Şekil 4.6: Ağırlıkça %0.2 oranında KNT dolgulu E/KNT epoksi numunelerinin farklı ultrasonikasyon sürelerindeki iletkenlik değerlerinin frekansa bağlılığı.	56
Şekil 4.7: Farklı KNT oranlarındaki epoksi kompozitlerin 20 Hz'deki iletkenlik değerleri.	56
Şekil 4.8: Farklı oranlardaki KNT dolgulu epoksinin öz iletkenlik değerinin frekansa bağlılığı.	57

Şekil 4.9: a) Farklı oranlarda KNT dolgulu ve b) ağırlıkça % 0.4 oranında KNT, KNTF ve EG dolgulu epoksi kompozit numunelerin CT görüntüleri.....	58
Şekil 4.10: KNT oranının epoksinin a) eğilme dayanımına, b) gerinimine ve c) modülüne etkisi. .	60
Şekil 4.11: Ağırlıkça %0.4 oranında kullanılan farklı nano partiküllerin epoksinin a) eğilme dayanımına, b) gerinimine ve c) modülüne etkisi.....	61
Şekil 4.12: Ultrasonikasyon süresinin epoksinin a) eğilme dayanımına, b) gerinimine ve c) modülüne etkisi.....	62
Şekil 4.13: KNT oranının farklı sıcaklıklardaki a) depolama modülü ve b) relatif modül değerleri.	63
Şekil 4.14: KNT oranının farklı sıcaklıklardaki a) depolama modülü ve b) relatif modül değerleri.	64
Şekil 4.15: KNT oranının epoksinin camsı geçiş sıcaklığına etkisi.....	64
Şekil 4.16: Dolgu malzemesi tipinin epoksinin depolama modülüne etkisi.	65
Şekil 4.17: % 0.4 oranında KNT, KNTF ve EG dolgulu epoksi kompozitlerin camsı geçiş sıcaklıkları.....	66
Şekil 4.18: Presleme (P), vakum poşetleme (VB) ve vakum infüzyon (VI) ile üretilen % 0.2 KNT dolgulu cam elyaf takviyeli epoksi kompozit kupon numunelerin iletkenlik-frekans grafikleri.	67
Şekil 4.19: Presleme (P), vakum poşetleme (VB) ve vakum infüzyon (VI) ile üretilen % 0.2 KNT dolgulu cam elyaf takviyeli epoksi kompozit kupon numunelerin DC özgül iletkenlik değerleri.	67
Şekil 4.20: Presleme (P), vakum poşetleme (VB) ve vakum infüzyon (VI) ile üretilen % 0.4 KNT dolgulu cam elyaf takviyeli epoksi kompozit kupon numunelerin iletkenlik-frekans grafikleri.	69
Şekil 4.21: Presleme (P), vakum poşetleme (VB) ve vakum infüzyon (VI) ile üretilen % 0.4 KNT dolgulu cam elyaf takviyeli epoksi kompozit kupon numunelerin DC özgül iletkenlik değerleri.	69
Şekil 4.22: Presleme (P), vakum poşetleme (VB) ve vakum infüzyon (VI) ile üretilen % 0.8 KNT dolgulu cam elyaf takviyeli epoksi kompozit kupon numunelerin iletkenlik-frekans grafikleri.	70
Şekil 4.23: Vakum infüzyon (VI) ile üretilen % 0.8 KNT dolgulu cam elyaf takviyeli epoksi kompozit kupon numunelerin filtrelenme sonucu DC özgül iletkenlik değerleri.	71
Şekil 4.24: Yüksek KNT oranı sonucu vakum infüzyondaki filtrelenme sorununun şematik görünümü.	71
Şekil 4.25: Presleme (P), vakum poşetleme (VB) ve vakum infüzyon (VI) ile üretilen % 0.8 KNT dolgulu cam elyaf takviyeli epoksi kompozit kupon numunelerin DC özgül iletkenlik değerleri.	72
Şekil 4.26: VI yöntemiyle farklı infüzyon sıcaklıklarında üretilen KNT dolgulu kompozit plakaların filtrelenme seviyesi.	73

Şekil 4.27: VI ile üretilen farklı oranlarda KNT dolgulu cam elyaf takviyeli epoksi kompozit kupon numunelerin iletkenlik-frekans grafikleri.	74
Şekil 4.28: Presleme (P), vakum poşetleme (VB) ve vakum infüzyon (VI) ile üretilen KNT dolgulu cam elyaf takviyeli epoksi kompozit kupon numunelerin iletkenlik-frekans grafikleri.	75
Şekil 4.29: Presleme (P), vakum poşetleme (VB) ve vakum infüzyon (VI) ile üretilen KNT dolgulu cam elyaf takviyeli epoksi kompozit kupon numunelerin DC özgül iletkenlik değerleri.	76
Şekil 4.30: KNT oranının presleme yöntemiyle üretilen cam elyaf takviyeli epoksi kompozitlerin eğilme dayanımı ve modülüne etkisi.	77
Şekil 4.31: Üretimi yapılan %0.4 KNT dolgulu yaprak yayların AC iletkenliklerinin frekansa bağlı değişimi.	78
Şekil 4.32: % 0.4 KNT modifiyeli yaprak yayların statik test-eş zamanlı direnç ölçüm grafikleri.	79
Şekil 4.33: Dokuz farklı genlik için gerilme-çökme miktarı grafikleri.	82
Şekil 4.34: Yaprak yayların dokuz farklı genlikteki yorulma testi-eş zamanlı direnç ölçüm grafikleri.	84
Şekil 4.35: Yorulma testlerinde farklı hasar seviyelerine denk gelen bölgeler.	86
Şekil 4.36: Yorulma testi sonucu yaprak yaylarda oluşan delaminasyon hasarı.	89
Şekil 4.37: Yorulma testlerinde geçiş bölgelerine karşılık gelen ortalama direnç değişim miktarları.	90
Şekil 4.38: ΔR_{KR} ve ΔR_{III} için Weibull grafikleri.	91
Şekil 4.39: ΔR_{KR} ve ΔR_{III} için %36.2, %50 ve %95 güvenilirlikli direnç değişim değerleri.	92
Şekil 4.40: % 36.2, % 50 ve % 95 güvenilirlikteki ΔR_{KR} ve ΔR_{III} değerlerine karşılık gelen ortalama yorulma ömür ve mukavemet kayıp oran grafikleri.	94
Şekil 5.1: Tez kapsamında yapılan çalışmaların iş akış planı.	95

TABLO LİSTESİ

Sayfa No

Tablo 2.1: KNT dolgulu elyaf takviyeli epoksi kompozit malzemelerin elektriksel direnç değişim yöntemiyle hasar tespitine yönelik literatürde yer alan çalışmalar.	19
Tablo 3.1: Duratek 1000 reçine sisteminin fiziksel özellikleri.....	28
Tablo 3.2: Farklı tip nanopartiküllerin fiziksel özellikleri.	28
Tablo 3.3: Yaprak yay malzemesinin mekanik özellikleri.	36
Tablo 3.4: Yaprak yay tasarım parametreleri.	36
Tablo 3.5: Ağırlıkça %0.2 oranındaki KNT'lerin epoksi ve aseton içerisindeki ultrasonikasyon süreleri.	42
Tablo 4.1: Ağırlıkça %0,4 oranında KNT, KNTF ve EG dolgulu epoksi kompozitlerin 20 Hz'deki iletkenlik değerleri.	54
Tablo 4.2: Ağırlıkça %0,2 oranında KNT, dolgulu epoksi numunelerinin farklı ultrasonikasyon sürelerindeki iletkenlik değerleri.	55
Tablo 4.3: Farklı KNT oranlarındaki epoksi numunelerinin 20 Hz'deki elektriksel iletkenlikleri. .	57
Tablo 4.4: Farklı miktarlardaki KNT ilavesi ile epoksinin eğilme dayanımı, gerinim ve modül değerlerindeki değişim.....	59
Tablo 4.5: Statik test- eş zamanlı direnç ölçümü sonucunda elde edilen maksimum gerilme ve maksimum çökme değerleri ile hasar anındaki direnç değişimleri.....	80
Tablo 4.6: Yorulma deney prosedürü.....	81
Tablo 4.7: Yorulma testi sonucunda her bir bölgeye karşılık gelen mukavemet kayıpları, elektriksel direnç değişimleri ve yorulma ömürleri.....	87
Tablo 4.8: ΔR_{KR} için elde edilen Weibull dağılım parametreleri.....	90
Tablo 4.9: ΔR_{III} için elde edilen Weibull dağılım parametreleri.....	91
Tablo 4.10: ΔR_{KR} ve ΔR_{III} için % 95 (R_{95}), % 50 (R_{50}) ve %36.2 ($R_{36.2}$) güvenilirlikli direnç değişim miktarları.....	92
Tablo 4.11: % 95, % 50 ve % 36.2 güvenilirlikteki ΔR_{KR} ve ΔR_{III} değerlerine karşılık gelen yorulma ömürleri.....	93
Tablo 4.12: % 95, % 50 ve % 36.2 güvenilirlikteki ΔR_{KR} ve ΔR_{III} değerlerine karşılık gelen mukavemet kayıp (MK) oranları.....	93

SİMGE VE KISALTMA LİSTESİ

Simgeler	Açıklama
A	: Alan
b	: Genişlik
t	: Kalınlık
h	: Çökme miktarı
L	: Uzunluk
F	: Kuvvet
R	: Gerilme oranı
C	: Kapasitans
f	: Frekans
MR	: Median Rank
m	: Weibull modülü
N	: Çevrim sayısı
ΔR	: Direnç değişim miktarı
C_h	: Kiral vektör
σ	: Gerilme
E	: Elastisite modülü
σ^*	: Kompleks iletkenlik
G'	: Rezistif iletkenlik
G''	: Kapasitif iletkenlik
E^*	: Kompleks modül
E'	: Depolama modülü
E''	: Kayıp modülü
α	: Ölçek parametresi
β	: Şekil parametresi
ε	: Gerinim
ρ	: Özgül iletkenlik
δ	: Faz açısı

Kısaltmalar	Açıklama
KNT	: Karbon nanotüp
KNTF	: Fonksiyonellştirilmiş karbon nanotüp
EG	: Genişletilmiş grafit
SEM	: Taramalı elektron mikroskobu
TEM	: Geçirimli elektron mikroskobu
AFM	: Atomik kuvvet mikroskobu
DMA	: Dinamik mekanik analiz
US	: Ultrasonikasyon
MF	: Mikro akışkanlaştırıcı
PSM	: Planet mikser
H ₂ SO ₄	: Sülfürik asit

HNO₃	: Nitrik asit
P	: Presleme
VB	: Vakum poşetleme
VI	: Vakum infüzyon
δ_{maks}	: Maksimum deplasman
δ_{min}	: Minimum deplasman
S	: Deplasman oranı
MK	: Mukavemet kaybı



ÖZET

DOKTORA TEZİ

NANOTÜP KULLANARAK YAPRAK YAYLARDA HASAR TESPİTİ

Fatih TURAN

İstanbul Üniversitesi-Cerrahpaşa

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü

Makine Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Doç. Dr. Yener TAŞKIN

Bu tez çalışmasında, karbon nanotüp dolgulu cam elyaf takviyeli epoksiden üretilen kompozit yaprak yayların yorulma sonucu oluşan hasarlarının elektriksel direnç değişim yöntemiyle eş zamanlı olarak izlenebilmesi ve yorulma hasarını önleyici % 95 güvenilirlikli kritik bir elektriksel direnç değişim oranının tespit edilmesi amaçlanmıştır.

Tez kapsamında, öncelikle farklı nanopartikül tiplerinin (karbon nanotüp (KNT), fonksiyonelleştirilmiş karbon nanotüp (KNTF) ve genişletilmiş grafit (EG)), epoksinin elektriksel ve mekanik özelliklerine olan etkisi incelenmiş ve en iyi performansın KNT'ler tarafından elde edildiği görülmüştür. Nanopartiküllerin epoksi içerisindeki dağılımı için ultrasonikasyon yöntemi kullanılmıştır. Ultrasonikasyon süresinin, KNT'lerin epoksi içerisindeki dağılımına ve epoksinin mekanik ve elektriksel özelliklerine olan etkisini inceleyebilmek amacıyla, kısa ve uzun süreli olmak üzere iki farklı ultrasonikasyon prosedüründe karıştırma işlemi gerçekleştirilmiştir. En iyi KNT dağılımının uzun süreli ultrasonikasyon ile sağlandığı görülürken, en iyi mekanik ve elektriksel özellikler kısa süreli ultrasonikasyon ile elde edilmiştir. Ayrıca, KNT oranının epoksinin mekanik ve elektriksel özelliklerine olan etkisi incelenmiş ve en iyi mekanik ve elektriksel özelliklerin ağırlıkça % 0.4 KNT oranında elde edildiği görülmüştür.

Cam elyaf takviyeli KNT dolgulu yaprak yayların üretim metodunun ve elektriksel iletkenlik için optimum KNT oranının tespit edilmesi amacıyla presleme (P), vakum poşetleme (VB) ve vakum infüzyon (VI) yöntemleriyle farklı KNT oranlarında (%0, %0.2, %0.4 ve % 0.8) kupon numuneler üretilmiştir. Her bir numunenin elektriksel özellikleri incelenmiştir. Sonuç olarak, üç üretim yönteminde de %0.4 KNT oranının elyaf takviyeli numunelerde elektriksel iletkenliğin sağlanabilmesi için optimum bir oran olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca, uygulama kolaylığı ve elektriksel özelliklerin istenilen seviyelerde sağlanabilmiş olması sebebiyle presleme yönteminin yaprak yayların üretim yöntemi olarak kullanılmasına karar verilmiştir.

Cam elyaf takviyeli KNT dolgulu epoksi kompozit malzemedan presleme yöntemiyle üretilen yaprak yaylar statik testlere maruz bırakılarak eş zamanlı direnç ölçüm yöntemiyle hasar seviyeleri izlenmiştir. Statik testlerden elde edilen veriler ışığında dokuz farklı genlikte yorulma testleri yapılan yaprak yayların eş zamanlı direnç ölçüm yöntemiyle hasar seviyeleri izlenmiştir. Yorulma sonucu hasar seviyesinin hızlandığı andaki kritik çevrim sayıları ve bu çevrim sayısına karşılık gelen kritik elektriksel direnç değişim oranları tespit edilmiştir. Dokuz farklı genlikte elde edilen kritik elektriksel direnç değişim oranları kullanılarak, Weibull güvenilirlik analizi ile % 95 güvenilirlikli bir kritik elektriksel direnç değişim oranı hesaplanmıştır. Tespit edilen yüksek güvenilirlikli kritik elektriksel direnç değişim oranının, yorulma hasarlarının önüne geçilebilmesi için referans bir değer olarak kullanılabileceği tavsiye edilmiştir.

Aralık 2021, 135 sayfa

Anahtar kelimeler: Eş zamanlı sağlık izlemesi, yorulma hasarı, kompozit yaprak yay, elektriksel direnç değişimi

SUMMARY

Ph.D. THESIS

HEALTH MONITORING OF LEAF SPRINGS USING NANOTUBES

Fatih TURAN

Istanbul University-Cerrahpasa

Institute of Graduate Studies

Department of Mechanical Engineering

Supervisor: Assoc. Prof. Dr. Yener TAŞKIN

In this thesis, in-situ health monitoring of carbon nanotube modified woven glass fiber-epoxy composite leaf springs during fatigue tests using electrical resistance change method and determination of critical electrical resistance change ratio with %95 reliability corresponding to the critical damage level of composite leaf springs were aimed.

The effect of the different nanoparticles (carbon nanotube, functionalized carbon nanotube, and expanded graphite) on the electrical and mechanical properties of epoxy was investigated. It was found that carbon nanotubes exhibit superior electrical and mechanical properties compared to f-CNTs and EGs. The distribution of CNTs was achieved by the ultrasonication method. The effect of the ultrasonication time and the CNT ratio on the electrical and mechanical properties of epoxy were investigated. Results showed that the shorter ultrasonication procedure and addition of % 0.4 wt. CNT provides the best results in terms of electrical and mechanical properties.

The multiscale CNT modified woven glass fiber epoxy composites were manufactured using hand lay-up (P), Vacuum bagging (VB), and vacuum-assisted resin infusion method (VARIM) at various CNT concentrations to determine the best manufacturing technique of composite leaf springs. The effect of CNT content and the processing technique on the overall composite laminate quality in terms of electrical properties were investigated. The hand lay-up (P) technique was chosen as a manufacturing method of composite leaf springs due to having desired electrical and mechanical properties and ease of application. The CNT ratio of % 0.4 wt. was found to be adequate for obtaining high electrical conductivity within the composite structure for resistance change application.

In-situ health monitoring of % 0.4 wt. CNT modified composite leaf springs manufactured by hand lay-up method during static tests were conducted. Static test results were used to determine the fatigue test procedure of CNT-modified composite leaf springs. In situ health monitoring of leaf springs during fatigue tests at various displacement amplitude (nine different displacement amplitude was employed) using electrical resistance change method was carried out. The critical cycles in which the strength loss rapidly accelerates due to fatigue damages and the corresponding critical electrical resistance change ratio for nine different displacement amplitude were determined. Finally, Weibull analysis was applied to obtain a critical electrical resistance change ratio with % 95 reliability and this ratio was recommended to be used as a reference value to prevent leaf springs any possible damages.

December 2021, 135 page

Keywords: In-situ health monitoring, fatigue damage, composite leaf spring, electrical resistance change method.

1. GİRİŞ

Elyaf takviyeli polimer esaslı kompozit yaprak yaylar çalışma koşullarında dinamik yüklerden dolayı meydana gelen yorulmaya maruz kalabilmektedir. Yorulma sonucunda, elyaf takviyeli kompozit yapılar içerisinde delaminasyon, elyaf kırılmaları, matris çatlakları ve elyaf matris ayrılmaları gibi hasar mekanizmaları oluşabilmektedir. Kompozit yapılar içerisinde meydana gelen ve gözle görülmeyen bu hasar mekanizmaları, kompozit yapının ani bir şekilde hasara uğrayarak yapısal bütünlüğünün bozulmasına yol açarak güvenlik ve ekonomik açıdan talihsiz sonuçlar doğurmaktadır. Bu yüzden kompozit malzemelerin yapısal bütünlüğünü kontrol etmek çok önemli bir problemdir. Birçok tahribatsız muayene metodu kompozit malzemelerin bütünlüğünü kontrol etmek amacıyla yirmi yılı aşkın bir süredir geliştirilmekte ve kullanılmaktadır. Örneğin ultrases, laser titreşim, akustik emilim, X-ray, eddy akımı, termal dalga haritaları gibi metotlar, elyaf kırılmaları, delaminasyonlar gibi hasar mekanizmalarını kontrol ve tespit etmek amacıyla kullanılan tahribatsız muayene metotlarından en önemlilerindendir. Fakat bu metotlar pahalı ve zaman harcayıcı olmakla beraber, hasar tespiti için gerekli muayenenin çalışma koşullarında olmamasını gerekli kılmaktadır. Hâlbuki kritik hasarlar çalışma koşullarında ortaya çıkmaktadır. Tahribatsız muayene metotlarının dezavantajlarını elimine eden, yapısal hasar izlemesi (structural health monitoring) olarak da adlandırılan, çalışma koşullarında hasar muayene tekniği olan birçok metot geliştirilmiştir. Böylece kompozit malzeme içerisindeki hasar mekanizmaları sık ve sürekli bir şekilde kontrol edilebilmektedir. Titreşim analizi, piezorezistif gerinim ölçerler, fiber optik ve piezoelektrik sensörler, gerilme yayılımı dalgası metodu, piezorezistif mikro karbon fiberler bu gruba dahildir. Bu metotlar her ne kadar belirli bir ölçüde başarılı olsalar da hepsinin kendilerine göre bir dezavantajı bulunmaktadır. Genel olarak bu metotlar çok fazla sensöre gereksinim duymaktadır, küçük hasarlar için hassasiyetleri bulunmamaktadır ve kompozit malzeme ile entegre olma ihtiyaçları sebebiyle malzeme bütünlüğünü bozmaktadır.

Polimer matris malzemesi içerisine dağılmış karbon nanotüpler (KNT'ler), kompozit malzeme içerisinde meydana gelen şekil değiştirmeleri ve hasar mekanizmalarını kontrol edebilmek amacıyla piezorezistif sensör olarak kullanılabilir. Mükemmel elektrik iletkenliğine sahip KNT'ler, matris malzemesi içerisinde ağ yapısı şeklinde dağıldığında kompozit malzeme

içerisinde bir elektrik direnci oluşturmaktadır. Malzemeye uygulanan mekanik şekil değiştirme, malzeme içerisinde ağsı yapı şeklinde dağılmış halde bulunan KNT'lerin ağ yapısında bozulmaya ve KNT'ler arasındaki temas noktalarının azalmasına yol açarak malzemenin direncinin artmasına neden olmaktadır. Böylece elektrik direnci, uygulanan şekil değişiminin bir fonksiyonu olmakta ve bu da malzeme içerisindeki şekil değiştirme miktarını ve şekil değiştirme miktarına bağlı olarak da hasar miktarını çalışma koşulları altında takip edebilme imkânı vermektedir. Ayrıca, KNT'lerin artan ticari uygulamaları, bu malzemelerin makro boyuta göre sahip oldukları üstün özellikler ve yüksek yüzey alanı/ağırlık değerleri sayesinde elyaf takviyeli kompozitlerin zayıf yönlerinin iyileştirilmesinde katkı malzemesi olarak kullanılabilir. KNT'ler sahip oldukları mükemmel elektrik iletkenlikleri sayesinde hasar tespitinde doğal bir sensör olarak kullanılırken sahip oldukları üstün mekanik özellikler nedeniyle, içerisine katıldıkları polimerlerin tokluklarını, enerji sönümleme kapasitelerini ve yapısal performanslarını arttırabilmektedir.

Bu tez çalışması kapsamında, otomobillerde süspansiyon sisteminin bir parçası olarak kullanılan çelik yaprak yaylara alternatif olarak son yıllarda daha yüksek özgül dayanım ve daha yüksek yorulma ömürlerine sahip olmaları sebebiyle tercih edilen cam elyaf takviyeli epoksi kompozit yaprak yayların yorulma sonucu oluşan hasarlarının elektriksel direnç değişim yöntemiyle tespit edilmesi ve yüksek güvenilirlikli (%95) kritik bir elektriksel direnç değişim oranının tespit edilmesi amaçlanmıştır.

Tezin ilk bölümü çalışma konusuyla ilgili literatür taraması ve genel bilgiler içermektedir. Bu kapsamda kompozit yaprak yayların çelik yaprak yaylara olan üstünlüğü ve literatürde kompozit yaprak yaylarla ilgili yapılan çalışmalara yer verilmiştir. İletkenliğin kompozitler içerisinde sağlanabilmesi amacıyla kullanılan karbon nanotüp (KNT), fonksiyonelleştirilmiş karbon nanotüp (KNTF) ve genişletilmiş grafit (EG) nanopartikülleriyle ilgili bilgilere yer verilmiştir. Ayrıca nanopartiküllerin polimerler içerisindeki dağılım metodlarından ve nanopartikül dolgulu polimer kompozitlerin karakterizasyon yöntemlerinden bahsedilmiştir. Sonrasında kompozit malzemelerin yorulma hasarlarından ve yorulma testleri hakkında genel bilgilerden bahsedildikten sonra yorulma ömrü analizlerinde önemli bir istatistiksel yaklaşım olan Weibull güvenilirlik analizinden bahsedilmiştir.

Materyal ve metod kısmında tez çalışması kapsamında kullanılan malzemelerden bahsedilerek tatbik edilen üretim yöntemlerinden ve uygulanan test prosedürlerinin metodolojisi hakkında

bilgilere yer verilmiştir. Bu kapsamda nanopartiküllerin epoksi içerisindeki dağılım prosedüründen, KNT dolgulu elyaf takviyesiz epoksi kompozitlerin, elyaf takviyeli epoksi kompozitlerin ve yaprak yayların üretim metodlarından bahsedilmiştir. Bu kısımda ayrıca, elektriksel iletkenlik ölçüm prosedüründen, üç nokta eğme, dinamik mekanik analiz ve yorulma test prosedürlerinden bahsedilmiştir.

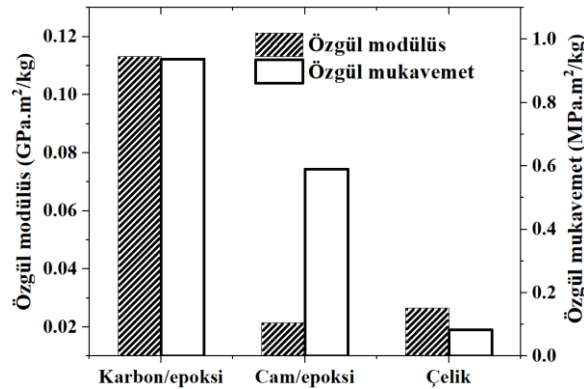
Bulgular kısmında, yapılan test ve deneylerden elde edilen çıktıların grafiklere dökülerek yorumlanması yapılmıştır. Bu kapsamda, nanopartikül tipinin (KNT, KNTF ve EG), ultrasonikasyon süresinin ve KNT oranının epoksinin elektriksel ve mekanik özelliklere olan etkisi incelenmiştir. Presleme (P), vakum poşetleme (VP) ve vakum infüzyon (VI) ile üretilen elyaf takviyeli KNT dolgulu kompozit plakaların elektriksel özellikleri karşılaştırılarak yaprak yay için uygun üretim metodunun presleme olduğuna karar verilmiştir. Bir sonraki aşamada, yaprak yayların ölçülerinin tespit edilerek presleme metodu ile üretilmesi yapılmıştır. Üretilen yaprak yayların statik testleri ve statik test sonuçlarına göre dokuz farklı genlik için yorulma testleri yapılmıştır. Yorulma testleri sırasında kompozit yaprak yayların eş zamanlı elektriksel direnç ölçümü gerçekleştirilmiştir. Yorulma testlerinden mukavemet kaybının hızlandığı kritik çevrim sayıları tespit edilerek, bu çevrimlere karşılık gelen kritik elektriksel direnç değişim oranları tespit edilmiştir. Son aşamada, dokuz farklı genlik için elde edilen elektriksel direnç değişimleri kullanılarak Weibull analizi ile % 95 güvenirlilikli kritik direnç değişim oranı tespit edilmiştir.

2. GENEL KISIMLAR

2.1 KOMPOZİT YAPRAK YAYLAR

Günümüzde petrol esaslı araçlarda yakıt tüketiminin azaltılarak, karbondioksit salınımlarının azaltılmasına ve elektrikli araçlarda enerji verimliliğinin artırılarak, menzil mesafesinin artırılmasına yönelik yapılan iyileştirmeler, otomobil firmaları tarafından büyük önem arz etmektedir. Aracın performansında düşüş kaybetmeden ağırlığının azaltılması ise en etkili yakıt tasarrufu sağlayan ve enerji verimliliğini arttıran yöntemlerden bir tanesidir. Hafif bir araç tasarlamının en etkili yöntemi ise mekanik özellikleri en az geleneksel malzemeler kadar yüksek olan, hafif yeni nesil malzemelerin araçların farklı yapılarına entegre edilerek kullanılabilmesidir.

Yüksek dayanım ve rijitliğe ve çok düşük özgül ağırlığa sahip olan elyaf takviyeli kompozit malzemeler, hafifliğin azaltılmasının gerektiği tüm uygulamalarda geleneksel malzemelere alternatif olarak kullanılabilecek yeni nesil bir malzeme olma özelliği taşımaktadır (Şekil 2.1) [1]. Bu yüzden kompozit malzemeler otomobillerin yaprak yay, transmisyon mili ve şasi gibi hem iç hem de dış aksamalarında geleneksel malzemelerin yerine alternatif olarak kullanılmaktadır.



Şekil 2.1: Kompozit malzemelerle çeliğin mekanik özelliklerinin karşılaştırılması [1].

Yaprak yaylar taşıt süspansiyon sisteminin en önemli elemanlarından bir tanesidir. Bir yaprak yay, sürüş anında yatay ve dikey yükler gibi çeşitli yüklere dayanabilmektedir. Bu yüklerden en önemlisi ise dikey yüklerdir. Yayda, şekil değiştirme enerjisi olarak depolanan potansiyel enerji yavaşça bırakılmakta ve böylece bu yüklerden kaynaklanan titreşim minimize edilerek konforlu ve güvenli bir sürüş imkânı sağlanmaktadır. Bu yüzden, bir yaprak yayın enerji

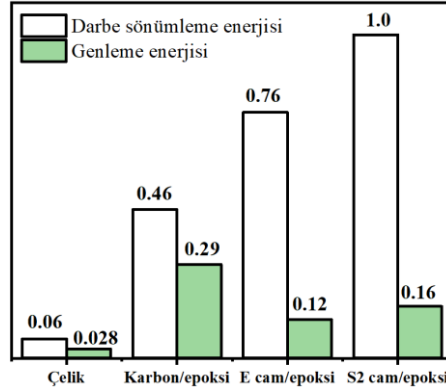
depolama kapasitesini arttırmak demek daha verimli bir süspansiyon sistemi oluşturmak demektir. Bir yaprak yay tarafından birim hacim (V) başına depolanan enerji miktarı (W_e) denklem 2.1 ile ifade edilmektedir. Bu bağıntıda σ malzeme mukavemetini, ρ yoğunluğu ve E ise elastisite modülünü ifade etmektedir. Anlaşılmaktadır ki, mukavemeti yüksek olan ve elastisite modülü düşük olan malzemeler, yaprak yaylar için ideal malzemelerdir. Kompozit malzemeler bu karakteristiği sağlayan önemli malzemelerdendir. Literatür araştırmaları göstermektedir ki, çelik bir yaprak yayla aynı dayanıma sahip olan bir kompozit yaprak yay, ağırlıkça çelikten % 65-80 oranında daha hafiftir.

$$\frac{W_e}{V} = \frac{\sigma^2}{2\rho E} \quad (2.1)$$

Kompozit yaprak yaylarda takviye edici elyaf malzemesi olarak genellikle cam ve karbon elyaflar kullanılmaktadır. Şekil 2.2’de yaprak yay malzemelerinin özgül gerinim ve darbe sönümleme enerjilerinin karşılaştırması görülmektedir [2]. Bu grafikte darbe ve gerinim enerjileri S2 cam/epoksi kompozitin darbe enerjisine oranlandığı için değerler birimsiz olarak verilmektedir. Görüldüğü üzere kompozit malzemelerin çelikten çok daha yüksek enerji depolayabilme ve darbe sönümleyebilme özelliğine sahip olduğu görülmektedir. Kompozit malzemeler arasında karbon/epoksinin en yüksek enerji depolayabilme kabiliyetine sahip olduğu görülürken darbe dayanımlarının düşük olduğu görülmektedir. Aynı zamanda karbon elyafların maliyetinin yüksek olması da karbon/epoksi kompozitlerin bir diğer dezavantajlarındanır. Karbon elyaflarla kıyaslandığında, cam elyaflar nispeten daha düşük dayanım ve direngenliğe, daha yüksek yoğunluğa, daha düşük gerinim enerjisine ancak daha yüksek darbe dayanımına ve daha düşük üretim maliyetine sahiptirler. Cam elyaflar, E tipi ve S2 tipi olmak üzere iki sınıfa ayrılırlar. S2 elyafları daha yüksek mekanik özelliklere sahip olmasına rağmen E tipi cam elyaflar daha ucuzdurlar. Bu yüzden maliyet ve diğer mekanik özellikler kombine edildiğinde en sık tercih edilen malzeme tip E tipi cam elyaf olmaktadır.

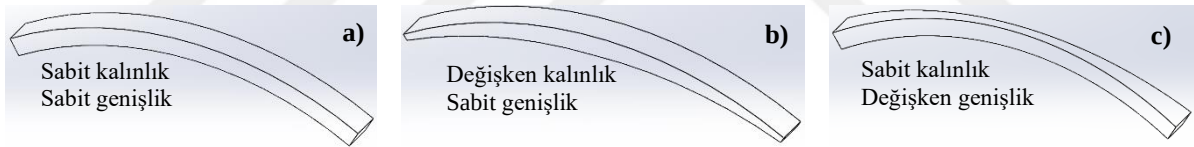
Kompozit yaprak yaylarda matris malzemesinin de elyaflar kadar önemli görevi bulunmaktadır. Matris malzemesi gelen yükü elyaflara transfer ederken aynı zamanda da elyafları çevresel şartlardan da korumaktadır. Bu yüzden matris malzemesi ile elyaflar arasındaki ara yüzey bağının iyi olması gerekmekte ve korozyona, yaşlanmaya ve ısıya karşı dirençli olması beklenmektedir. Epoksi ve polyester reçineler bu özellikleri sağlayan malzemeler oldukları için

kompozit yaprak yaylarda genellikle epoksi ve polyester reçine matris malzemesi olarak tercih edilmektedir.



Şekil 2.2: Yaprak yay malzemelerinin özgül gerinim ve darbe sönümleme enerjisi [2].

Kompozit yaprak yaylar üretim kolaylığından dolayı genellikle yekpare olarak tasarlanmaktadır. Literatürde kompozit yaprak yaylar için üç farklı tasarım ön plana çıkmaktadır (Şekil 2.3): a) Sabit genişlik ve kalınlık [3], b) sabit genişlik ve değişken kalınlık [4] ve c) sabit kalınlık ve değişken genişlik [5].



Şekil 2.3: Kompozit yaprak yaylarda kullanılan gövde tasarımları.

Sabit kalınlıklı ve sabit genişlikli tek katlı bir yaprak yay için, gerilme ve sehim miktarları sırasıyla denklem 2.2 ve 2.3 ile hesaplanmaktadır [6]. Bu denklemlerde σ gerilme miktarını, F uygulanan yükü, L yay uzunluğunu, b yay genişliğini, t yay kalınlığını, E yay malzemesinin elastisite modülünü ve h sehim miktarını temsil etmektedir.

$$\sigma = \frac{3FL}{2bt^2} \quad (2.2)$$

$$h = \frac{FL^3}{4Ebt^3} \quad (2.3)$$

Bir kompozit yaprak yayın bir çok statik ve dinamik performans parametreleri mevcuttur. Bu parameterlerden bazıları doğal frekans, yay katsayısı, sürünme davranışı ve yorulma davranışdır. Literatürde çelik yaprak yaylar ile kompozit yaprak yayların statik ve dinamik

performanslarının karşılaştırıldığı birçok çalışma yer almaktadır [6–21]. Bu çalışmalarda, genel olarak çok katlı çelik yaprak yaylar yerine elyaf takviyeli polimer kompozit malzeme kullanılarak, yekpare yaprak yayların tasarımı ve üretimine yönelik deneysel ve nümerik çalışmalar yapılmıştır. Elde edilen sonuçlar, kompozit yaprak yayların çelik yaprak yaylara nazaran daha düşük gerilmelere, daha yüksek doğal frekanslara, daha düşük ağırlıklara ve daha uzun yorulma ömürlerine sahip olduğunu göstermektedir.

2.2 KARBON NANOTÜPLER

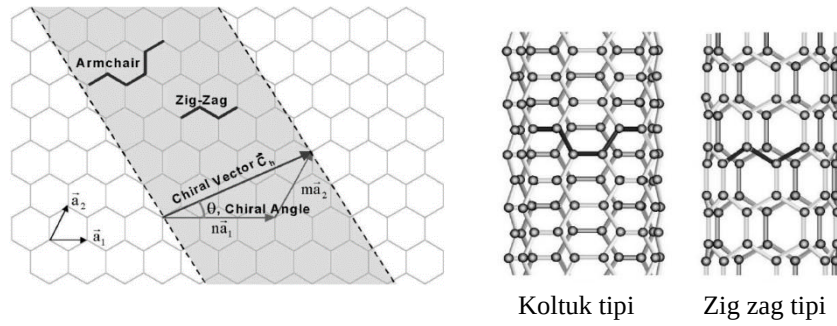
KNT'ler ilk olarak Sumio ve diğ. tarafından gözlemlenebilmiştir [22]. Bu gözlemden sonra Ebbesen ve Ajayan [23] geniş ölçekli KNT sentezi ile ilgili çalışmalar yapmıştır. Bu gelişmeler KNT'lerin sentezi ve karakterizasyonu açısından gelecekte yapılan çalışmalar için bir dönüm noktası olmuştur.

KNT' ler, tek sıralı karbon atomundan oluşan bir grafen düzleminin sarılmasıyla oluşur (Şekil 2.4). Bu yapıda kiral vektör sarım vektörü olup,

$$C_h = na_1 + ma_2 \quad (2.1)$$

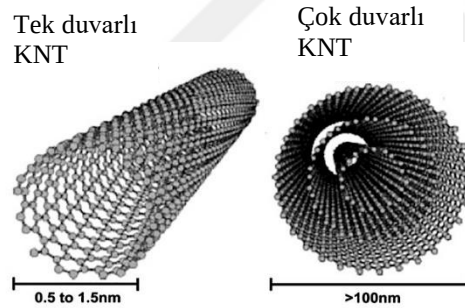
olarak ifade edilmektedir.

Şekil 2.4'de, a_1 ve a_2 vektörleri grafen düzlemindeki hegzagonal kafes yapısının birim vektörleri ve θ kiral vektörün x eksenine göre açısıdır. n ve m tamsayılar olup, KNT'lerin nasıl büküldüğünü göstermektedir [24]. Yapılan çalışmalar [25–28] göstermektedir ki KNT'ler, (n, m) katsayılarına bağlı olarak metalik veya yarı-iletken davranış sergilemektedir. Koltuk tipi ($n = m$ ve $\theta = 30^\circ$) KNT'lerin hepsi metalik özellik gösterirken zig zag ($m = 0$ ve $\theta = 0^\circ$) ve kiral tipi ($0 < \theta < 30^\circ$) KNT'lerde, $(n - m)/3$ oranının tam sayı olduğu durumlarda metalik özellik görülmektedir (Şekil 2.4). Diğer bütün durumlarda KNT'ler yarı-iletken bir davranış sergilemektedir [29].



Şekil 2.4: Grafen düzlemi ve grafen düzleminin sarılmasıyla oluşan koltuk tipi ve zig zag tipi KNT'lerin şematik görünümü [29].

KNT'ler tek duvarlı olabildikleri gibi iç içe eş merkezli kabuklar olarak sarılması sonucu oluşan çok duvarlı yapıya da sahip olabilmektedir (Şekil 2.5) [30]. Bu konsantrik tabakalar birbirine ikincil Wan der Waals bağları ile bağlanmaktadır [29]. Çok duvarlı KNT'lerde katmanlar arası mesafe hemen hemen bir grafit tabakası kalınlığına (0.34 nm) denk gelmektedir [21, 22]. Uzunlukları birkaç mikro metreye varan KNT'lerin tek duvarlı olanlarının çapı 1 – 2 nm' ye varırken çok duvarlı olanların ki 2 – 25 nm arasında değişebilmektedir [31].



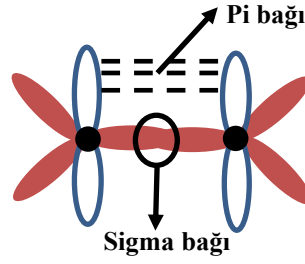
Şekil 2.5: Tek duvarlı ve çok duvarlı KNT'lerin şematik görünümü [30].

KNT'lerin keşfinden sonra farklı yöntemler ile sentezlenmeleri ile ilgili birçok araştırma yapılmıştır. KNT üretimi, katı ve gaz haldeki karbondan sentezleme olarak iki kategoriye ayrılabilir. Katı hâlde karbondan sentezleme yöntemlerinde karbon kaynağı olarak grafit bir çubuk kullanılmaktadır. Genel olarak, katı haldeki karbondan KNT üretim yöntemleri, ark boşaltma [32], lazer ile aşındırma [33] yöntemleridir. Gaz halindeki karbondan sentezleme yöntemlerinde ise karbon kaynakları çeşitli konvansiyonel gazlar olmaktadır. Bu yöntemlerden en önemlisi ise geniş ölçekli bir üretimi mümkün kılan kimyasal buhar biriktirme [34] yöntemidir. Kimyasal buhar biriktirme tekniği metan veya propan gibi karbon içeren hidrokarbon gazlarının, 600-1000 °C sıcaklıklarında, demir, kobalt ve nikel gibi katalizör

görevi gören küçük metalik parçalar üzerinde karbon nanopartiküllerin ve nano tüplerin ayrıştırılması esasına dayanmaktadır.

Çok hafif olması, yüksek elastisite modülüne sahip olması ve bilinen en dayanıklı fiber olması, KNT'lerin en önemli özelliklerindendir [35–38]. KNT'lerin mekanik özellikleri hakkında kesin olarak görüş birliğine varılmış bir bilgi olmasa da, teorik ve deneysel çalışmalar KNT'lerin 1 – 1.8 TPa civarında bir elastiklik modülüne [38] ve 10 – 63 GPa aralığında da bir çekme dayanıma [38] sahip olduğunu göstermektedir. KNT'ler, bu üstün mekanik özelliklerini sahip oldukları sp_2 atom yapısı sayesinde elde etmektedir. Şekil 2.4'de görüldüğü gibi KNT'ler, karbon atomlarının birbirine hegzagonal bir yapıda bağlanması ve bu yapının da kendini periyodik olarak tekrar etmesiyle oluşturduğu silindirik grafen yapısıdır. Bu periyodikliğin sonucu olarak da her bir karbon atomu, kendine komşu üç karbon atomuna bağlanır. Bunun sebebi ise karbon atomlarının birbirine bağlanması sırasında ortaya çıkan sp_2 hibritleşmesidir [39]. sp_2 hibridizasyonu sırasında, bir adet yarı dolu s orbitali ile 2 adet yarı dolu p orbitali bağ yaparak, atomlar arasında 120° lik açı bulunan üç adet kovalent bağ oluşur (Şekil 2.6). Sigma (σ) bağı da denilen bu kovalent bağ güçlü bir kimyasal bağdır ve KNT'lerin üstün mekanik performanslarında önemli bir rol oynamaktadır.

KNT'ler, sahip oldukları üstün mekanik özelliklere ek olarak mükemmel elektrik ve termal özelliklere de sahiptir. Hibritleşmeye katılmayan ve son orbital olan p_z orbitalinde yer alan atomlar arasında ise düzlem dışında π (π) orbitali meydana gelmektedir (Şekil 2.6). π bağları nispeten daha zayıf bağlar olmakla birlikte çok katmanlı KNT'lerin katmanları arasındaki bağlanmada ve tek duvarlı KNT demetindeki KNT'ler arasındaki bağlanmada rolleri mevcuttur. Grafen düzlemine ve dolayısıyla da nanotüp yüzeyine dik olan bu π orbitali, yüksek elektron yoğunluğuna sahip π ağı oluşturarak KNT'lerdeki elektronik özelliği oluşturmaktadır [40]. Her bir karbon atomunun en dış kabuğunda dört adet elektron yer almaktadır. Üç tanesi de diğer karbon atomlarıyla kovalent bağ oluşumunda kullanılırken, π orbitalinde kalan tek bir elektron elektriksel iletkenliği sağlamaktadır.



Şekil 2.6: Grafen düzlemindeki hegzagonal yapıda yer alan karbon atomları arasında meydana gelen sigma (σ) ve pi (π) bağlarının şematik görünümü.

2.3. KARBON NANOTÜPLERİN POLİMERLER İÇERİSİNDE KULLANIMI

KNT'ler sahip oldukları mükemmel elektrik iletkenlikleri sayesinde hasar tespitinde doğal bir sensör olarak kullanılırken sahip oldukları üstün mekanik özellikler nedeniyle, içerisine katıldıkları polimerlerin tokluklarını [41], darbe dayanımlarını [42] ve titreşim sönümleme kapasitelerini [43] arttırmaktadır.

2.3.1. Karbon Nanotüplerin Polimer Malzeme İçerisinde Dağılım Yöntemleri

KNT'ler, aralarındaki van der Waals etkileşimi sebebiyle topaklanma eğilimi gösterirler. Ayrıca, kimyasal buhar biriktirme (CVD) yöntemiyle üretilen çok duvarlı KNT'ler spagetti gibi birbiri içerisine girmiş bir şekilde elde edilmektedir. Bu durum, KNT'lerin uzunluk/çap oranlarının düşmesine sebep vererek polimer malzeme içerisinde ağırsı bir yapının oluşumunu zorlaştırmaktadır. Bu açıdan, polimer kompozit bir yapı içerisinde elektriksel iletkenliğin elde edilebilmesi için, KNT'lerin polimer matris içerisinde ağ yapısı oluşturacak şekilde dağıtılması gerekmektedir [44]. Epoksi ve vinil ester gibi termoset esaslı kompozitlerde KNT'lerin dağılımı için genellikle şu üretim yöntemleri kullanılmaktadır: yüksek hızlı karıştırma [45, 46], yüksek enerjili sonikasyon [47, 48], KNT'lerin yüzey etkin (surfaktant) bir madde kullanılarak epoksi ile uyumlu hale gele getirilmesi (fonksiyonelleştirme) [49, 50] ve kalenderleme [41].

Ultrasonikasyon, bir solüsyon içerisinde mikro ve nano ölçekteki partiküllerin dağıtılması için en sık kullanılan yöntemlerden bir tanesidir. Ultrasonikasyon, ultrasonik banyo veya ultrasonik prob kullanılarak yapılmaktadır. Ultrasonikasyonda, ultrases dalgaları karışıma saniyede 20000 çevrim frekansa kadar uygulanmaktadır. Frekans miktarı arttıkça nanopartiküllerin dağılım oranı da iyileşmektedir. Ultrasonikasyonda, ses dalgaları yüksek basınç ve alçak basınç çevrimleri oluşturarak sıvı içerisinde yayılmaktadır. Alçak basınç çevriminde küçük gaz

kabarcıkları sıvı içerisinde oluşmaktadır. Bu gaz kabarcıkları yüksek basınç çevriminde patlayarak kavitasyon oluşturmaktadır. Böylece akustik kavitasyon sonucu solüsyon içerisindeki topakların parçalanması sağlanmaktadır. Ultrasonikasyonda dağılımı etkileyen parametreler şunlardır: güç, zaman ve prob yüzey alanı [51, 52].

Ultrasonikasyon yönteminde, nanopartiküllerin etkili bir şekilde dağılımı için karışımın düşük viskoziteli olması gerekmektedir. Bu sebeple, yüksek viskoziteye sahip nanopartikül/polimer karışımlarında, polimer uygun bir çözücü ile seyreltilerek viskozitesi düşürülmektedir. Ultrasonikasyon yönteminde, uzun süreli karışım nanopartiküllerin viskoz ortam içerisindeki dağılımını iyileştirmektedir. Ancak, karışıma uzun süreli yüksek güç uygulanması sıcaklığı çok yüksek miktarda arttırmakla beraber KNT'lerin yapısına da zarar vermektedir [53]. Bu sebeple, KNT'lerin özelliklerini kaybetmemesi için karışımın optimum parametrelerle sağlanması gerekmektedir.

2.3.2. Karbon Nanotüplerin Fonksiyonelleştirilmesi

KNT/polimer nano kompozitlerin özellikleri dispersiyon seviyesine ve KNT'lerin polimer matris ile yaptığı ara yüzey etkileşimine bağlıdır. KNT duvarlarındaki karbon atomları kimyasal olarak kararlı bir durumdadır. Bu yüzden içerisinde bulundukları polimer matris ile kimyasal olarak güçlü bir bağ yapmamaktadır. KNT'ler ile polimer matris arasındaki etkileşim Van der Waals bağlarıyla gerçekleşmektedir. Bu durum verimli bir yük transferini engellemektedir. KNT'lerin matris ile daha iyi bir bağ yapabilmesi için yüzey özelliklerinin modifiye edilmesi gerekmektedir. Bu amaçla birçok çalışma yapılmıştır [54–56]. Yüzey modifikasyon teknikleri kimyasal (kovalent) ve fiziksel (non-kovalent) metodlar olarak ikiye ayrılmaktadır. Her ne kadar yüzey modifikasyon metotları KNT'lerin yüzeylerindeki karbon atomlarının matris ile etkileşimini arttırsa da KNT'lerde yapısal değişikliklere ve bozulmalara yol açabilmektedir. Bu açıdan her yöntemin optimum bir uygulanma şekli tespit edilmelidir.

Kimyasal fonksiyonelleştirme, KNT'lerin yüzeyindeki karbon atomlarına kovalent olarak bağ yapabilecek moleküllerin bağlanması esasına dayanmaktadır [57–60]. Kimyasal fonksiyonelleştirme yöntemlerinden birisi direk fonksiyonelleştirmedir. Direk fonksiyonelleştirme işleminde atomik sp_2 yapısının sp_3 yapısına değiştirilmesi ve grafen tabaka üzerindeki pi bağlarının kaybolması esasına dayanmaktadır. Bu proses, flourine gibi yüksek kimyasal aktiviteye sahip bir maddenin molekülleri ile KNT'lerin yüzeylerindeki atomların reaksiyonu sonucu ortaya çıkmaktadır. Kusur fonksiyonelleştirmesi bir diğer kovalent

fonksiyonelleştirme yöntemidir. Bu yöntem KNT'lerdeki kusurlu bölgelerin kimyasal transformasyonu esasına dayanmaktadır. Kusurlu bölgeler, KNT yüzeylerindeki atomsal boşluklar olabilmektedir. Oksitlenmiş bölgeler de aynı zamanda kusurlu bölge sayılabilmektedir. Kusurlar, KNT yüzeylerinin HNO_3 , H_2SO_4 gibi güçlü asitlere [61], KMnO_4 gibi güçlü oksitleyicilere [62], reaktif plazmalara [63] veya ozona [64] maruz bırakılmasıyla oluşturulmaktadır. Oluşturulan bu boşluklara karboksilik asit ($-\text{COOH}$) grupları veya hidroksil asit ($-\text{OH}$) grupları bağlanmaktadır. Bu asidik gruplar sayesinde KNT yüzeyi ile polimer matris arasındaki bağ iyileşmektedir.

Kimyasal olarak fonksiyonelleştirilen KNT'ler, birçok organik çözücü içerisinde kolaylıkla çözülür. Bunun sebebi KNT'lerin hidrofobik olan yapısı, polar grupların bağ yapmasıyla hidrofilik hale gelmesidir. Böylece kimyasal olarak fonksiyonelleştirilen KNT'ler, içerisinde bulundukları polimer ile güçlü bir ara yüzey bağına sahip olarak, nano kompozit polimerin mekanik özelliklerini ve diğer fonksiyonel özelliklerini iyileştirmektedir. Ancak kimyasal fonksiyonelleştirme yöntemlerinin iki önemli dezavantajı bulunmaktadır. Birincisi, fonksiyonelleştirme reaksiyonları sırasında kullanılan ultrasonikasyon işlemi KNT duvarlarında çok önemli hasarlar oluşturabilmekte ve bazı durumlarda ise KNT'lerin parçalara ayrılmasına sebep olmaktadır. Bu hasarlar ise KNT'lerin elektriksel ve mekanik özelliklerinde önemli ölçüde zayıflamaya yol açmaktadır. İkinci olarak ise bu yöntemlerde kullanılan güçlü asit ve oksitleyiciler çevreye ve insan sağlığına zararlı maddelerdir.

Bir diğer fonksiyonelleştirme metodu ise fiziksel fonksiyonelleştirme işlemidir. Polimer ile kaplama yönteminde, KNT yüzeyleri polimer molekülleri ile kaplanmaktadır. Polimer kaplama prosesi polimer zincirleri ve KNT'ler arasındaki van der Waals ve pi-pi bağları aracılığıyla sağlanmaktadır [65]. Polimerlerin haricinde, surfaktanlar da KNT'lerin fonksiyonelleştirilmesinde kullanılmaktadır. KNT yüzeyine tutunan surfaktanlar KNT'lerin yüzey gerilimini azaltarak birbirleriyle topak oluşturma eğilimini azaltmaktadır. Bu yöntemin verimliliği, surfaktanın cinsine, KNT özelliğine ve polimer matrisin tipine göre değişmektedir [66].

2.3.3. Karbon Nanotüplerin Polimerler İçerisindeki Dağılım Karakterizasyonu

KNT takviyesiyle kompozit malzemelerin fonksiyonel bir yapıya ulaşabilmesi için KNT'lerin kompozit yapı içerisinde iyi bir dağılıma sahip olması gerekmektedir. Bu sebeple KNT'lerin dağılım seviyesini karakterize etmek ve dağılım seviyesinin kompozit malzemenin mekanik,

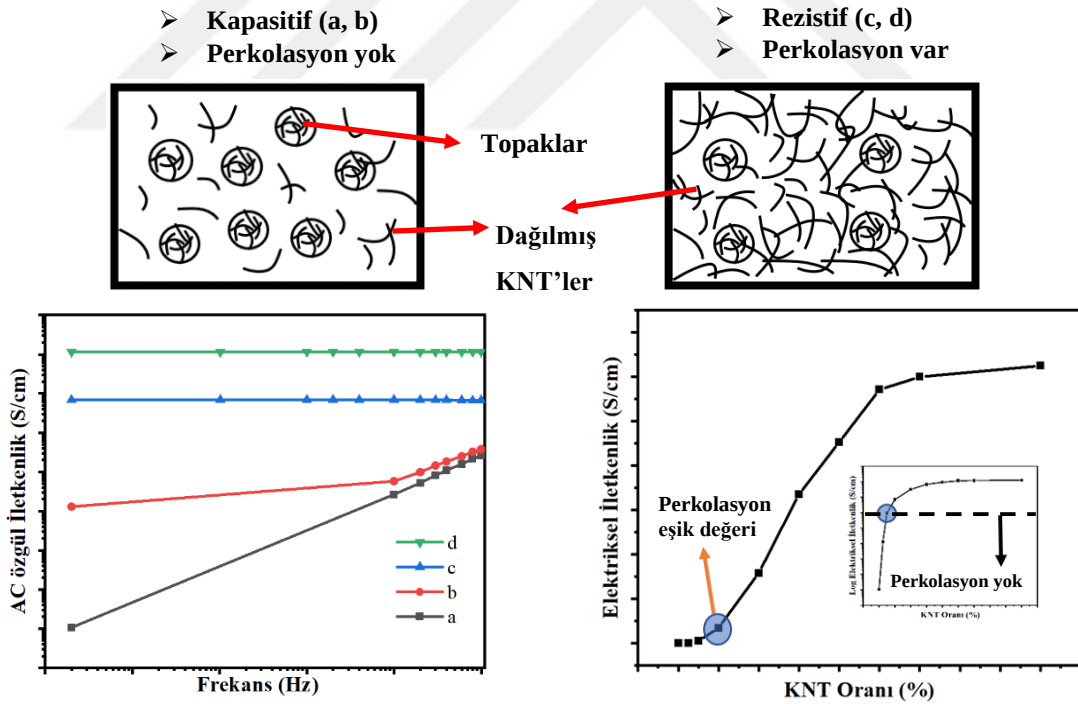
elektrik ve reolojik özelliklerine etkisini inceleyebilmek amacıyla literatürde birçok çalışma yürütülmüştür [67–81]. KNT'lerin dağılım karakterizasyonu için iki ana yöntem vardır: Bunlar direk olarak mikroskopik gözlem ve dolaylı tahmini yöntemidir. İyi bir nanopartikül dağılım karakterizasyonu için direk gözlem ve dolaylı tahmini yöntemlerinin bir arada kullanılması gerekmektedir. Direk mikroskopik yöntemde optik mikroskop (OM), taramalı elektron mikroskobu (SEM), atomik kuvvet mikroskobu (AFM) ve geçirmeli elektron mikroskobu (TEM) gibi yöntemlerle gözlem yapılır. Optik mikroskopta çözünürlük sınırlı olduğundan KNT'lerin tek olarak gözlemlenmesi imkansızdır. Ancak optik mikroskop görüntüsü geniş ölçekte nano partiküllerin polimer malzeme içerisindeki dağılımı hakkında bir fikir vermektedir. SEM ve AFM gibi yöntemlerde ise malzemedan alınan bir parçanın ara kesit yüzeyi incelenebilmektedir. Bu yöntemlerde, mikro ölçekte nanopartiküllerin dağılımı hakkında ve mikro boyuttaki toprakların boyutları hakkında bilgi edinilebilmektedir. TEM'de ise nano ölçekte gözlem mümkün olmakla birlikte KNT'lerin gözlemlenmesi çok zor olmaktadır. Bunun sebebi eksenel ve radyal boyutlar arasında çok büyük fark olması ve incelemek için çok ince kesitli malzemelere ihtiyaç duyulmasıdır.

Polimer malzeme içerisindeki nano partiküllerin dolaylı tahmini yöntemler ile dağılım karakterizasyonu için ise diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) analizi, dinamik mekanik analiz (DMA) ve elektriksel direnç ölçümü kullanılmaktadır [67]. DMA yönteminde, farklı dağılım seviyeleri için nanopartikül dolgu kompozit malzemede farklı depolama modülü ve kayıp modülü oluşabilmektedir. DMA uygulamasında, malzeme farklı sıcaklıklarda tekrarlı yüke maruz bırakılmakta ve böylece malzemenin elastik ve viskoz fazlarındaki mekanik özellikleri hakkında bilgi sahibi olunmaktadır.

Diğer bir dolaylı metot ise elektriksel iletkenlik ölçümüdür. Bu yöntemde dağılım seviyesi iyileştikçe polimer malzemenin elektriksel iletkenliğinde artış gerçekleşmektedir. Aynı zamanda polimer matris içerisindeki KNT oranı arttıkça, matris malzemenin iletkenliğinde artış gerçekleşmektedir [70]. Ancak, yüksek oranda dolgu malzemesi kullanımı, matris malzemesinin çekme mukavemeti gibi mekanik özelliklerinin zayıflamasına yol açabilmektedir [71]. Bunun sebebi, KNT'lerin oluşturduğu toprakların malzeme içerisinde çentik etkisi oluşturmasıdır. Yüksek oranda dolgu malzemesi kullanımı, mekanik özellikleri olumsuz etkilemekle beraber matris malzemesinin yoğunluğunda bir artışa sebebiyet vererek üretim aşamasında da zorluklar oluşturmaktadır. Bu sebeple, iletken KNT'ler polimer matris içerisinde

dağılımı sağlanırken, iletkenliği sağlayacak minimum oranda KNT kullanılması gerekmektedir. Kompozit bir yapının elektriksel olarak iletken hale gelebilmesi için, KNT'lerin, matris malzemesi içerisinde üç boyutlu bir ağ yapısı oluşturması gerekmektedir. Bu olaya perkolasyon denmektedir.

İletkenliğin kompozit yapı içerisinde sağlanabilmesi için, KNT oranının perkolasyon eşik değerini aşması gerekmektedir. Perkolasyon eşik değeri, elektriksel dirençteki ani düşüşün gerçekleştiği oran olarak saptanmaktadır [72]. Perkolasyon eşik değerinin altında, kompozit malzeme kapasitif bir malzeme gibi davranmakta, iletkenlik KNT'ler arasında gerçekleşen tünel etkisiyle sağlanmaktadır. Perkolasyon eşik değerinin üzerinde, KNT'ler birbirleri ile tüm hacim boyunca temas halinde bulunduğu için polimer malzeme rezistif bir özellik göstermektedir. Kapasitif özellik gösteren bir malzemede iletkenlik uygulanan gerilimin frekansına bağlı olarak değişkenlik gösterirken rezistif özellik gösteren bir malzemede iletkenlik uygulanan gerilimin frekansından bağımsızdır (Şekil 2.7).



Şekil 2.7: Elektriksel perkolasyon eşik değerinin grafiksel olarak tespiti ve rezistif ve kapasitif malzemeler için KNT dağılımlarının şematik görünümü.

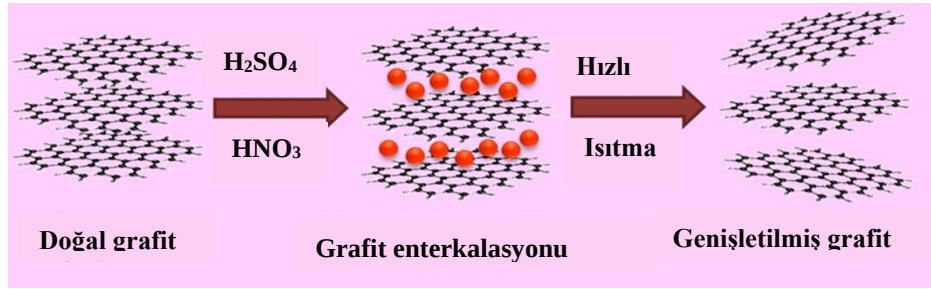
Perkolasyon eşik değeri, dolgu malzemesi olarak kullanılan partiküllerin uzunluk/çap oranlarına ve karıştırma prosedürüne bağlıdır [73]. Literatürde, kullanılan KNT tipine ve karıştırma yöntemine göre, KNT/epoksi kompozitlerin perkolasyon eşik değeri ağırlıkça %

0.01- % 20 arasında değişmektedir [74]. KNT dolgulu polimer kompozitlerin perkolasyon eşik değeri, metal partikül, siyah karbon veya karbon elyaf takviyeli polimer kompozitlerin perkolasyon eşik değerinden çok daha düşüktür. Bunun sebebi KNT'lerin sahip olduğu yüksek uzunluk/çap oranı ve yüksek yüzey alanıdır [72]. KNT'lerde uzunluk/çap oranı ne kadar yüksek olursa 3 boyutlu KNT ağı ve topaklanma oluşturma olasılığının ve bu ağ ve topakların da birbiriyle temas etme olasılığı o kadar yüksektir.

KNT'lerin epoksi içerisindeki agresif karıştırma teknikleri, dağılım seviyesini iyileştirebilmektedir. Ancak, agresif karıştırma tekniği sonucu KNT uzunluklarında azalmalar ve KNT yapısında bozulmalar meydana gelebilmektedir [82]. Bu yüzden, uygulanacak olan karışım yönteminde dağılımı etkileyen parametreler belirlenerek hedeflenen özellik için optimum bir dağılım prosedürünün belirlenmesi gerekir.

2.4. GENİŞLETİLMİŞ GRAFİT (EG)

Genişletilmiş grafit (EG), çok fonksiyonlu karbon esaslı nanopartiküllerden bir tanesidir. EG düşük yoğunluğa, yüksek yüzey alanına, yüksek termal ve elektriksel iletkenliğe sahip bir malzemedir [83]. EG'lerin çeşitli fonksiyonel uygulamalar için polimer kompozitler içerisinde dolgu malzemesi olarak kullanılmasına yönelik birçok çalışma yürütülmüştür. Bu çalışmalar içerisinde ısıya dayanıklı rezistanslar, sızdırmazlık contaları, aleve dayanıklı kompozitler yer almaktadır [84–89]. Doğal grafitin yapısı birbirleriyle van der Waals bağlarıyla bağlı olan çok sayıda grafen tabakasının bir araya gelmesiyle oluşmaktadır [28]. EG'nin elde edilmesi ise kısaca şu şekildedir: Öncelikle, doğal grafit, H_2SO_4 ve HNO_3 asitleriyle ultrasonikasyon işlemi ile kimyasal oksidasyona maruz bırakılarak grafen tabakalarının aralarına H_2SO_4 ve HNO_3 moleküllerinin yerleşmesi sağlanır. Bu işleme grafit enterkalasyonu denmektedir. Enterkalasyona uğramış grafit, bir fırın içerisinde yüksek sıcaklığa (600 °C) maruz bırakılır. Yüksek sıcaklığın etkisiyle grafen tabakalar arasında hapsolan H_2SO_4 ve HNO_3 enterkalasyon molekülleri ayrılarak grafen tabakalara kuvvet uygulamakta ve tabakaların kalınlık boyunca genişlemesini sağlamaktadır (Şekil 2.8 [90]). Bu genişleme 80-100 kat arasında olabilmektedir. Genişleme sonucu akordeon şeklinde, yüksek yüzey alanına sahip, gözenekli ve düşük yoğunluklu EG elde edilmektedir [91]. EG malzemesindeki grafen tabakalarının arasındaki mesafe 2 nm'den 10 μm ' ye kadar değişebilmektedir.



Şekil 2.8: EG'nin üretim prosedürünün şematik görünümü [89].

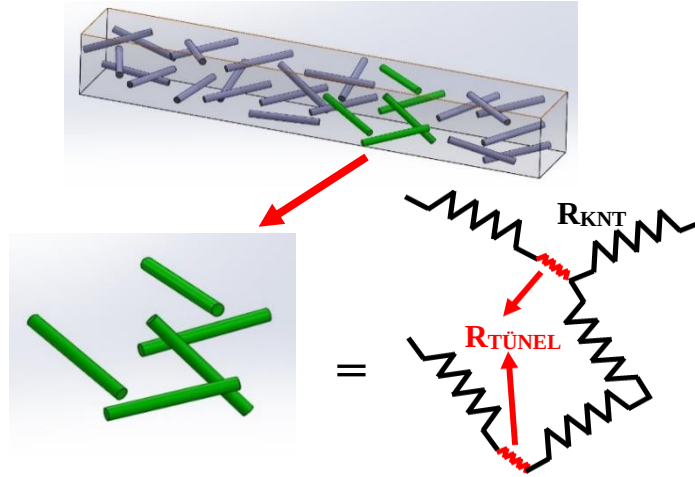
2.5. ELEKTRİKSEL DİRENÇ DEĞİŞİM YÖNTEMİYLE YAPISAL HASAR KONTROLÜ

Metallerde çatlaklar malzeme yüzeyinden başlar ve kalınlık boyunca yayılarak gözle görülebilirler. Kompozit malzemelerde ise hasar tespiti zordur. Bunun sebebi, delaminasyon ve elyaf kırılmaları gibi hasar mekanizmaları kompozit yapı içerisinde oluşur ve hasar genellikle yüzeyde değildir. Bu da kompozit yapının yapısal bütünlüğünün bozulmasına yol açarak güvenlik ve ekonomik açıdan olumsuz sonuçlar doğurmaktadır [92]. Bu yüzden, tahribatsız içyapısal muayeneler kompozit malzeme içerisindeki küçük hasarları tespit etmek için önemlidir.

Birçok tahribatsız muayene metodu kompozit malzemelerin bütünlüğünü kontrol etmek amacıyla 20 yılı aşkın bir süredir geliştirilmekte ve kullanılmaktadır. Örneğin ultrases, laser titreşim, akustik emilim, X-ray, eddy akımı, termal dalga haritaları gibi metotlar elyaf kırılmaları, delaminasyonlar gibi hasar mekanizmalarını kontrol ve tespit etmek amacıyla kullanılan tahribatsız muayene metotlarından en önemlilerindendir [93]. Fakat bu metotlar pahalı ve zaman harcayıcı olmakla beraber, hasar tespiti için gerekli muayenenin taşıtın çalışma koşullarında olmamasını gerekli kılmaktadır. Hâlbuki kritik hasarlar, çalışma koşullarında ortaya çıkmaktadır. Tahribatsız muayene metotlarının dezavantajlarını elimine eden, yapısal hasar izlemesi (structural health monitoring) olarak da adlandırılan, çalışma koşullarında hasar muayene tekniği olan birçok metot geliştirilmiştir [94]. Böylece kompozit malzeme içerisindeki hasar mekanizmaları sık ve sürekli bir şekilde kontrol edilebilmektedir. Titreşim analizi, piezorezistif gerinim ölçerler, fiber optik ve piezoelektrik sensörler, gerilme yayılımı dalgası metodu, piezorezistif mikro karbon fiberler bu gruba dahildir. Bu metotlar her ne kadar belirli bir ölçüde başarılı olsalar da hepsinin kendilerine göre bir dezavantajı bulunmaktadır. Genel olarak bu metotlar çok fazla sensöre gereksinim duymaktadır, küçük hasarlar için hassasiyetleri

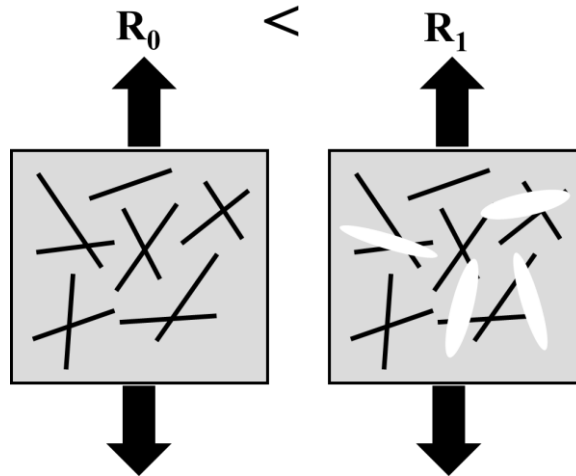
bulunmamaktadır ve kompozit malzeme ile entegre olma ihtiyaçları sebebiyle malzeme bütünlüğünü bozmaktadır.

Kompozit yapıların aynı zamanda kendisinin de bir sensör olarak davrandığı elektriksel direnç değişim yöntemiyle kendi kendine hasar tespit edebilme konsepti bu dezavantajları elimine etmektedir. İç yapıda meydana gelen hasarlar kompozit yapının elektriksel direncinde bir artış oluşturmakta ve bu direnç değişimi izlenerek kompozit yapının bütünlüğü hakkında bir fikir elde edilebilmektedir. Bu yöntemin ilk uygulanmaya başlandığı zamanlarda, karbon elyaf takviyeli polimer kompozitlerde elektriksel direnç değişim yöntemiyle hasar tespiti karbon elyafların elektriksel iletkenliğinden faydalanılarak yapılmaktaydı. Ancak karbon elyafların sensör olarak kullanılması hasarın sadece iletken karbon elyafların kırılması sonucunda izlenebilmesini mümkün kılmaktadır. Karbon elyafların kırılması ise kompozit yapının dayanımının son aşamasında meydana gelmektedir [95]. Yalıtkan olan matris ortamında matris çatlamları gibi meydana gelen hasarlar ve tabakalar arası ayrılma olan delaminasyon hasarları karbon elyaflar tarafından hissedilememektedir. Cam elyaf takviyeli kompozitlerde ise yapı tamamen yalıtkan olduğu için hasar tespiti elektriksel direnç değişim yöntemiyle yapılamamaktadır. Bu yüzden, tüm hasar mekanizmalarının izlenebilmesi için yalıtkan olan matris malzemesinin iletken hale getirilmesi gerekmektedir. Matris malzemesinin yalıtkan halden iletken hale gelebilmesi için uygulanan yöntemlerden birisi iletkenliği yüksek nanopartiküllerin yalıtkan matris malzemesi içerisinde ağı yapı oluşturacak şekilde dağıtılmasıdır. Bu amaçla kullanılan nanopartiküllerden en yaygın olanı KNT'lerdir. KNT'lerin elektromekanik özelliği ilk olarak Baughman ve diğ. [96] tarafından yapılan bir çalışmada ortaya konmuştur. KNT'lerin elektromekanik özelliğinin bir sonucu olarak, polimer matris malzemesi içerisine dağılmış KNT'ler, kompozit malzeme içerisindeki şekil değiştirme ve hasar mekanizmalarını kontrol etmek amacıyla piezorezistif sensör olarak kullanılabilmektedir [97–100]. Mükemmel elektrik iletkenliğine sahip KNT'ler, matris malzemesi içerisinde ağ yapısı şeklinde dağıldığında birbirleriyle temas ederek ve tünel etkisi oluşturarak bir elektrik direnci oluşturmaktadır (Şekil 2.9).



Şekil 2.9: KNT'lerin kompozit içerisindeki dağılımından oluşan direncin şematik görünümü.

Malzemeye uygulanan mekanik şekil değiştirme, malzeme içerisindeki dağılmış halde bulunan KNT'lerin boyutlarında nano ölçekte bir değişmeye sebep olmakta, KNT'lerin çatlaklardan dolayı ayrılması sebebiyle ağ yapısındaki elektrik iletkenliğini sağlayan temas noktaları azalmakta ve KNT'ler arası mesafe artması sonucu da tünelleme etkisi azalmaktadır (Şekil 2.10). Böylece elektrik direnci, uygulanan şekil değişiminin bir fonksiyonu olmakta ve bu da malzeme içerisindeki şekil değiştirme miktarını ve şekil değiştirme miktarına bağlı olarak da hasar miktarını çalışma koşulları altında takip edebilme imkânı vermektedir [101, 102].



Şekil 2.10: Deformasyon sonucu KNT'ler arasındaki bağlantıların azalmasıyla direncin artması.

KNT'lerin elyaf takviyeli kompozit malzemeler içerisinde hasar tespit sensörü amacıyla kullanılmasına yönelik birçok çalışma yapılmıştır [98, 100, 103–110]. Tablo 2.1' de KNT dolgulu elyaf takviyeli epoksi kompozit malzemelerin elektriksel direnç değişim yöntemiyle

hasar tespitine yönelik yapılan çalışmalardan bazıları yer almaktadır. Kompozit malzemelerde statik, tekrarlı ve darbe yüklemesi sonucu meydana gelen matris çatlakları, elyaf kırılmaları ve tabakalararası ayrılma gibi hasar modlarının eş zamanlı olarak tespit edilebilmesi, elektriksel direnç değişim yöntemiyle mümkün olabilmektedir. Ayrıca, elektriksel direnç değişim yöntemiyle kalıntı hasarların seviyesi hakkında da fikir elde edilebilmektedir [98, 103]. Elastik bölgenin üzerinde belli bir hasar seviyesine kadar yüklemeye maruz bırakılan kompozit malzemenin direnci ikinci yükleme sonrasında daha yüksek seviyelerde artmaktadır. Bunun sebebi, ilk yükleme sonrasında malzemede deformasyonlar sonucu oluşan matris çatlakları gibi hasarlar ikinci yüklemeye çok daha kolay bir şekilde artarak malzeme dayanımı azaltmakta ve hasarın daha hızlı ilerlemesine sebep olarak direncin küçük deformasyonlarda daha yüksek olarak gerçekleşmesine sebep vermektedir.

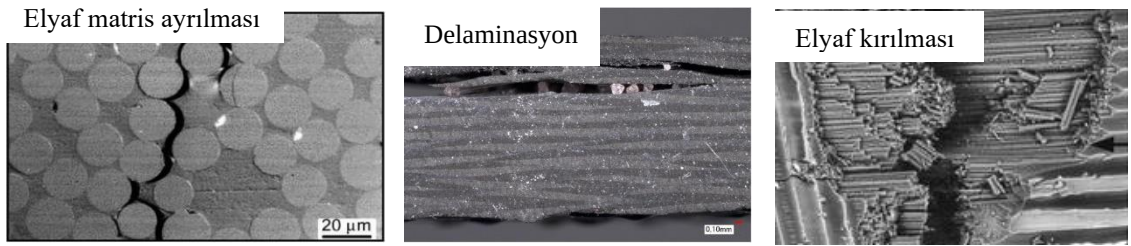
Tablo 2.1: KNT dolgulu elyaf takviyeli epoksi kompozit malzemelerin elektriksel direnç değişim yöntemiyle hasar tespitine yönelik literatürde yer alan çalışmalar.

Referans	Malzeme	KNT Oranı (%)	İzlenen hasar tipi	Test metodu
[98]	Cam/epoksi	0.50	Tek ve çift tesirli mekanik birleştirme noktasındaki hasarların izlenmesi	Çekme testi
[100]	Cam/epoksi	0.50	Tekrarlı yüklemelerdeki kalıntı hasarların izlenmesi	Çekme modu
[104]	Cam/epoksi	0.50	Statik yükleme altındaki hasarların izlenmesi	Üç nokta eğme
[103]	Cam/vinil ester		Statik ve tekrarlı yüklerdeki hasarların izlenmesi Akustik emilim verileriyle karşılaştırma	Üç nokta eğme
[105]	Cam/epoksi	0.50	Tekrarlı darbeler altında meydana gelen hasarların izlenmesi	Darbe testi
[106]	Cam/epoksi	0.50	Tek tesirli yapıştırma bölgesindeki hasarların izlenmesi	Çekme testi
[107]	Cam/epoksi	0.3	Delaminasyon ve tekrarlı yüklemelerdeki kalıntı hasarların izlenmesi	Üç nokta, çekme
[108]	Cam/epoksi		Statik ve tekrarlı yükleme sonucu meydana gelen hasarların izlenmesi	Eğilme (statik, yorulma)
[109]	Cam/epoksi	0.3	Darbe hasarının haritalanması ve CT görüntüleri ile karşılaştırma	Darbe testi
[110]	Cam/epoksi	0.75	Tekrarlı ve darbe yüklemeleri sonucu meydana gelen hasarların izlenmesi ve karbon siyahı ile karşılaştırma	Üç nokta eğme, darbe testi

2.6. YORULMA

2.6.1. Kompozit Malzemelerde Yorulma

Yorulma, bir makine parçasının tekrarlı yüklemeye maruz kalmasıyla oluşmaktadır. Tekrarlı yükler altında malzemenin yorulma hasarına uğramadan dayanabileceği maksimum çevrim sayısı malzemenin o yük altındaki yorulma ömrünü vermektedir. Yorulma dayanımının bir malzemenin statik dayanımından daha düşük olduğu bilinmektedir. Bunun sebebi yorulmaya maruz kalan yapı içerisinde hasarların meydana gelerek büyümesi ve bunun sonucunda da malzeme dayanımının düşmesidir [111]. Elyaf takviyeli kompozit malzemelerin yorulması sırasında kalıntı gerilme, elastisite modülü, gerinim, çatlak uzunluğu, çatlak yoğunluğu ve ayrılan elyaf sayısı gibi özelliklerde değişiklikler olmaktadır [112]. Özellikle elastisite modülü değerlerinde azalma ve dayanımda zayıflama, yorulma sonucunda ortaya çıkmaktadır [113]. Yorulmaya yol açan tekrarlı yüklemeler, elyaf takviyeli kompozitlerde mikro ölçekte matris çatlaklarına ve elyaf matris ayrılmalara sebep vererek, kompozit yapı içerisinde hasarların başlamasına neden olmaktadır. Yorulmanın ilerleyen aşamalarında matris çatlakları gerilme yığılmaları oluşturmakta, elyaf kırılmaları ve delaminasyon gibi makro ölçekli hasarlar meydana gelerek kompozit yapının bütünlüğü tamamen bozulmaktadır. Şekil 2.11’de elyaf takviyeli kompozit malzemelerde görülen tipik hasar mekanizmaları görülmektedir. Şekil 2.12’de elyaf takviyeli kompozit malzemeler içerisinde sık görülen hasar tipleri boyutlarına göre şematik olarak yer almaktadır [114–116].



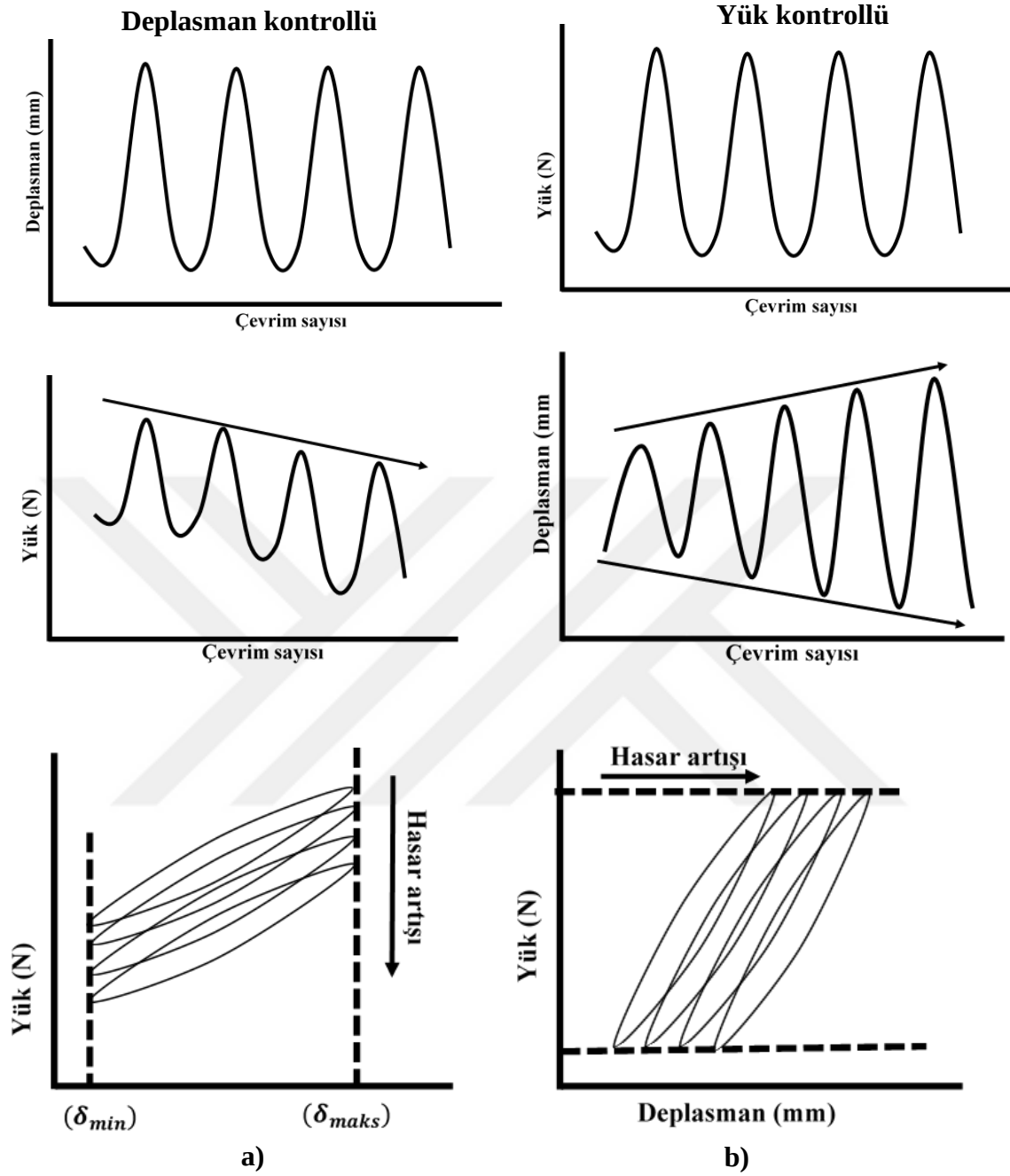
Şekil 2.11: Elyaf takviyeli kompozit malzemelerde görülen tipik hasar mekanizmaları [114-116].



Şekil 2.12: Boyutlarına göre kompozit malzeme içerisinde oluşan hasar tipleri.

2.6.2. Yorulma Testleri

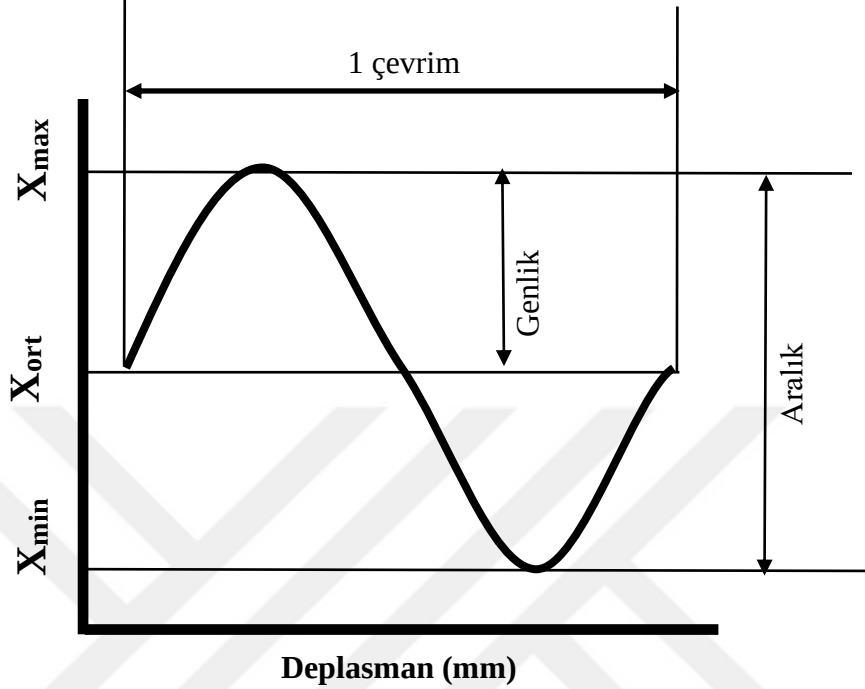
Yorulma testleri, deplasman kontrollü ve yük kontrollü olarak iki farklı kontrol modunda servo-hidrolik makineler kullanılarak tatbik edilmektedir [112]. Deplasman kontrollü yorulma testlerinde maksimum ve minimum deplasmanlar sabit olmaktadır (Şekil 2.13 (a)). Yorulmaya bağlı olarak gelişen hasarlar sonucu test parçasının mukavemeti ve direngenliği zamanla azalmaktadır. Böylece sabit deplasman genlikleri için uygulanması gereken yük miktarı zamanla azalmaktadır. Yük kontrollü yorulma testlerinde ise maksimum ve minimum uygulanacak yükler sabit kalmaktadır (Şekil 2.13 (b)). Yorulmaya bağlı hasarlar sonucu test parçası direngenliğini kaybettiği için maksimum ve minimum yüklere karşılık gelen deplasman miktarları zamanla azalmaktadır.



Şekil 2.13: a) Deplasman ve b) yük kontrollü yapılan testlerde edilen tipik grafikler.

Yorulma testlerinde yük, test parçasına sinüzoidal olarak sabit bir frekans ve genlikte uygulanmaktadır (Şekil 2.14). Elde edilen veriler, deplasman-çevrim sayısı veya gerilme-çevrim sayısı eğrilerine dönüştürülerek grafiğe aktarılır. Şekil 2.14’da X ile gösterilen parametre kuvvet kontrollü testler için gerilmeyi deplasman kontrollü testler için deplasmanı ifade etmektedir. Test koşulu olarak maksimum ve minimum gerilme veya deplasman

parametresi belirlendikten sonra bu parametrelerin ortalama (X_{ort}), genlik (X_a) ve aralık (X_{ar}) deęerleri sırasıyla denklem 2.1, denklem 2.2 ve denklem 2.3 ile hesaplanabilir.



Şekil 2.14: Yorulma testlerindeki genlik, çevrim ve aralık tanımlarının grafik üzerinde gösterimi.

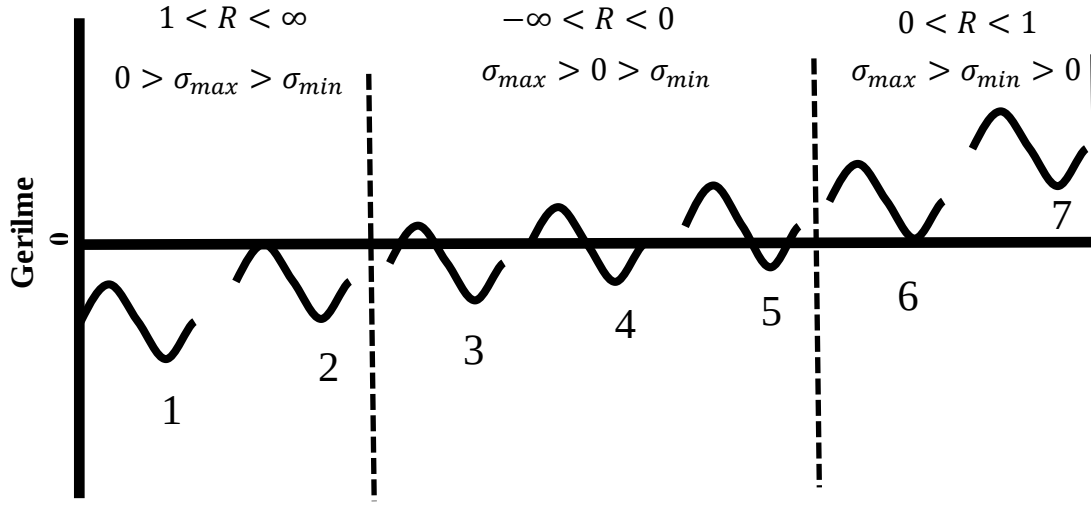
$$X_{ort} = \frac{X_{max} + X_{min}}{2} \quad (2.1)$$

$$X_a = \frac{X_{max} - X_{min}}{2} \quad (2.2)$$

$$X_{ar} = X_{max} - X_{min} \quad (2.3)$$

Gerilme kontrollü testlerde, minimum gerilmenin maksimum gerilmeye oranı gerilme oranını (R) vermektedir (Denklem 2.4). R değeri yorulma testinin tipini gösteren bir parametredir. Şekil 2.15’ da farklı R değelerine karşılık gelen yorulma tipleri şu şekildedir:

- | | |
|--------------------------------------|--------------------------------------|
| 1- Basma-basma çevrimi | 5- Çekme ağırlıklı alternatif çevrim |
| 2- Sıfır basma çevrimi | 6- Sıfır çekme çevrimi |
| 3- Basma ağırlıklı alternatif çevrim | 7- Çekme-çekme çevrimi |
| 4- Tam ters çevrim | |



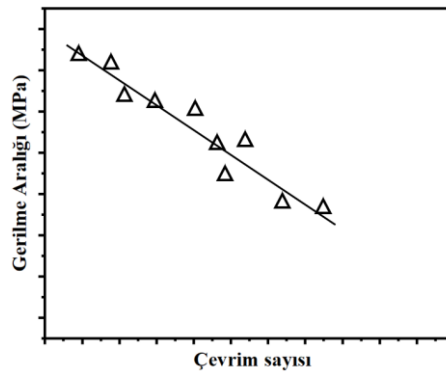
Şekil 2.15: Farklı R değerlerine karşılık gelen yorulma tipleri.

$$R = \frac{\sigma_{min}}{\sigma_{maks}} \quad (2.4)$$

2.6.3. S/N Eğrileri

Yorulma testinde farklı gerilme veya deplasman genliklerinde hasar anına karşılık gelen çevrim sayısı verileri grafiğe aktarılarak S/N grafikleri oluşturulur. S genellikle gerilme veya deplasman genliğini temsil eden dikey eksen olurken N ise çevrim sayısını gösteren yatay eksen olmaktadır. Bu sayede bir makine parçasının veya bir malzemenin farklı genliklerdeki yorulma davranışı hakkında bir fikir edinilebilmektedir [111, 113].

Şekil 2.16'da tipik bir S-N grafiği görülmektedir. S-N grafiğinde de görüldüğü gibi yorulma testlerinde tatbik edilen gerilme genliği azaldıkça malzemenin hasara uğraması da zorlaşacağından malzemenin dayanabileceği maksimum çevrim sayısında artış görülmektedir.



Şekil 2.16: Tipik bir S-N grafiği.

2.7. WEİBULL ANALİZİ

Weibull analizi, güvenilirlik analizlerinde en sık kullanılan istatistiksel yöntemlerden bir tanesidir. Güvenilirlik analizleri ile, bir ürün veya parçada meydana gelebilecek olası arıza ve hasarların önüne geçilmesi hedeflenmektedir. Weibull analizi ile laboratuvar ölçekli test verilerden güvenilirlik analizi yapılabilmektedir [112].

Elyaf takviyeli kompozit malzemeler genellikle anizotropik bir yapıya sahip olduğu için statik ve dinamik test sonuçlarındaki dağılım geniş olabilmektedir. Ayrıca üretimin kalitesi de yorulma testi sonuçlarında farklılıklar oluşturan bir faktördür. Özellikle yorulma testleri sonucu elde edilen verilerin kompozit malzemelerde çok geniş bir dağılım gösterdiği bilinmektedir. Uçak kanatları, rüzgar türbinleri ve yaprak yaylar gibi çalışma sırasında yorulmaya maruz kalan parçalarda sıklıkla kullanıldığı düşünülürse güvenilirlik analizleri kompozit malzemeler için çok büyük önem arz etmektedir. Bu sebeple, kompozit malzemelerin Weibull analizi ile statik ve dinamik karakterizasyonlarının yapılmasına ve çevrimsel yüklemeler sonucu elde edilen yorulma ömürlerinin belirli bir güvenilirlikte elde edilmesine yönelik birçok çalışma bulunmaktadır [117–119].

2.7.1. Weibull Dağılımının Teorisi

Weibull dağılımı iki ve üç parametrelilik olmak üzere iki farklı yöntemle uygulanmaktadır [118]. Uygulanabilirliği kolay olduğu için iki parametrelilik dağılım üç parametrelilik dağılıma göre daha yaygın kullanım alanına sahiptir. İki parametrelilik dağılım kompozit malzemelerin yorulma ömrü analizlerinde sıklıkla kullanılmaktadır. Ayrıca iki parametrelilik dağılımda grafiksel ve denklemsel çözüm yapabilme esnekliği bulunmaktadır. İki parametrelilik dağılımın olasılık yoğunluk fonksiyonu denklem 2.5 ile ifade edilmektedir [117]. Bu denklem iki parametrelilik Weibull dağılım fonksiyonu olarak bilinmektedir.

$$f(x) = \frac{\beta}{\alpha} \left(\frac{x}{\alpha}\right)^{\beta-1} e^{-\left(\frac{x}{\alpha}\right)^{\beta}} \quad \alpha \geq 0, \beta \geq 0 \quad (2.5)$$

bu denklemde α ölçek parametresi veya karakteristik ömür, β şekil parametresi olarak bilinmektedir. Olasılık yoğunluk fonksiyonun integralinin çözümü ile kümülatif yoğunluk fonksiyonu elde edilmektedir (Denklem 2.6).

$$F(x) = 1 - e^{-\left(\frac{x}{\alpha}\right)^{\beta}} \quad (2.6)$$

bu denklemde $F(x)$ hasar uğrama olasılığını, x değişkeni ise yorulma ömrünü istenilen birim cinsinden temsil etmektedir. Weibull dağılımına ait güvenilirlik fonksiyonu ($R(x)$) ise dağılım fonksiyonunun birden çıkarılmasıyla elde edilmektedir (Denklem 2.7)

$$R(x) = e^{-\left(\frac{x}{\alpha}\right)^\beta} \quad (2.7)$$

Birikimli dağılım fonksiyonunun her iki tarafının logaritması alındığında;

$$\ln \left(\ln \left(\frac{1}{1-F(x)} \right) \right) = \beta \ln x - \beta \ln \alpha \quad (2.8)$$

denklemini elde edilir. Denklem 2.8, $Y = \ln(\ln(1/(1-F(x))))$, $X = \ln x$, $m = \beta$ ve $c = -\beta \ln(\alpha)$ olacak şekilde lineer bir denklem şeklinde düzenlenirse denklem 2.9 elde edilir.

$$Y = mX + c \quad (2.9)$$

Aynı zamanda, $c = -\beta \ln(\alpha)$ eşitliğinden α parametresi, denklem 2.10'daki gibi hesaplanır.

$$\alpha = e^{(-c/\beta)} \quad (2.10)$$

olarak ifade edilir. Denklem 2.10'da, $x = \alpha$ olarak kabul edilirse,

$$F(x) = 1 - e^{-(1)^\beta},$$

$$F(x) = 1 - 0.368,$$

$F(x) = 0.632 = \%63.2$ olur. Bu durumda, karakteristik ömrün % 63.2 oranında hasara uğrama olasılığına denk geldiği görülmektedir.

2.7.2. Weibull Dağılımının Uygulanması

Weibull dağılımında güvenilirlik analizi yapabilmek için karakteristik ömür (α), ve şekil parametresi (β) değerlerinin bulunması gerekmektedir. Weibull analizinin uygulanabilmesi için şu aşamalar takip edilmelidir:

- 1) Test sonucunda elde edilen ömür verileri küçükten büyüğe numaralandırılarak arka arkaya sıralanır.

2) Her bir verinin hasar olasılığı Median Rank (MR) formülü denklem 2.11 ile hesaplanır.

$$MR = \frac{i-0.3}{n+0.4} \quad (2.11)$$

Denklem 2.11’de, i hesaplanan verinin sırasını ve n ise toplam numune sayısını temsil etmektedir.

3) Her bir ömür için $\ln(\ln(1/1 - MR))$ değeri hesaplanarak Y eksenindeki veriler elde edilir.

4) Her bir ömür için $\ln(\text{ömür})$ değeri hesaplanarak X eksenindeki veriler elde edilir.

5) X ekseninde $\ln(\text{ömür})$ değerleri Y ekseninde $\ln(\ln(1/1 - MR))$ olacak şekilde grafik çizilir.

6) Çizilen grafikten $Y = mX + c$ denklemi elde edilir. Lineer regresyon uygulanarak β ve c parametreleri bulunur. Denklemin eğiminden $m = \beta$ elde edilir.

7) Karakteristik ömür olan α parametresi denklem 2.10’dan elde edilir.

8) İstenilen güvenilirliğe karşılık gelen ömür değeri bulunur.

3. MALZEME VE YÖNTEM

Tez kapsamında, polimer matris malzemesi olarak Duratek firmasının ürettiği Duratek 1000 kodlu epoksi esaslı laminasyon reçine sistemi kullanılmıştır. Duratek 1000 reçine sistemi, DTE 1000 kodlu reçine ve yavaş kürlenme imkanı tanıyan DTS 1105 kodlu kürlendirici ajan olmak üzere iki komponentten oluşmaktadır. DTE 1000+DTS 1105 sisteminden oluşan reçinenin bazı fiziksel özellikleri Tablo 3.1’de verilmektedir. DTE 1000 ve DTS 1105 komponentleri üretici firmanın tavsiyesi doğrultusunda 1:3 oranında karıştırılarak kullanılmıştır.

Tablo 3.1: Duratek 1000 reçine sisteminin fiziksel özellikleri.

Özellik	DTS 1000 + DTS 1105
Yoğunluk (g/cm ³)	1.1
Viskozite (mPas)	600
Karışım Ömrü (dk)	360

Yaprak yaylarda takviye elemanı olarak olarak 200 gr/m² yoğunluğa ve 0.2 mm kalınlığa sahip cam dokuma elyaflar kullanılmıştır. Takviye malzemesinin dokuma seçilmesinin sebebi üretim kolaylığının yanısıra 0° ve 90° yönlerinde dayanım sağlamasıdır.

Epoksi polimer içerisinde iletkenliğin sağlanabilmesi için karbon esaslı nanopartikül malzemesi olarak karbon nanotüp (KNT), fonksiyonelleştirilmiş karbon nanotüp (KNTF) ve genişletilmiş grafit (EG) kullanılmıştır. Farklı tipteki nanopartiküllerin fiziksel özellikleri Tablo 3.2’de verilmektedir.

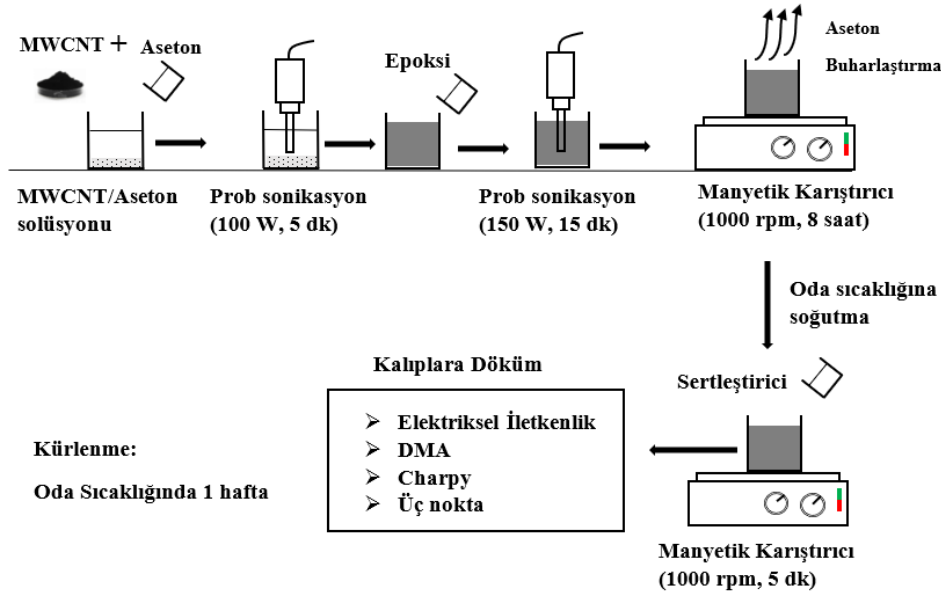
Tablo 3.2: Farklı tip nanopartiküllerin fiziksel özellikleri.

Özellik	EG	KNTF	KNT
Yoğunluk (g/cm ³)	0.19	0.12	0.25
Yüzey alanı (m ² /g)	27	250-300	250-300
Partikül boyutu	-	d: 8-10 nm L: 10-30 µm	d: 8-10 nm L: 10-30 µm

3.1. ULTRASONİKASYON

Şekil 3.1’de ultrasonikasyon yöntemiyle nanopartiküllerin epoksi içerisindeki karıştırma prosedürü şematik olarak gösterilmektedir. Nanopartiküllerin epoksi içerisindeki dağılımı için öncelikle istenilen oranda nanopartikül 30 ml aseton içerisinde katılarak ultrasonik prob yöntemiyle karıştırıldı. Ardından nanopartikül+aseton karışımı içerisinde uygun miktarda epoksi

reçine katılarak ikinci defa ultrasonikasyon uygulanarak karıştırma işlemi gerçekleştirildi. Nanopartiküllerin aseton ve reçine içerisindeki ultrasonikasyonu sırasında karışıma verilen enerji sonucu ısı ve sıcaklık artışı meydana gelmektedir. Aşırı ısınmanın önüne geçebilmek için karıştırma işlemi bir buz banyosunda gerçekleştirildi. Mekanik özelliklerin olumsuz etkilenmemesi için ultrasonikasyon sonrasında karışımın içerisinde bulunan buharlaştırılması gerekmektedir. Asetonun buharlaştırılması amacıyla nanopartikül/epoksi/aseton karışımı manyetik mikserde 100 °C’ de 8 saat süre ile 1000 rpm’de karıştırıldı. Aseton, karışımdan buharlaştırıldıktan sonra karışıma sertleştirici (ağırlıkça 100:35 oranında) katılarak 5 dk süre ile manyetik mikserde karıştırma gerçekleştirildi. Karışım kürlenmeden önce karışımdaki dağılımın mikro ölçekte incelenmesi amacıyla iki cam lamel arasına sıkıştırılan bir damla optik mikroskop numunesi alındı. Son olarak kalıp silikonu malzemesinden üretilen elektriksel iletkenlik, üç nokta eğme ve DMA kalıplarına karışım dökülerek oda sıcaklığında bir hafta süre ile kürlenmeye bırakıldı.



Şekil 3.1: Ultrasonikasyon yöntemiyle nanopartiküllerin epoksi içerisindeki karıştırma prosedürü.

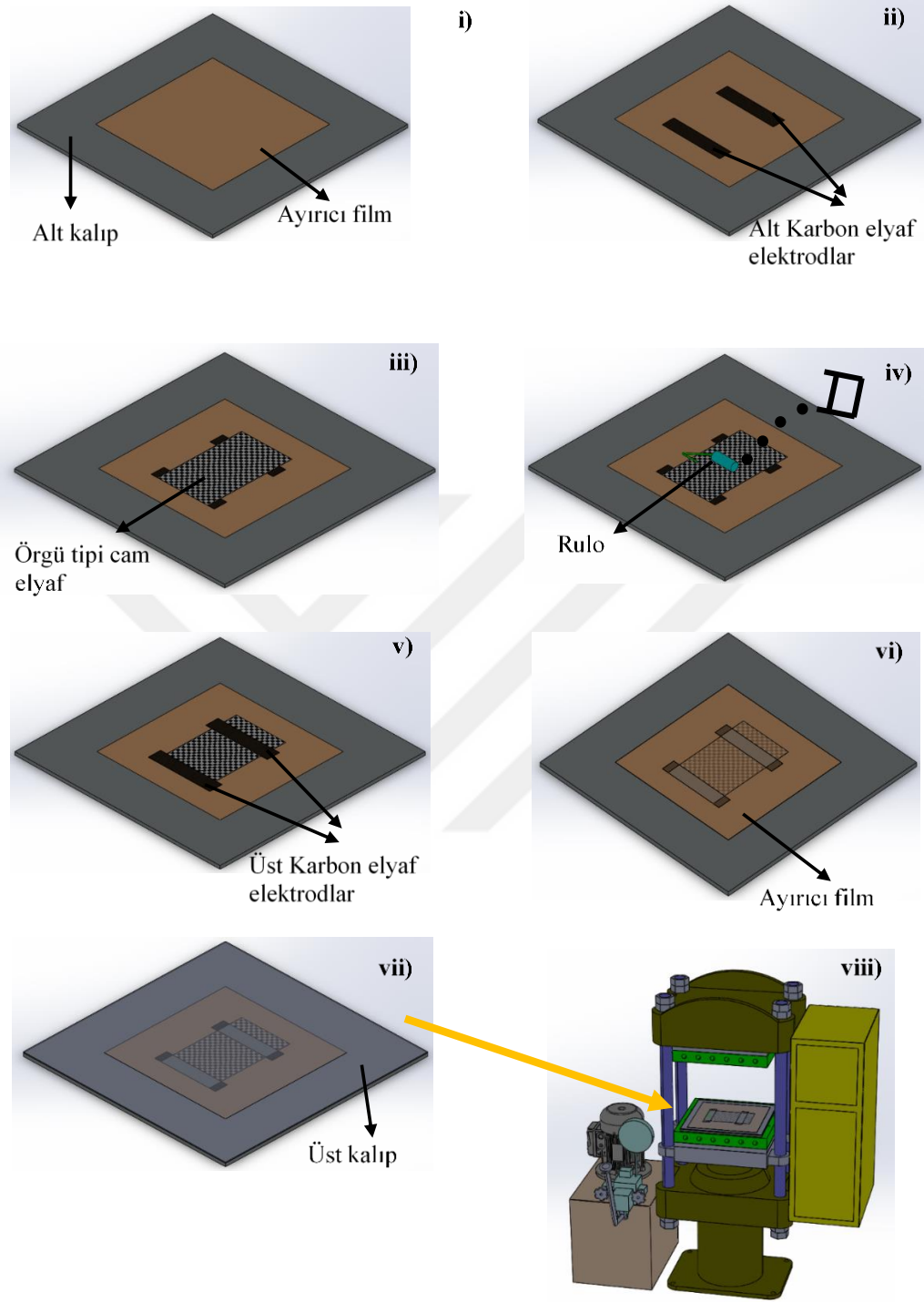
3.2. ELYAF TAKVİYELİ NUMUNELERİN ÜRETİMİ

Yorulma testleri sırasında eş zamanlı direnç ölçümü yapılabilmesi için cam elyaf takviyeli KNT dolgulu epoksi kompozit yaprak yayların rezistif bir davranış göstermesi gerekmektedir. Yaprak yayların rezistif bir davranış gösterebilmeleri için, cam elyaf takviyeli numunelerde

uygun KNT oranının tespit edilmesi ve KNT'lerin yaprak yay kalıbının her bölgesinde elektriksel iletkenliği sağlayacak şekilde dağılması gerekmektedir. Bu sebeple, farklı üretim yöntemlerinin, KNT'lerin plaka boyunca dağılımına etkisini inceleyebilmek için vakum poşetleme (VP), vakum infüzyon (VI) ve presleme (P) yöntemiyle ağırlıkça % 0.2, % 0.4 ve % 0.8 oranlarında KNT dolgulu ve KNT dolgusuz cam elyaf epoksi plakalar üretildi. Her bir plakadan beşer adet kupon numune elde edilerek, KNT'lerin plakalar boyunca dağılım karakterizasyonunu inceleyebilmek için her bir kupon numunenin iletkenlik ölçümü yapıldı.

3.2.1 Presleme (P) Yöntemi

Şekil 3.2'de KNT dolgulu cam elyaf takviyeli epoksi plakaların presleme yöntemiyle üretimi şematik olarak gösterilmektedir: i) Öncelikle alt kalıp vazifesi gören düz bir sacın üzerine ayırıcı film serildi. Ayırıcı filmin görevi reçinenin alt kalıba yapışmasını önlemektir. ii) Plakanın alt yüzeyinde kalacak olan karbon elyaf elektrodlar istenilen konumda yerleştirildi. Karbon elyaflar, kompozit yüzeyi ile ölçüm problemleri arasındaki temas direncini azaltmak amacıyla kullanılmaktadır. iii) Cam elyaflar serildi ve iv) her tabaka elyafların üzerine reçine dökülerek, elyafların bir rulo veya spatula yardımıyla reçine tarafından tamamen ıslatılması sağlandı. Bu işleme elle yatırma yöntemi denmektedir. v) İstenilen sayıda elyaf elle yatırma yardımıyla ıslatıldıktan sonra plakanın üst yüzeyinde karbon elyaf elektrodlar istenilen konumda yerleştirildi. vi) Tabakalama işlemi bittikten sonra ayırıcı film tabakanın en üstüne serildi. Ayırıcı film üst kalıp vazifesi gören düz sacın reçineye yapışmasını engellemektedir. vii) Üst kalıp vazifesi gören düz sac plakanın üzerine kapatıldı ve viii) elyaflar arasında açılmayı engellemek amacıyla kalıp prese yerleştirildi. Presleme yönteminde kompozit plakalar pres altında 1 bar basınç altında 100 °C'de 1 saat, ardından oda sıcaklığında bir hafta kürlenmeye bırakıldı.



Şekil 3.2: KNT dolgulu cam elyaf epoksi plakaların presleme yöntemiyle üretimi.

3.2.2. Vakum Poşetleme (VP) Yöntemi

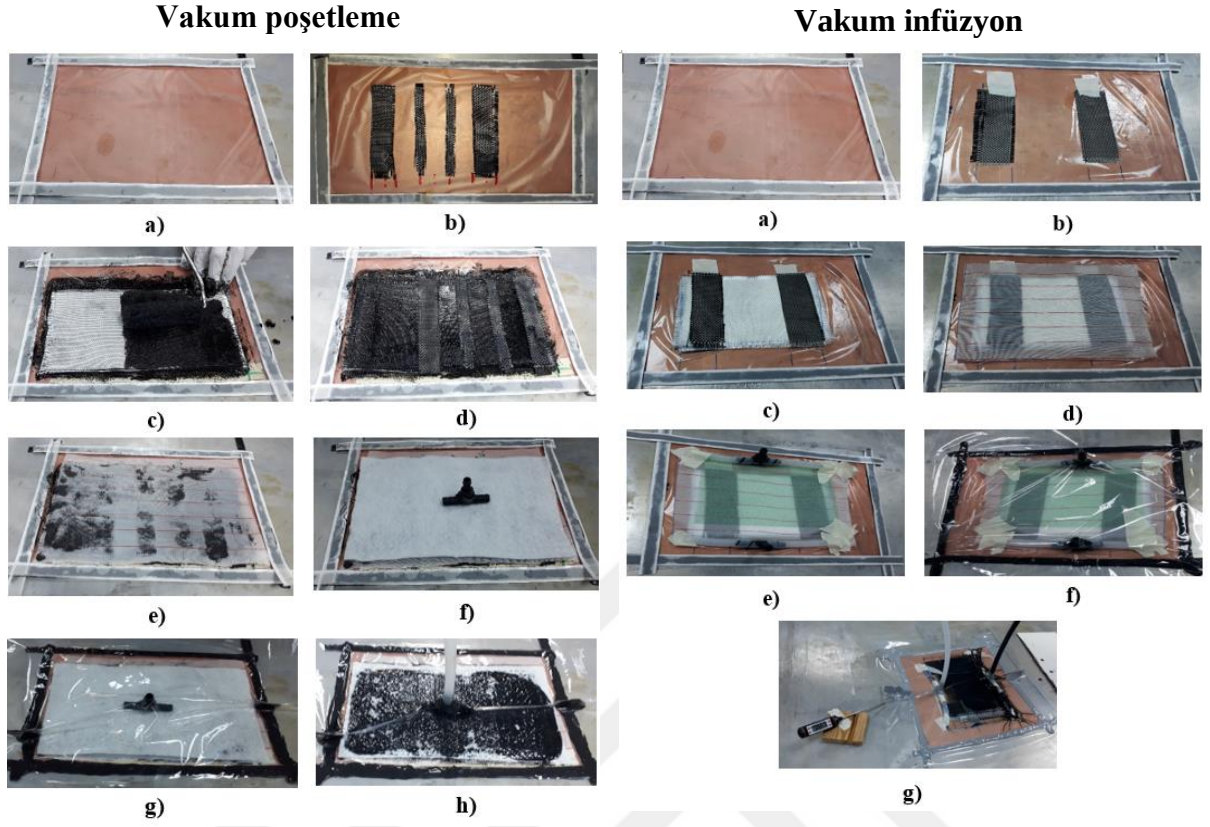
Şekil 3.3’de KNT dolgulu cam elyaf epoksi plakaların vakum poşetleme yöntemiyle üretimi gösterilmektedir. a) Öncelikle kompozit plakaların üretileceği zemin kalıp ayırıcı film ile kaplandı. Ardından ayırıcı filmin kenarları vakum bandı ile kapatıldı. b) Ayırıcı filmin üzerine elektrod görevi görecek olan karbon elyaflar uygun konumlarda serildi. c) 15 kat örgü tipi cam elyafın her katmanda reçinelendirme işlemi gerçekleştirildi. d) Laminasyon işlemi gerçekleştirildikten sonra en üst yüzeydeki cam elyaf karbon elektrodlar serildi. 15 kat reçelendirilmiş cam elyafın üzerine sırasıyla e) soyma kumaşı ve f) vakum battaniyesi serildi. Soyma kumaşının görevi kompozit plakanın kürleştikten sonra kalıptan kolayca çıkmasını sağlamaktır. Vakum battaniyesi ise kalıp içerisindeki reçine fazlasının absorbe edilmesi ve hava akışının sağlanması için kullanılmaktadır. Bazı uygulamalarda soyma kumaşından sonra delikli ayırıcı film serildikten sonra vakum battaniyesi kullanılmaktadır. Bu çalışmada delikli ayırıcı film kullanılmamıştır. g) Vakum çıkış konnektörü tabakaların en üstüne yerleştirildi ve vakum naylonu vakum bandıyla yapıştırılarak vakum çıkış konnektörünün vakum pompasıyla bağlantısı yapıldı. h) Son olarak vakum pompası çalıştırılarak kalıptaki havanın emilimi sağlandı ve pompa durdurularak basınç göstergesinden sızdırmazlık sağlanıldığından emin olundu. Şekil 3.4 de vakum poşetleme yöntemi şematik olarak görülmektedir. Vakum poşetleme yönteminde kompozit plakalar 1 bar basınç altında 100 °C’de 1 saat, ardından oda sıcaklığında bir hafta kürlenmeye bırakıldı.

3.2.3. Vakum İnfüzyon (VI) Yöntemi

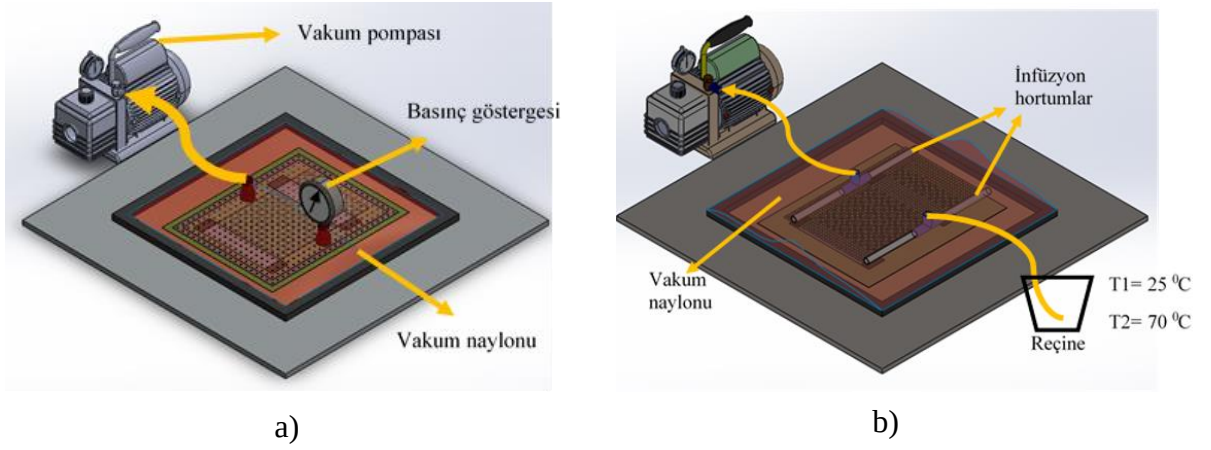
Epoksi reçine içerisindeki nanopartikül dolgu miktarı arttıkça nanopartikül topraklarının boyutunun ve yoğunluğunun polimer içerisinde daha fazla olduğu ve polimer reçinenin viskozitesinin arttığı bilinmektedir. Yüksek viskoziteli KNT dolgulu epoksi reçine, elyafları yavaş ıslatmakta ve bunun sonucunda KNT’ler elyaflar arasındaki boşluklarda birikerek filtrelenmektedir [120]. KNT’lerin akış boyunca filtrelenmesi ise giriş kısmındaki KNT miktarının yüksek, çıkış kısmındaki KNT miktarının düşük olmasına sebep vermektedir. Bu sebeple, KNT dolgulu epoksi reçinenin viskozitesinin plaka boyunca dağılımını inceleyebilmek için vakum infüzyon işlemi iki farklı reçine sıcaklığında (25 °C ve 50 °C) gerçekleştirildi.

Şekil 3.3’de KNT dolgulu cam elyaf epoksi plakaların vakum infüzyon yöntemiyle üretimi gösterilmektedir. a) Öncelikle kompozit plakaların üretileceği zemin kalıp ayırıcı film ile kaplandı. Ardından ayırıcı filmin kenarları vakum bandı ile kapatıldı. b) Ayırıcı filmin üzerine

elektrod görevi görecek olan karbon elyaflar uygun konumlarda yerleştirildi. c) Karbon elyaf elektrodların üzerine 15 kat örgü tipi reçinelendirilmemiş cam elyaf serildi. Cam elyafların üzerine karbon elyaf elektrodlar uygun konumlarda yerleştirildi. d) Cam elyafların üzerine soyma kumaşı serildi. e) Soyma kumaşının üzerine akış filesi, vakum hortumları ve infüzyon giriş ve çıkış konnektörleri yerleştirildi. f) Vakum naylonu, vakum bandı ile yapıştırılarak kompozit plakanın etrafı hava ile teması engellendi. Son olarak infüzyon çıkış konnektörünün vakum pompası ile bağlantısı yapıldı ve reçine giriş kısmındaki vakum hortumu reçine içerisine daldırıldı. Vakum pompası çalıştırılarak kalıptaki hava emildi ve sonrasında pompa durdurularak basınç göstergesinden sızdırmazlık sağlandığından emin olundu. Viskozitenin KNT dağılımına etkisini inceleyebilmek için her bir KNT oranı için KNT dolgulu epoksi reçine karışımının 25 °C ve 50 °C’de infüzyon işlemi gerçekleştirildi Vakum pompası çalıştırıldığında elde edilen vakum sonucu, KNT dolgulu reçine vakum çıkış tarafına doğru akarak cam elyafları reçilendirme işlemi gerçekleştirildi. Bu aşamada akışın hızlı ilerlemesi amacıyla zemin her iki infüzyon sıcaklığı için 50 °C’ye ısıtıldı. Tüm plakanın reçine tarafından ıslandığından emin olduğunda kompozit plaka kürlenmeye bırakıldı. Vakum infüzyon yönteminde kompozit plakalar 1 bar basınç altında 100 °C’de 1 saat, ardından oda sıcaklığında bir hafta kürlenmeye bırakıldı. Şekil 3.4’de vakum poşetleme ve vakum infüzyon yöntemleri şematik olarak görülmektedir.

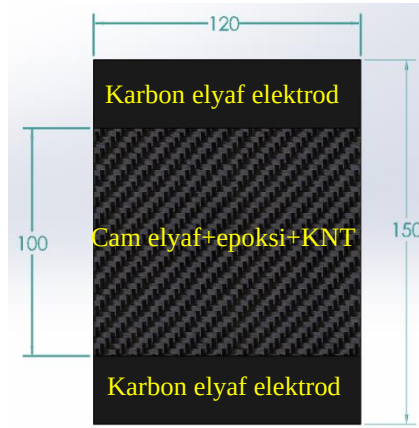


Şekil 3.3: KNT dolgulu cam elyaf epoksi plakaların vakum poşetleme ve vakum infüzyon yöntemiyle üretimi.



Şekil 3.4: a) Vakum poşetleme ve b) vakum infüzyon yöntemlerinin şematik görünümü.

Kürleme sonunda her üç yöntemle elde edilen kompozit plakaların ölçüleri Şekil 3.5’de görülmektedir. Kompozit plakalar istenilen ölçülerde kesilerek elektriksel iletkenlik ve üç nokta eğme testi için numuneler elde edildi.



Şekil 3.5: Kompozit plaka ölçüleri.

3.3. YAPRAK YAYLARIN ÜRETİLMESİ

3.3.1. Yaprak Yay Malzemesinin Mekanik Özelliklerinin Tespiti

Öncelikle üretilecek olan yaprak yayın ve yaya uygun kalıp tasarımının yapılabilmesi için yay malzemesinin kopma mukavemeti (σ) ve elastisite modülü (E) gibi mekanik özelliklerinin tespit edilmesi gerekmektedir. Bu amaçla presleme yöntemiyle KNT dolgusuz ve ağırlıkça % 0.4 KNT dolgulu cam elyaf takviyeli epoksi esaslı kompozit numuneler ASTM D3039 standardına göre üretilerek çekme testine tabi tutuldu. Çekme testi 100 kN kapasiteli Instron 5982 çekme cihazında 1 mm/dak hızında malzemeler tamamen hasara uğrayana kadar gerçekleştirildi. Numunelerdeki gerininin (ε) hassas olarak tespit edilebilmesi için çekme cihazının Bluehill yazılımına entegre edilen çekme cihazı ile uyumlu video extensometre kullanıldı. Cihazın yük hücresinden ise kuvvet verileri Bluehill yazılımına aktararak ham veri olarak alındı. Sonrasında F ve ε verilerinden yararlanılarak malzemelerin kopma anındaki mukavemeti (Denklem 3.1) ve elastik bölgedeki elastisite modülü (Denklem 3.2) elde edildi. Çekme testi sonucu elde edilen mekanik özellikler Tablo 3.3’de özetlenmiştir.

$$\sigma = \frac{F}{A} \quad (3.1)$$

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \quad (3.2)$$

Tablo 3.3: Yaprak yay malzemesinin mekanik özellikleri.

Özellik	
Çekme Dayanımı (MPa)	280
Elastisite modülü (GPa)	20

3.3.2. Yaprak Yay Kalıp Tasarımı

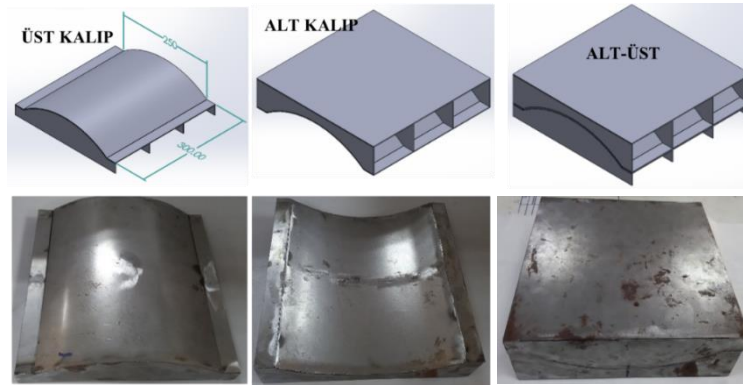
Küçük ölçekli bir yaprak yay üretimi için yaprak yayın dayanabileceği maksimum statik yük (F), yay uzunluğu (l), ve yay genişliği (b) parametreleri tasarım parametreleri olarak belirlendi. Denklem 3.3 kullanılarak yay kalınlığı (t) ve denklem 3.4 kullanılarak maksimum yükte yayda meydana gelecek çökme miktarı (h) tespit edilerek yaprak yay kalıp tasarımı yapıldı. Kalıp üretimi için elde edilen tüm parametreler Tablo 3.4’ de yer almaktadır. Şekil 3.6’de belirlenen parametrelere göre tasarımı yapılan yaprak yay kalıbının bilgisayar destekli tasarım ve imalat sonrası görünümü yer almaktadır.

$$\sigma = \frac{3Fl}{2bt^2} \quad (3.3)$$

$$h = \frac{Fl^3}{4Ebt^3} \quad (3.4)$$

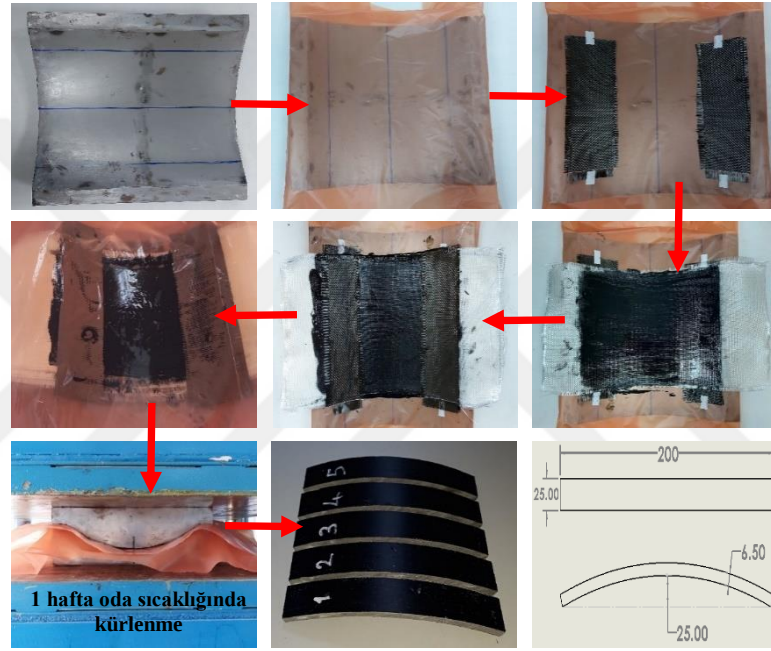
Tablo 3.4: Yaprak yay tasarım parametreleri.

Parametre	
Maksimum Kuvvet (F)	1000 N
Uzunluk (L)	200 mm
Genişlik (b)	25 mm
Kalınlık (t)	6.5 mm
Çökme (h)	25 mm

**Şekil 3.6:** Yaprak yay kalıbın tasarım ve imalat görüntüleri.

3.3.3. Yaprak Yayın Presleme Yöntemiyle Üretilmesi

% 0.4 KNT dolgulu kompozit yaprak yayların presleme yöntemiyle üretimi Şekil 3.7’de görülmektedir. Daha önce presleme yöntemiyle üretilen plakaların üretim aşaması detaylı bir şekilde açıklandığı için bu kısımda tüm aşamaların detaylı açıklaması yapılmamıştır. Yaprak yayın en alt ve en üst kısmına her iki uç bölgeye de eş zamanlı elektrik ölçümü sırasında elektrod olarak kullanılacak karbon elyaflar yerleştirilmiştir. Üretim sonrası kalıptan elde edilen plakalardan beş adet yaprak yay kesilerek elde edilmiştir.



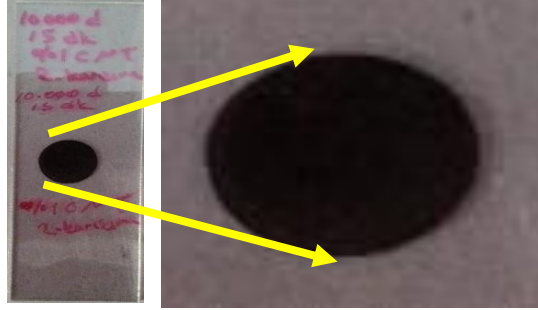
Şekil 3.7: KNT dolgulu kompozit yaprak yayların presleme yöntemiyle üretimi.

3.4. TESTLER

3.4.1. Optik Mikroskop Analizleri

Epoksi içerisinde dolgu malzemesi olarak kullanılan KNT, KNTF ve EG malzemelerinin epoksi içerisindeki dağılımlarını makro ölçekte gözlemleyebilmek amacıyla 10X ve 20X mikroskop görüntüleri alındı. Optik mikroskop görüntüleri Nikon Eclipse cihazı kullanılarak elde edildi. Optik mikroskop görüntüleri karışım sağlandıktan sonra kürleşmeden önce karışımdan alınan bir damlanın iki cam arasına sıkıştırılmasıyla elde edildi (Şekil 3.8). Nanopartikül dolgulu epoksi karışımların optik mikroskop görüntüleri karışım yapıldıktan

hemen sonra çekilemediği için zamana bağlı bir farklılığı engellemek amacıyla karışımların hazırlanmasından 48 saat sonra optik mikroskop görüntüleri elde edildi.



Şekil 3.8: Optik mikroskop numunesi.

3.4.2. Taramalı Elektron Mikroskop Analizi

Ağırlıkça % 0.4 oranında kullanılan farklı tip nanopartiküllerin epoksi içerisindeki dağılımını inceleyebilmek amacıyla taramalı elektron mikroskop (SEM) analizi uygulandı. SEM analizi, epoksi nanokompozitlerin üç nokta eğme sonucu meydana gelen kırılma yüzeyleri incelenerek gerçekleştirildi. Numunelerin kırılma yüzeyleri, iletken hale getirilmesi için 8 nm kalınlığında Altın/Paladyum ile kaplandı.

3.4.3. Elektriksel Özelliklerin Ölçülmesi

KNT'lerin epoksi içerisindeki perkolasyonu elde edilmişse nano kompozitler direnç olarak modellenebilmektedir (Şekil 3.9(a)). Eğer KNT'lerin epoksi içerisindeki perkolasyonu sağlanamamışsa nanopartikül dolgulu epoksi numuneler birbirine paralel bağlı direnç (KNT) ve kapasitör (KNT+epoksi) olarak modellenebilmektedir (Şekil 3.9(b)). Bu durumda nanopartikül dolgulu numunelerin alternatif akım altındaki frekansa (f) bağlı iletkenlik değerleri kompleks bir denklem ile ifade edilmektedir (Denklem (3.5)):

$$\sigma^*(w) = \sigma' + j\sigma'' \quad (3.5)$$

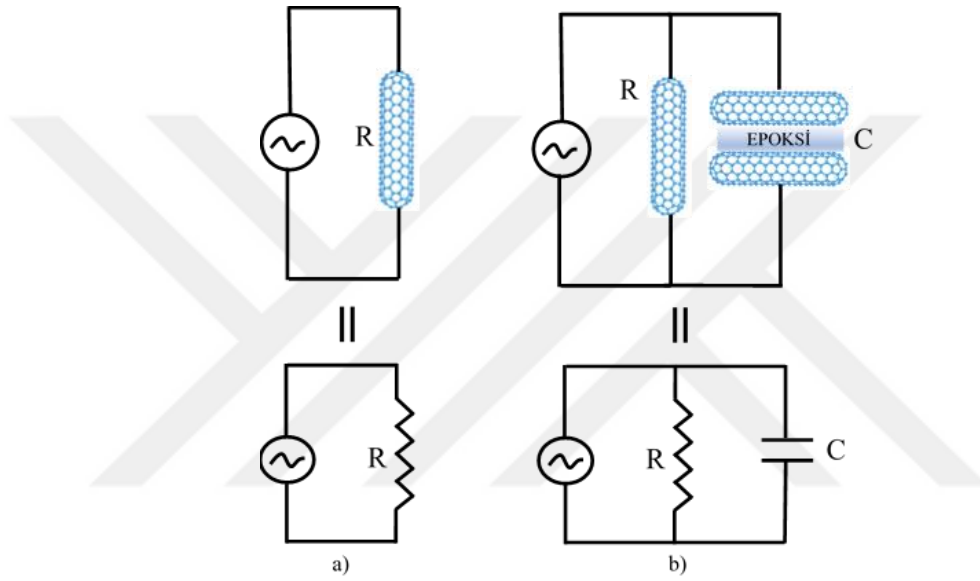
Bu denklemde σ' KNT'lerin iletkenlik değerini σ'' ise kapasitörün iletkenlik değerini vermektedir. KNT'ler direnç olarak modellenebildiği için frekansa bağlı bir iletkenlik söz konusu değilken (Denklem 3.6), kapasitörlerde iletkenlik frekansa bağlı olarak değişebilmektedir (Denklem 3.7). Herhangi bir frekanstaki özgül iletkenlik ise kompleks iletkenliğin mutlak değeri alınıp numune geometrisi ile boyutlandırıldıktan sonra elde

edilmektedir (Denklem 3.8). Kapasitif ve rezistif özellik gösteren malzemelerin frekansa bağılılığı Şekil 2.7’de gösterilmektedir.

$$\sigma' = \frac{1}{R} \quad (3.6)$$

$$\sigma'' = 2\pi fC \quad (3.7)$$

$$\sigma(\omega) = |\sigma^*| \frac{l}{A} = \sqrt{(\sigma')^2 + (\sigma'')^2} \quad (3.8)$$



Şekil 3.9: Nanopartikül dolgulu epoksi malzemelerin elektrik devresi olarak modellenmesi a) perkolasyonun sağlandığı durum (rezistif davranış) ve b) perkolasyonun tam sağlanmadığı durum (kapasitif davranış).

KNT’lerin epoksi içerisinde perkolasyonu sağlandığında KNT dolgulu epoksi nanokompozit rezistif bir davranış sergilemektedir. Ohm Yasasına göre, elektriksel direnç bir iletkenin üzerindeki gerilimin, içerisinde geçen akıma oranıdır. Bu teoriye göre iletkenine uygulanan gerilim E (Volt), ölçülen akım I (Amper) ise direnç (Denklem 3.9);

$$R = \frac{E}{I} \quad (3.9)$$

şeklinde hesaplanır ve birimi Ohm (Ω) ‘dur. İletken bir malzeme R , malzemenin öz direncine (ρ), iletken boyuna (l) ve kesit alanına (A) bağlıdır (Denklem 3.10).

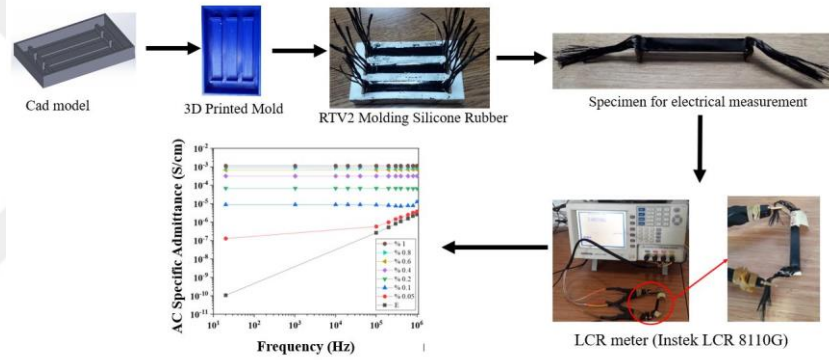
$$R = \frac{\rho l}{A} \quad (3.10)$$

Özdirencin tersi malzemenin öz iletkenliğini verir (Denklem 3.11);

$$\sigma = \frac{1}{\rho} \quad (3.11)$$

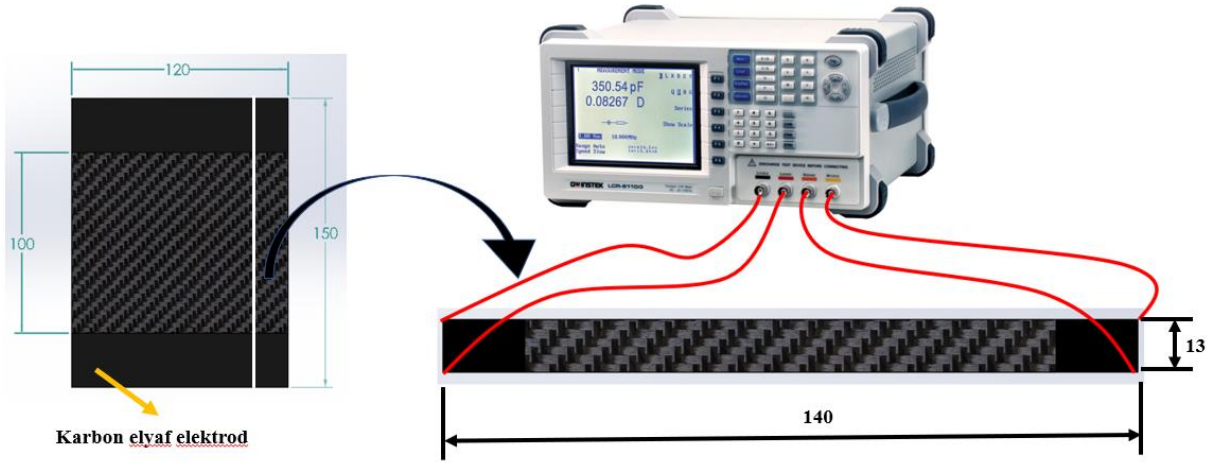
Öz iletkenliğin birimi S/m (Siemens/metre)' dir.

Nanopartikül takviyesinin epoksinin elektriksel özelliklerine etkisini inceleyebilmek amacıyla $70 \times 10 \times 3$ mm ölçülerinde dikdörtgen kesitli numuneler elde edildi. Numunelerin elde edilebilmesi için RTV2 silikonundan kalıplar üretildi. Silikon kalıplar, 3 boyutlu yazıcı tarafından yazdırılan kalıba sıvı haldeki RTV 2 silikonunun dökülmesi ve ardından bu silikonun kürleşmesi sonucu elde edildi (Şekil 3.10). Şekil 3.11'de ise cam elyaf takviyeli KNT dolgulu kompozit numunelerin ölçüleri görülmektedir.



Şekil 3.10: Elektriksel iletkenlik ölçüm numunesinin üretilmesi ve ölçülmesi.

Nanopartikül takviyesinin elyafı ve elyafsız numunelerin elektriksel özelliklerine olan etkisini inceleyebilmek için her bir numunenin alternatif akım altında 2 V gerilim uygulanarak 20 Hz - 10^6 Hz frekans aralığında iletkenliğinin frekansa bağlılığı ölçüldü. Aynı zamanda her bir numunenin 20 Hz'deki iletkenlik ve direnç değerleri kaydedildi. Numunelerin elektriksel özelliklerinin ölçümü Instek LCR 8110G marka LCR metre cihazı kullanılarak dört nokta prob yöntemiyle yapıldı. Elektriksel direnç ölçümünde, doğru bir ölçüm yapabilmek için epoksi içerisinde dağıtılan nanopartiküller ile elektrot arasındaki temas direncinin minimum olması beklenmektedir. Bu amaçla elektrot malzemesi olarak elyafsız numunelerin her iki uç kısmına yerleştirilen karbon elyaf iplikler ve elyafı numunelerin her iki uç kısmına yerleştirilen karbon elyaf kumaşlar kullanıldı. Elektriksel iletkenlik ölçümü için her bir malzeme tipinden 3 adet numune üretildi.



Şekil 3.11: Elektriksel iletkenlik ölçüm numunesinin ölçüleri ve iletkenlik ölçümü.

3.4.3.1. Nanopartikül tipinin elektriksel özelliklere etkisi

Cam elyaf takviyeli kompozit yaprak yaylarda hasar miktarının elektriksel direnç ölçümü yöntemiyle hassas bir şekilde izlenebilmesi için kompozit yaprak yayların elektriksel iletkenliklerinin yüksek olması gerekmektedir. Polimer nano-kompozit malzemelerin elektriksel iletkenlikleri dolgu malzemesi olarak kullanılan nanopartiküllerin elektriksel iletkenliklerine, uzunluk/çap oranlarına [82] ve polimer içerisindeki dağılım seviyesine bağlıdır [73]. Farklı nanopartikül malzemelerinin epoksinin iletkenliğine etkisini inceleyebilmek amacıyla, saf karbonnanotüp (KNT), yüzeyi hidroksil (-COOH) grubu ile fonksiyonelleştirilmiş karbon nanotüp (KNTF) ve genişletilmiş grafit plaka (EG) malzemeleri epoksi içerisinde dolgu malzemesi olarak kullanıldı. KNT, KNTF ve EG nano malzemelerinin yüzey alanları Tablo 3.2’de verilmektedir. Nanopartiküller, ağırlıkça % 0.4 oranında epoksi ile ultrasonik prob da Şekil 3.1 de şematik olarak gösterilen yöntemle dağıtıldıktan sonra iletkenlik ölçümü için üretilen kalıplara döküldü. Daha sonra her bir karışımdan 3 adet numunenin DC elektrik direnci ve frekansa bağlı AC iletkenlik ölçüldü.

3.4.3.2. KNT oranının elektriksel özelliklere etkisi

Polimer matris içerisinde KNT miktarı arttıkça, polimer matrisin elektriksel iletkenliği artmaktadır. Ancak KNT miktarının fazla olması epoksi içerisindeki topaklanmaları arttıracak ve dolayısıyla polimerin mekanik özelliklerini zayıflatacak için matris içerisinde iletkenliğin sağlandığı minimum KNT oranının tespit edilmesi önemlidir. Bu orana perkolasyon eşik değeri denmektedir. Bu amaçla öncelikle perkolasyon eşik değerinin tespitine yönelik bir çalışma yapıldı. Ağırlıkça %0.05, %0.1, %0.2, %0.4, %0.6, %0.8 ve %1 oranlarında KNT içeren epoksi

nanokompozitler üretildi. Her bir malzeme tipinden üç adet numunenin elektriksel özellikleri ölçüldü.

3.4.3.3. Ultrasonikasyon süresinin elektriksel özelliklere etkisi

Nanopartiküllerin polimerler içerisindeki dağılımları ve dolayısıyla da elektriksel özellikleri ultrasonikasyon süresinden etkilenebilmektedir. KNT'ler için uzun süreli karıştırma, dağılımın daha iyi seviyede olmasını sağlarken aynı zamanda KNT'lerin boylarında kırılmalara yol açarak uzunluk/çap oranlarının azalmasına dolayısıyla da elektriksel ve mekanik özelliklerin olumsuz etkilenmesine yol açabilmektedir. Ultrasonikasyon süresinin KNT dolgulu epoksinin elektrik iletkenliğine etkisini inceleyebilmek amacıyla ağırlıkça %0.2 KNT dolgulu epoksi numuneleri Tablo 3.5' de verilen yöntemler kullanılarak üretildi. Birinci prosedürde kısa süreli ultrasonikasyon için numuneler 02-KNT-K olarak isimlendirilirken ikinci prosedürdeki uzun süreli ultrasonikasyon için numuneler 02-KNT-U olarak isimlendirildi.

Tablo 3.5: Ağırlıkça %0.2 oranındaki KNT'lerin epoksi ve aseton içerisindeki ultrasonikasyon süreleri.

Prosedür	Kod	Aseton+KNT		Aseton+KNT+epoksi	
		Güç (W)	Süre (min)	Güç (W)	Süre (min)
1	0.2-KNT-K	150	5	150	15
2	0.2-KNT-U	150	30	150	30

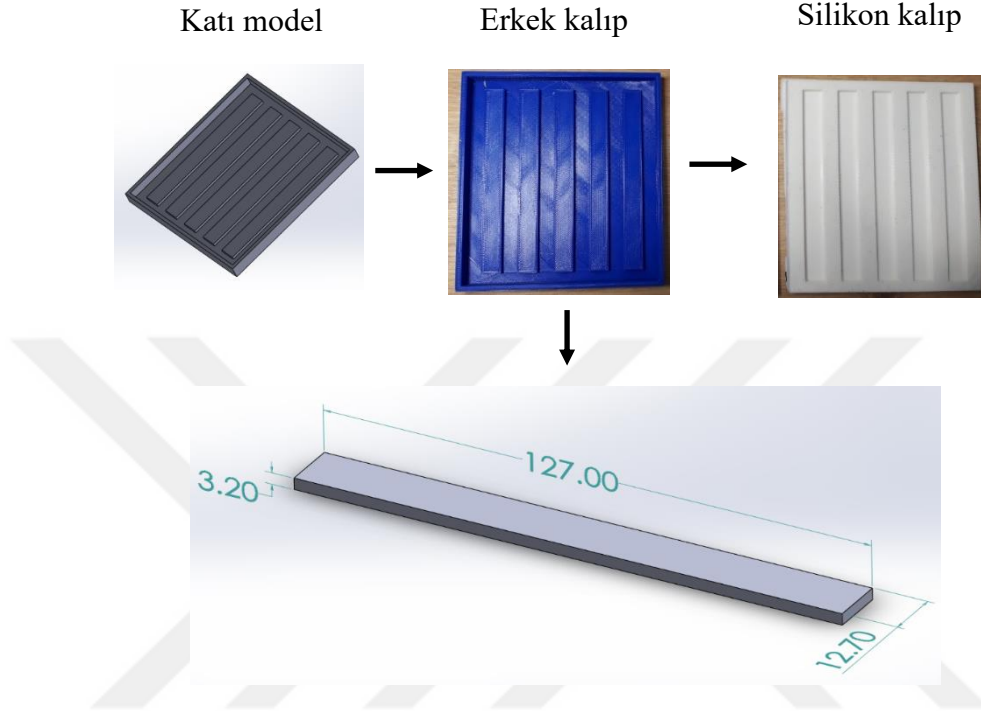
3.4.4. Bilgisayar Tomografi (CT) Analizi

Polimer bir malzeme içerisine nanopartikül ilave edildiğinde polimerin yoğunluğu nanopartikül miktarı arttıkça artmaktadır. Yoğunluk aynı zamanda ilave edilen nanopartikülün yüzey alanı ile de ilgilidir. Malzemenin yüzey alanı ne kadar yüksekse karışımın yoğunluğu da o oranda artmaktadır. Epoksi içerisindeki nanopartikül ilavesi de epoksinin yoğunluğunu arttırmakta ve kürlenme aşamasında karışım içerisindeki hava kabarcıklarının giderilmesi zorlaşmaktadır. Hava kabarcıklarını gözlemleyebilmek amacıyla aynı orandaki KNT, KNTF ve EG dolgulu epoksi numunelerinin ve farklı oranlara sahip KNT dolgulu epoksi numunelerinin bilgisayarlı tomografi (CT) yöntemiyle iç yapısındaki boşluklar tespit edildi.

3.4.5. Üç Nokta Eğme Testleri

Nanopartikül takviyesinin epoksinin eğilme dayanımına ve modülüne etkisini inceleyebilmek amacıyla RTV2 silikonundan ASTM D790 standardına uygun 127x12.7x3.2 mm ölçülerinde

dikdörtgen kesitli numuneler elde edebilmek amacıyla kalıplar üretildi. Silikon kalıplar, üç boyutlu yazıcı tarafından yazdırılan kalıba sıvı haldeki RTV 2 silikonunun dökülmesi ve ardından bu silikonun kürleşmesi sonucu elde edildi (Şekil 3.12).



Şekil 3.12: ASTM D790 standartına göre üç nokta eğme testi için numune üretimi.

Üç nokta eğme testi 100 kN kapasiteli çekme cihazında (Instron 5982) 1 mm/dk hızında L/t oranı elyafsız ve elyafli numuneler için sırasıyla 20 ve 30 olacak şekilde ve yükün numunenin tam ortasından tatbik edilmesi ile gerçekleştirildi (Şekil 3.13). Üç nokta eğme testi her bir malzeme için 5 kere tekrarlandı. Yük ve yer değiştirme verileri Bluehill yazılımı aracılığıyla bilgisayara aktarıldı. Elde edilen ham veriler analiz edilerek numunelerin eğilme dayanımı, eğilme gerinimi ve eğilme modülü sırasıyla denklem 3.12, 3.13 ve 3.14'a göre hesaplanarak elde edildi.

$$\sigma_f = \frac{3FL}{2bt^2} \quad (3.12)$$

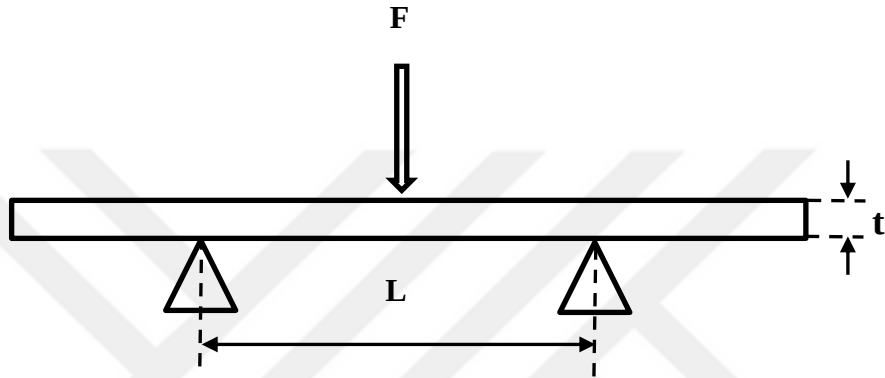
$$\varepsilon_f = \frac{6ht}{L^2} \quad (3.13)$$

$$E_f = \frac{\sigma_{f2} - \sigma_{f1}}{\varepsilon_{f2} - \varepsilon_{f1}} \quad (3.14)$$

Bu denklemlerde; σ_f eğilme dayanımını, ε_f eğilme gerinimini, F uygulanan yükü, L destek noktaları arasındaki uzaklığı, b numune genişliğini, t numune kalınlığını, h yer değiştirme miktarını, E eğilme modülünü temsil etmektedir. Ayrıca

$\sigma_{f1} = \%0.1$ genlemeye (ε_{f1}) karşılık gelen gerilme,

$\sigma_{f2} = \%0.3$ genlemeye (ε_{f2}) karşılık gelen gerilme, olarak yer almaktadır.



Şekil 3.13: Üç nokta eğme testinin şematik olarak görünümü.

3.4.6. Dinamik Mekanik Analiz

Polimer malzemeler, hem elastik hem de viskoz malzemelerin mekanik karakteristiklerinin bir arada bulunduğu viskoelastik malzemelerdir. İdeal elastik bir malzeme, uygulanan yük sonucunda şekil değiştirmektedir; ancak yük kalktıktan sonra tekrar eski haline geri dönmektedir. Elastik malzemelerde şekil değiştirme sonucu oluşan enerji, elastik şekil değiştirme enerjisi olarak malzeme içerisinde depolanır. Yük kaldırıldığında ise bu enerji geri verilerek malzeme eski haline geri döner. Viskoz malzemelerde ise malzeme üzerine uygulanan dış etkiler ortadan kalktığında, oluşan şekil değişimleri olduğu gibi kalkmaktadır. Dinamik mekanik analizi (DMA) termoplastik, termoset ve elastomer gibi plastik esaslı malzemelerin viskoelastik özelliklerini ölçmek amacıyla kullanılan bir yöntemdir. DMA analizi ile viskoelastik davranış sergileyen polimer malzemelerin elastiklik dereceleri hakkında bilgi edinilebilmektedir. DMA yönteminde, numuneye farklı sıcaklık aralıklarında ve kuvvet frekanslarında eğilme, basma ve çekme gibi deformasyon modlarından birinde kuvvet uygulanmaktadır. Böylece malzemelerin farklı sıcaklık ve frekanslardaki sönümleme özellikleri, enerji depolama ve kayıp modülleri, camsı geçiş sıcaklıkları ve farklı faz geçişleri hakkında bilgi elde edilebilmektedir.

DMA yönteminde, malzemeye sinüzoidal gerilme veya gerinim uygulanmakta ve bunun sonucunda malzemenin karakteristiğine göre numunede gerinim veya gerilme elde edilmektedir. İdeal elastik bir katıya sinüzoidal gerinim uygulandığını düşünelim. Bu durumda gerinimin zamana bağlı değişimi $\varepsilon(t)$, denklem 3.15 ile ifade edilmektedir. Bu denklemde ε_0 başlangıçtaki gerinim miktarını verirken, w açısal frekansı (denklem 3.16) ve t ise zamanı temsil etmektedir.

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 \cdot \sin(wt) \quad (3.15)$$

$$w = 2\pi f \quad (3.16)$$

Denklem 3.16'da f frekansı temsil etmektedir. Bu durumda malzemedeki gerilme, Hooke yasasına göre ifade edilirse denklem 3.17 elde edilir.

$$\sigma(t) = E \cdot \varepsilon(t) = E \cdot \varepsilon_0 \cdot \sin(wt) = \sigma_0 \cdot \sin(wt) \quad (3.17)$$

Denklemlerden görüldüğü gibi gerinim ve gerilme ideal bir elastik katı için aynı fazda yer almaktadır (Şekil 3.14 (a)).

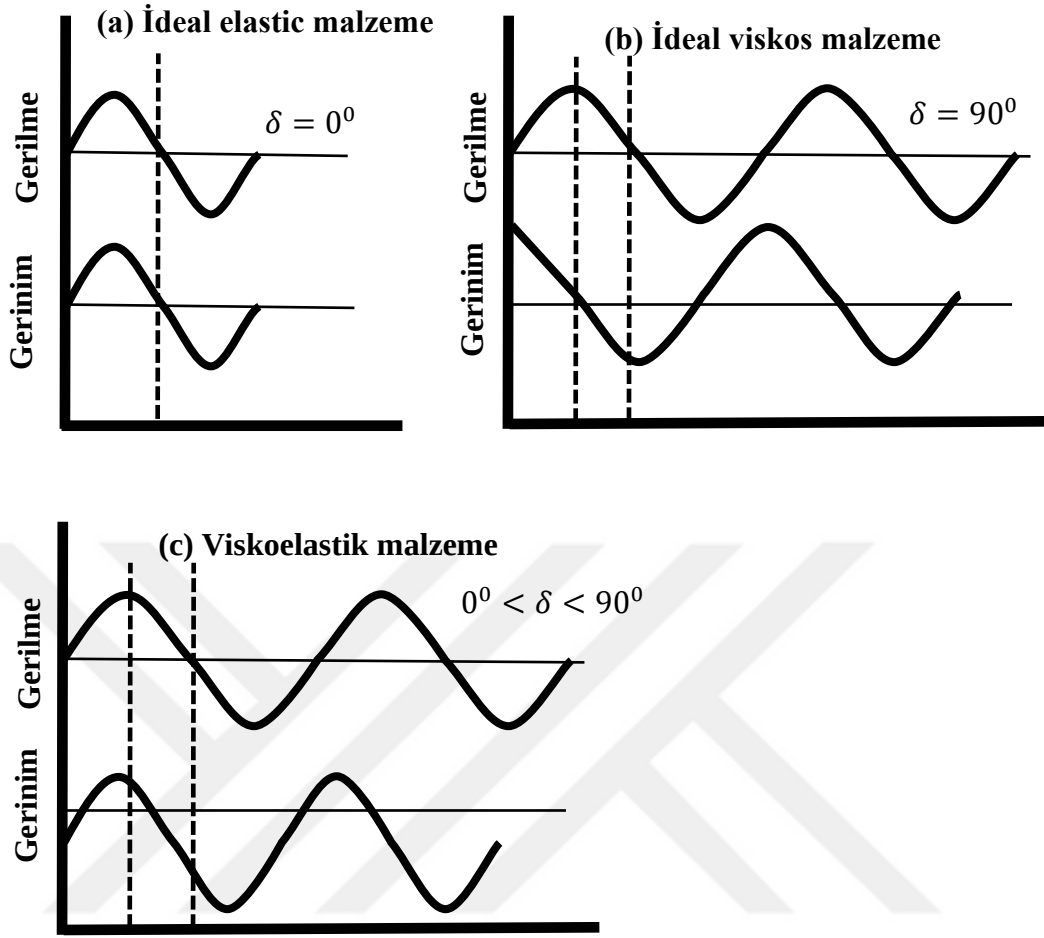
Bir diğer yandan ideal bir sıvıya sinüzoidal kayma gerinimi uygulandığını düşünelim. Bu durumda gerinimin zamana bağlı değişimi denklem 3.18 ile ifade edilmektedir.

$$\gamma(t) = \gamma_0 \cdot \sin(wt) \quad (3.18)$$

Bu durumda kayma gerilmesi gerinim hızı ile doğru orantılı olarak değiştiği için ideal sıvının gerilmesi denklem 3.19 ile ifade edilmektedir.

$$\tau(t) = \eta \cdot \gamma_0 \cdot w \cdot \sin\left(wt + \frac{\pi}{2}\right) \quad (3.19)$$

Denklemlerden görüldüğü gibi kayma gerilmesi ve gerinimi arasında 90° 'lik bir faz açısı bulunmaktadır (Şekil 3.14(b)). Viskoelastik bir malzeme ise ideal elastik katı ve ideal sıvı arasında bir özelliğe sahip olduğu için gerilme ve gerinim arasındaki faz açısı 0° - 90° arasında bulunmaktadır (Şekil 3.14(c)).



Şekil 3.14: DMA testinde ideal elastik katı, ideal sıvı ve viskoelastik malzemeler için elde edilen sinüzoidal gerilme ve gerinim arasındaki faz açıları.

Dinamik mekanik analizinde veriler genellikle kompleks modül (E^*) olarak raporlanmaktadır. Kompleks modül, sinüzoidal gerilmenin ($\sigma(t)$) ge ($\varepsilon(t)$) oranlanması ile elde edilmektedir (Denklem 3.20):

$$E^* = \frac{\sigma(t)}{\varepsilon(t)} = \frac{\sigma_0 \cdot e^{i(\omega t + \delta)}}{\varepsilon_0 \cdot e^{i(\omega t)}} = \left(\frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} \right) e^{i\delta} = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} (\cos(\delta) + i \sin(\delta)) \quad (3.20)$$

Kompleks modül denkleminde gerçek terim yükleme modülünü (E') temsil ederken sanal terim kayıp modülünü (E'') temsil etmektedir:

$$E^* = E' + iE'' \quad (3.21)$$

$$E' = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} \cos(\delta) \quad (3.22)$$

$$E'' = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} \sin(\delta) \quad (3.23)$$

Kayıp modülün (E'') yükleme modülüne (E') oranı ise kayıp oranı ($\tan(\delta)$) olarak bilinmektedir ve denklem 3.24

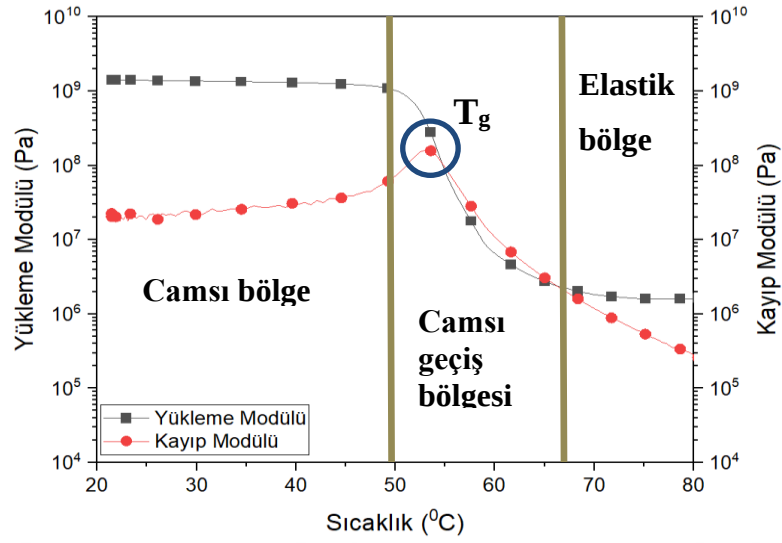
$$\frac{E''}{E'} = \frac{\sin(\delta)}{\cos(\delta)} = \tan(\delta) \quad (3.24)$$

ile ifade edilmektedir. Bu denklemlerde E' malzemenin elastik karakteri hakkında bilgi verirken E'' malzemenin viskoz karakteri hakkında bilgi vermektedir.

İdeal bir elastik katı için faz açısı sıfıra eşit olacağı için E'' sıfıra eşit olacaktır ve E' ise malzemenin Young's modülüne eşit olacaktır. İdeal bir sıvı için ise E' sıfır olacaktır ve E'' malzemenin viskozitesine bağlı olarak değişecektir. Bu durumda kayıp oranı arttıkça malzemenin viskoz özelliği artmakta, kayıp oranı azaldıkça malzemenin elastik özelliği artmaktadır.

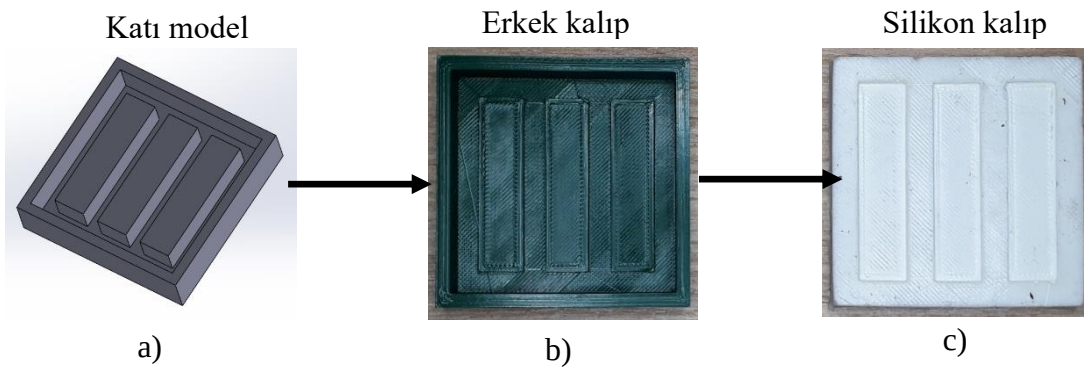
Şekil 3.15'de termoset bir polimer malzeme için tipik bir DMA grafiği görülmektedir. Grafikte E' ve E'' değerlerinin sıcaklığa bağlı değişimleri görülmektedir. Camı bölgede E' eğrisi yaklaşık 50 °C'ye kadar sabit kalmaktadır. Bu bölgedeki sıcaklık, polimer zincirlerini harekete geçiremediği için malzeme uygulanan kuvvete karşı yüksek direnç göstermekte ve E' sıcaklıktan hemen hemen bağımsız olmaktadır. Ancak 50 °C'den sonra artan sıcaklıkla birlikte E' değerinde bir düşüş gerçekleşmektedir. Bu sıcaklık literatürde camı geçiş sıcaklığı (T_g) olarak bilinmektedir. Camı geçiş sıcaklığının üzerindeki sıcaklıklardaki E' değerindeki düşüşün sebebi, polimer zincirlerinin rahat hareket edebilmesiyle birlikte malzemede oluşan yumuşama ve bunun sonucunda da uygulanan kuvvete karşı gösterilen düşük dirençtir.

Kayıp modül (E'') ise malzemeye uygulanan kuvvet sonucu oluşan enerjinin ısı enerjisi olarak kaybedilen kısmının bir göstergesi olarak bilinmektedir. E'' değerinde camı bölgede önemli bir değişiklik görülmez iken camı geçiş sıcaklığında maksimum seviyesine ulaşmaktadır. Bunun sebebi camı geçiş bölgesinde moleküller arası sürtünmede ve enerji kaybında bir artış görülmektedir. Sıcaklık camı geçiş sıcaklığının üzerine çıktığında ise sürtünme azalmakta ve E'' değerinde düşüş gerçekleşmektedir.

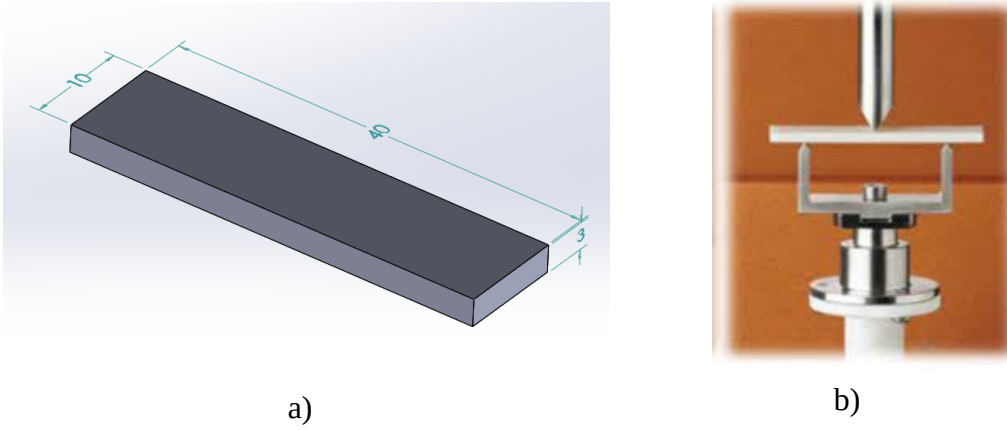


Şekil 3.15: Termoset bir polimer için DMA analizi sonucu elde edilen yüklem ve kayıp modülü eğrileri.

Tez kapsamında, nanopartikül takviyesinin epoksinin viskoelastik mekanik özelliklerine etkisini inceleyebilmek için 40x10x1.5 mm ölçülerinde numuneler üretildi. Numune üretimi için RTV2 silikonundan silikon kalıplar üretildi (Şekil 3.16). Silikon kalıbın elde edilebilmesi için öncelikle bir CAD programında numune ölçülerine uygun kalıp tasarımı yapıldı. Tasarımı yapılan kalıp üç boyutlu yazıcıda yazdırıldı. Silikon kalıplar, üç boyutlu yazıcı tarafından yazdırılan kalıba sıvı haldeki RTV 2 silikonunun dökülmesi ve ardından bu silikonun kürleşmesi sonucu elde edildi. Şekil 3.17’de DMA numunesinin ölçüleri ve deney düzeneği görülmektedir.



Şekil 3.16: DMA testi için kalıp üretimi.

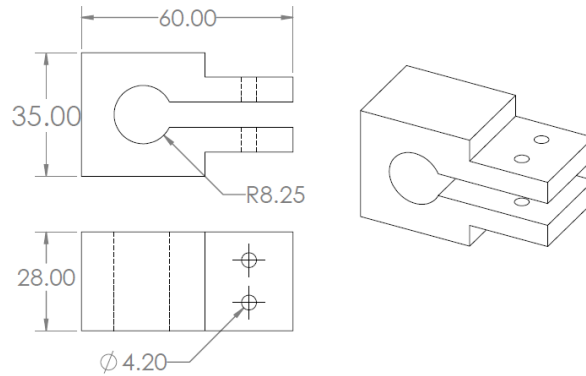


Şekil 3.17: DMA numunesinin ölçüleri ve b) DMA test düzeneği.

Bu çalışmada, saf epoksi ve nanopartikül dolgulu numunelerin viskoelastik özellikleri DMA cihazında (Exstar 6100 SII Nanotechnology), eğilme modunda, 1 Hz frekansta, -150°C 'den 200°C 'ye kadar $2^{\circ}\text{C}/\text{dak.}$ ısıtma hızıyla gerçekleştirilmiştir.

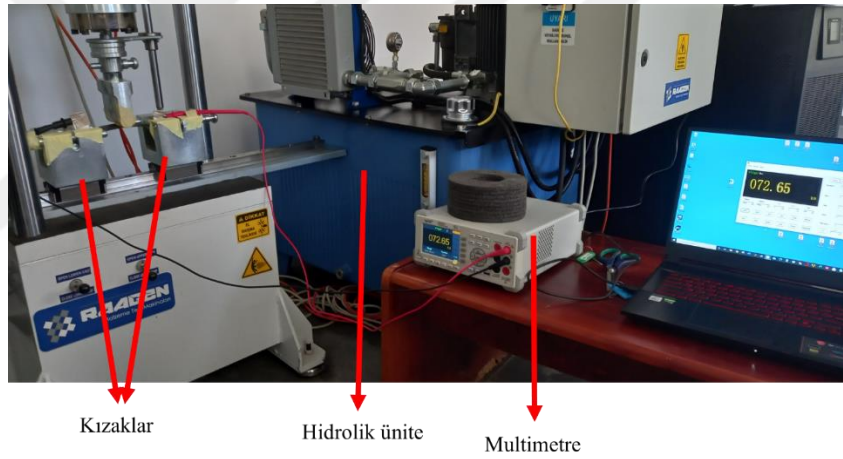
3.5. YAPRAK YAYLARIN TEST DÜZENEGİ

Yaprak yayların statik ve yorulma testleri 5kN kapasiteli hidrolik olarak çalışan yorulma test cihazı ile gerçekleştirildi. Yaprak yayların statik ve yorulma testleri sırasında uç noktalarından serbest olarak hareket edebilmesi amacıyla yay uçlarına uygun geometride burçlar tasarlanarak üç boyutlu yazıcıda yazdırıldı (Şekil 3.18). Bu sayede yaprak yayın uç kısımları, burçlardaki gözlere takılan pimler aracılığıyla test sırasında sağa ve sola hareket eden kızaklara bağlı olmakta ve serbestçe hareket edebilmektedir.

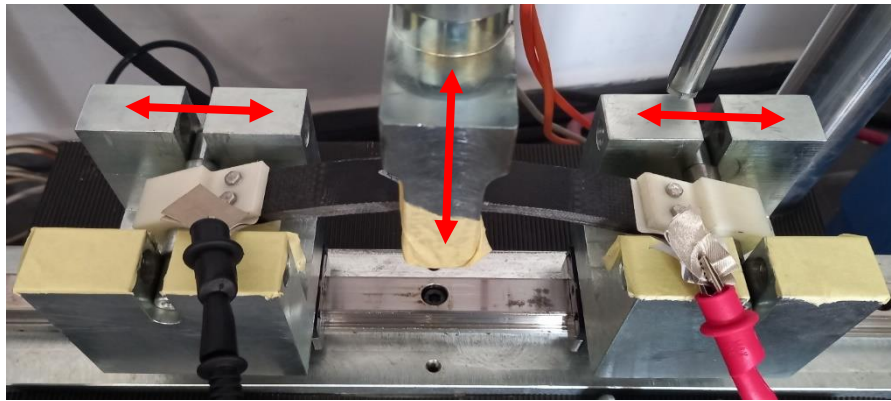


Şekil 3.18: Yaprak yayların uçlarında kullanılan burçların ölçüleri.

Şekil 3.19’da, yaprak yayların statik ve yorulma testleri sırasında uygulanan test düzeneğinin genel görüntüsü yer almaktadır. Test sırasında cihaz tarafından yayın tam ortasına tatbik edilen kuvvet sonucu yay çökmekte ve uç kısımlarında bağlı olduğu kızaklar sayesinde sağa ve sola doğru serbest olarak hareket edebilmektedir (Şekil 3.20). Eş zamanlı direnç ölçümü sırasında temas direncinin en aza indirilmesi için karbon elyaflar ile gözler arasına iletkenliği yüksek gümüş esaslı bantlar yerleştirilmiştir. Test sırasında, test düzeneğinin ve yorulma cihazının metal parçaları ile ölçüm yapılan kablolar arasında meydana gelebilecek olası bir temas ölçümde hata oluşturabileceği için metal aksamlar kağıt bir bant ile izole edilmiştir. Uygulanan kuvvet ve çökme miktarı ham veri olarak yorulma cihazının yazılımına (DOLI) aktarılmaktadır. Testler sırasında eş zamanlı elektriksel direnç ölçümü 10 Hz kapasite ile veri alabilen X marka multimetre cihazı ile yapılmıştır. Multimetre cihazının DMMEasyControl yazılımı aracılığıyla elde edilen direnç ham verileri bir bilgisayara aktarılmıştır.



Şekil 3.19: Yaprak yayların statik ve yorulma testleri ve eş zamanlı direnç ölçümü test düzeneği.

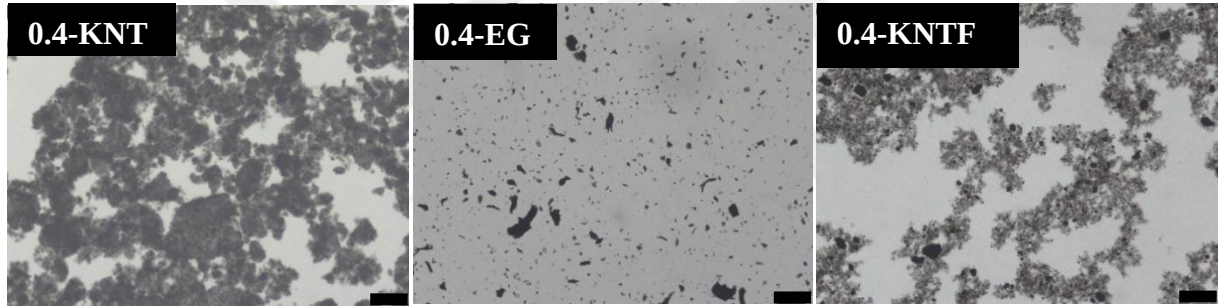


Şekil 3.20: Yaprak yay uçlarının kızaklara sabitlenmesi.

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1. OPTİK MİKROSKOP GÖRÜNTÜLERİ

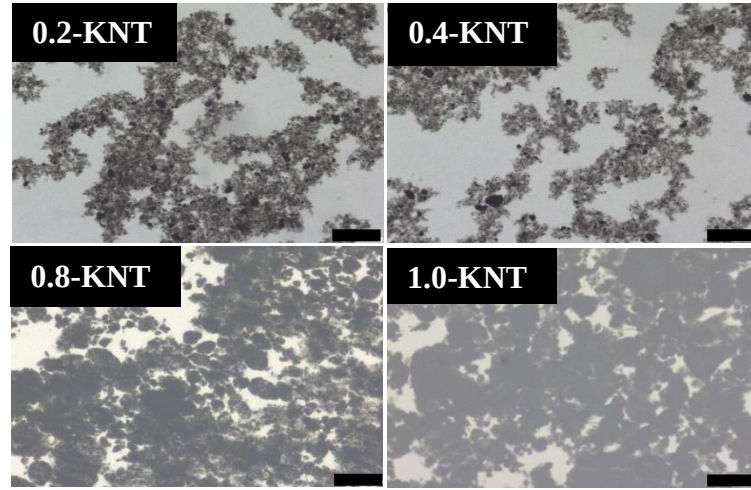
Şekil 4.1’de, ağırlıkça %0,4 oranında KNT, KNTF ve EG dolgulu epoksinin 10X büyütme optik mikroskop görüntüleri yer almaktadır. Optik mikroskop görüntüleri incelendiğinde KNT ve KNTF’lerin epoksi içerisinde ağsı bir yapı oluşturacak şekilde dağıldığı görülmektedir. Ancak KNTF’lerin epoksi içerisinde KNT’lerden daha iyi bir dağılıma sahip olduğu görülmektedir. Bunun sebebi, hidroksil grupları sayesinde KNT’ler ile epoksinin uyumlu hale gelmesi ve ultrasonikasyon sonucunda birbirlerinden daha kolay ayrılarak boyut olarak daha küçük toplara ayrılmasıdır [121]. Ayrıca EG nano plakalarının epoksi içerisinde ağsı bir yapı oluşturmadan dağıldığı görülmektedir. Bunun sebebi EG nano plakalarının yüzey alanlarının KNT’lere göre daha düşük olmasıdır.



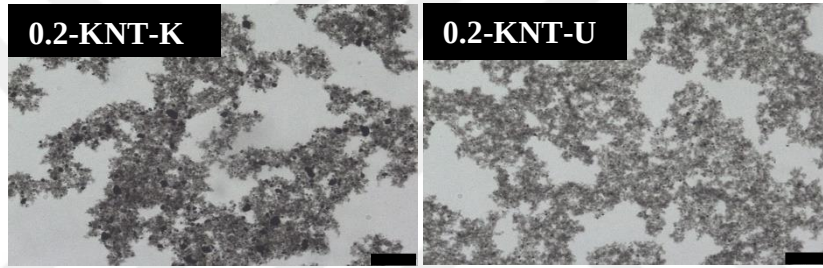
Şekil 4.1: Ağırlıkça %0.4 oranında KNT, KNTF ve EG dolgulu epoksinin 10X büyütme optik mikroskop görüntüleri. Ölçek çubuğu: 32 μm .

Şekil 4.2’de, farklı oranlardaki KNT’lerin epoksi içerisinde dağılım seviyelerinin 20X büyütme optik mikroskop görüntüleri yer almaktadır. Optik mikroskop görüntülerinden KNT miktarı arttıkça beklenildiği gibi topaklanma miktarında ve perkolasyon seviyesinde artış olduğu gözlemlenmektedir.

Şekil 4.3’de, farklı ultrasonikasyon sürelerinde karıştırılan KNT’lerin epoksi içerisindeki dağılım seviyelerinin optik mikroskop görüntüleri yer almaktadır. Ultrasonikasyon süresinin dağılıma etkisini inceleyebilmek için KNT’ler sadece % 0.2 oranında kullanılmıştır. Kısa süreli karışımdaki KNT topaklarının uzun süreli karışımdaki KNT topaklarına göre daha büyük olduğu görülmektedir. Ultrasonikasyon süresinin artması KNT’lerin epoksi içerisindeki dağılımını iyileştirmektedir.



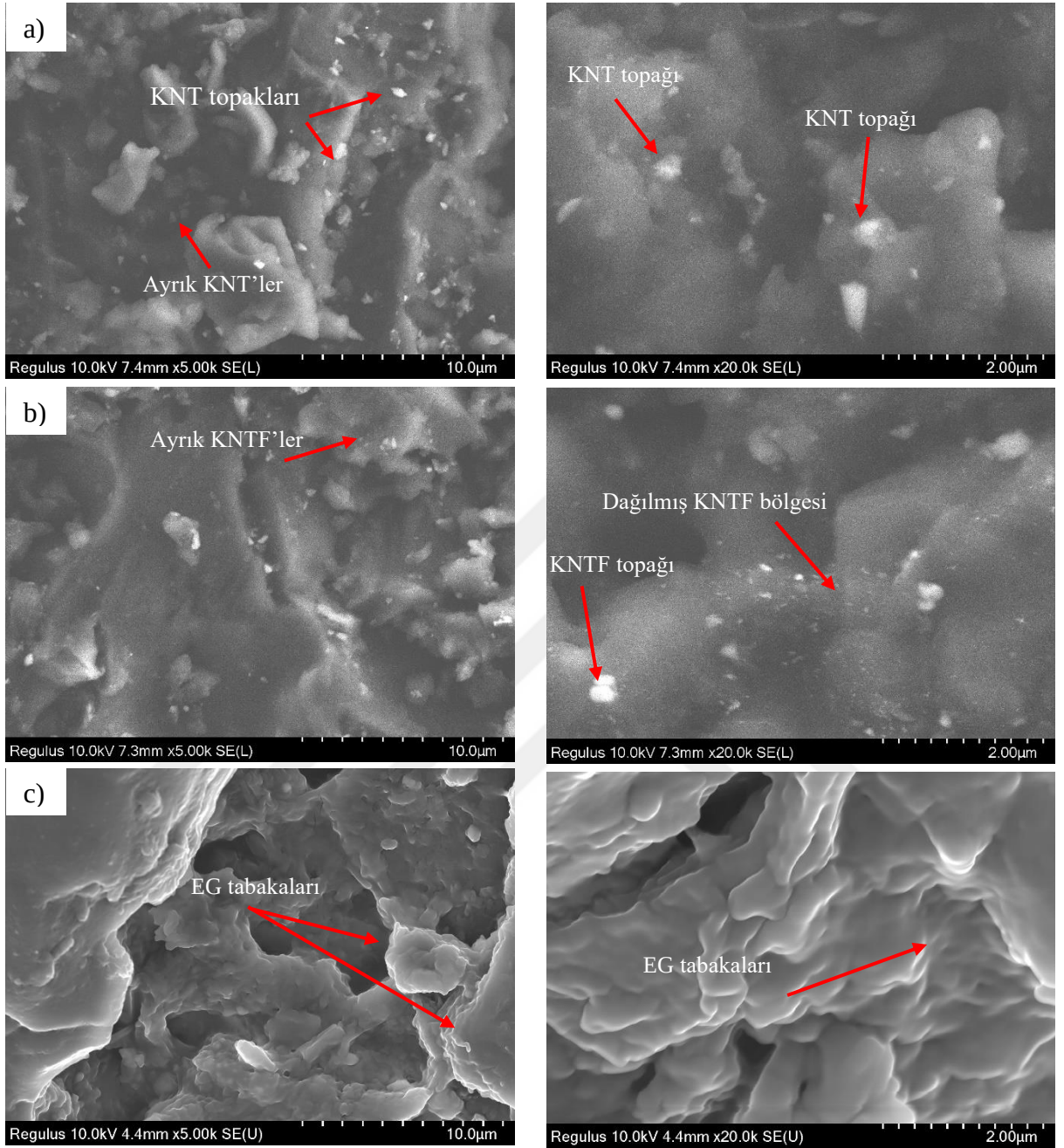
Şekil 4.2: Ağırlıkça a) %0.1 KNT, b) %0.4 KNT, c) %0.8 KNT ve d) %1 KNT içeren E/KNT karışımının 10X büyütmeli optik mikroskop görüntüleri. Ölçek çubuğu: 64 μ m.



Şekil 4.3: Farklı ultrasonikasyon sürelerinde karıştırılan KNT'lerin epoksi içerisindeki dağılım seviyelerinin optik mikroskop görüntüleri. Ölçek çubuğu: 64 μ m.

4.2 SEM ANALİZLERİ

Şekil 4.4' de ağırlıkça % 0.4 oranında KNT, KNTF ve EG dolgulu epoksi nanokompozitlerin üç nokta eğme testi sonucu kırılma yüzeylerinin FE-SEM görüntüleri karşılaştırmalı olarak yer almaktadır. Görüntülerde beyaz bölgeler karbon nanotüpleri ve karbon nanotüp topaklarını göstermektedir. Kırılma yüzeylerinin pürüzlü yapıda olması, nanopartiküllerin takviye edici özelliğini göstermektedir. Nanopartiküller, matris çatlaklarının hızlı bir şekilde ilerlemesini engelleyerek gevrek kırılmaya imkan vermemektedir. Eğilme altındaki mekanik test sonuçları incelediğinde de saf epoksinin gerinim değerlerinin, nanopartikül dolgulu epoksi kompozitlerin gerinim değerlerinden çok daha düşük seviyede çıktığı görülmektedir. KNT ve KNTF'ler epoksi içerisinde hem topak formunda hem de ayrıık olarak dağılmış olarak bulunmaktadır. Ancak -COOH ile fonksiyonelleştirilmiş KNTF'lerin, KNT'lere göre nispeten daha iyi bir dağılım seviyesine ve daha küçük topak boyutlarına sahip olduğu görülmektedir.



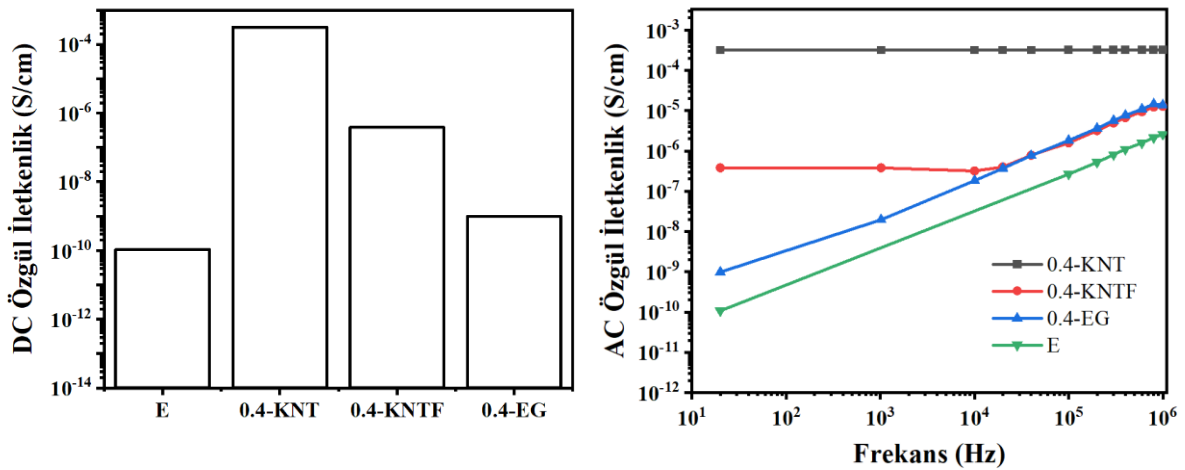
Şekil 4.4: Ağırlıkça % 0.4 oranında a) KNT, b) KNTF ve c) EG dolgulu epoksi nanokompozitlerin kırılma yüzeylerinin FE-SEM görüntüleri. Büyütme ölçekleri: (Sol, 5000x), (Sağ 20000X).

Bir diğer yandan, EG nanopartikülleri ile karbon nanotüpler arasındaki geometrik farklılık morfolojik olarak görülmektedir. Şöyle ki, EG'ler iki boyutlu istiflenmiş grafit tabakaları olarak epoksi içerisinde dağılmış olarak bulunurken, karbon nanotüplerin bir boyutlu olarak dağıldığı görülmektedir. EG ve karbon nanotüpler arasındaki bu geometrik farklılık, EG'lerin yüzey alanlarının daha düşük, karbon nanotüplerin yüzey alanlarının ise daha yüksek olmasına yol

açmaktadır. Daha yüksek yüzey alanına sahip karbon nanotüpler ise elektriksel iletkenlik için EG'lere nazaran daha kolay ağısı bir yapı oluşturabilmektedir.

4.3. ELEKTRİKSEL ÖZELLİKLER

Şekil 4.5 (a) ve (b)'de, ağırlıkça %0,4 oranında KNT, KNTF ve EG ile modifiye edilmiş epoksinin sırasıyla 20 Hz frekanstaki iletkenlik değerleri ve farklı frekanslardaki iletkenlik değerleri görülmektedir. KNT dolgulu epoksinin iletkenlik değeri, KNTF dolgulu epoksinin iletkenlik değerinden yaklaşık olarak 10^3 kat daha yüksek çıkarken, EG dolgulu epoksinin iletkenlik değerinden yaklaşık olarak 10^6 kat daha yüksek çıkmıştır. Tablo 4.1' de, üç farklı malzemenin 20 Hz frekanstaki iletkenlik değerleri verilmiştir. İletkenliğin en yüksek çıktığı KNT dolgulu epoksi rezistif bir özellik göstererek frekanstan bağımsız bir davranış sergilemektedir. KNTF dolgulu epoksi ise düşük frekanslarda rezistif bir özellik gösterirken yüksek frekanslarda kapasitif bir davranış sergilemektedir. EG dolgulu epoksi ise tüm frekanslarda tamamen kapasitif bir özellik göstermektedir.



Şekil 4.5: Ağırlıkça % 0.4 oranında KNT, KNTF ve EG dolgulu epoksinin 20 Hz'deki iletkenlik değerleri ve farklı frekanslardaki AC iletkenlik değerleri.

Tablo 4.1: Ağırlıkça %0,4 oranında KNT, KNTF ve EG dolgulu epoksi kompozitlerin 20 Hz'deki iletkenlik değerleri.

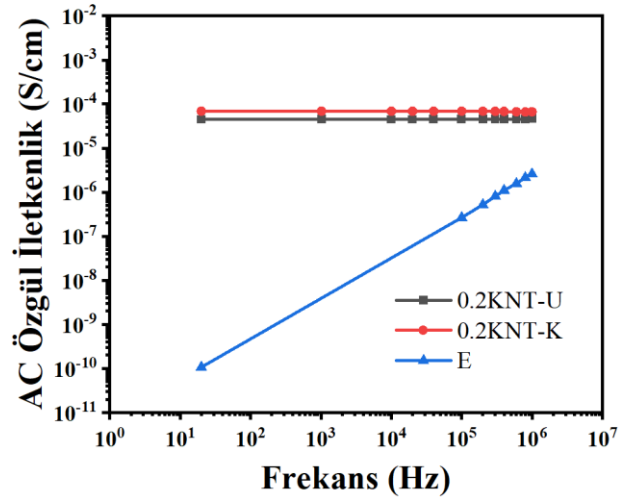
Özellik	0.4-KNT	0.4-KNTF	0.4EG
Elektriksel İletkenlik (S/cm)	3.1×10^{-4}	3.8×10^{-7}	9.7×10^{-10}

KNTF'ler epoksi içerisinde daha iyi bir dağılım göstermesine rağmen KNT dolgulu epoksi numuneleri KNTF dolgulu epoksi numunelerinden daha yüksek iletkenliğe sahiptir. Bunun sebebi epoksi ile uyumun sonucu elde edilen iyi dağılım, KNTF'ler etrafında yalıtkan polimer tabakası oluşturmakta ve bu tabakalar reçine içerisinde iletken ağısı yapının oluşmasını engellemektedir. Sonuç olarak da perkolasyon elde edilememekte ve malzemenin iletkenliği frekansa bağlı bir davranış sergilemektedir [122]. Optik mikroskop görüntüleri incelendiğinde, EG nanopartiküllerinin epoksi içerisinde ağısı bir yapı oluşturmada dağıldığı görülmektedir. EG nanopartiküllerinin yüzey alanlarının KNTF ve KNT'lere göre daha düşük olması, epoksi içerisinde iletken ağısı yapı oluşumunu ve dolayısıyla da perkolasyonun meydana gelmesini zorlaştırmaktadır. Perkolasyonun oluşmamasına bağlı olarak da EG dolgulu epoksi numunelerinde kapasitif bir özellik görülmektedir.

Tablo 4.2'de ağırlıkça %0,2 oranında KNT dolgulu epoksi numunelerinin farklı ultrasonikasyon sürelerindeki iletkenlik değerleri verilmiştir. Şekil 4.6'de ağırlıkça %0,2 oranında KNT dolgulu epoksi numunelerinin farklı ultrasonikasyon sürelerindeki iletkenlik değerlerinin frekansa bağlılığı görülmektedir. Kısa süreli karıştırma sonucu elde edilen elektriksel iletkenliğin, uzun süreli karışım sonucu elde edilen iletkenlikten az da olsa daha yüksek çıkmıştır. Bunun sebebi, uzun süreli ultrasonikasyon sonucu KNT boyutlarında azalma olduğu için perkolasyonun az da olsa azalması olabilir [53].

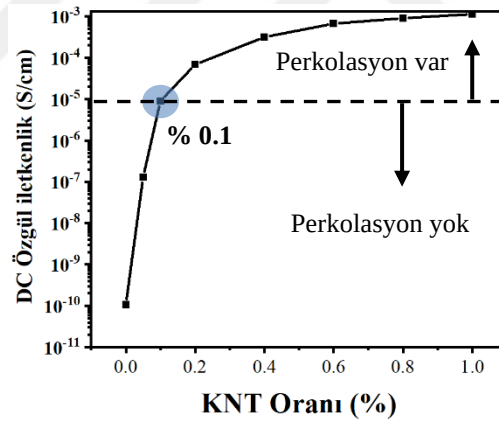
Tablo 4.2: Ağırlıkça %0,2 oranında KNT, dolgulu epoksi numunelerinin farklı ultrasonikasyon sürelerindeki iletkenlik değerleri.

Yöntem	Numune Kodu	Elektriksel İletkenlik (S/cm)
Kısa Süreli	0.2-KNT-K	6.9×10^{-5}
Uzun Süreli	0.2-KNT-U	4.5×10^{-5}



Şekil 4.6: Ağırlıkça %0.2 oranında KNT dolgulu E/KNT epoksi numunelerinin farklı ultrasonikasyon sürelerindeki iletkenlik değerlerinin frekansa bağlılığı.

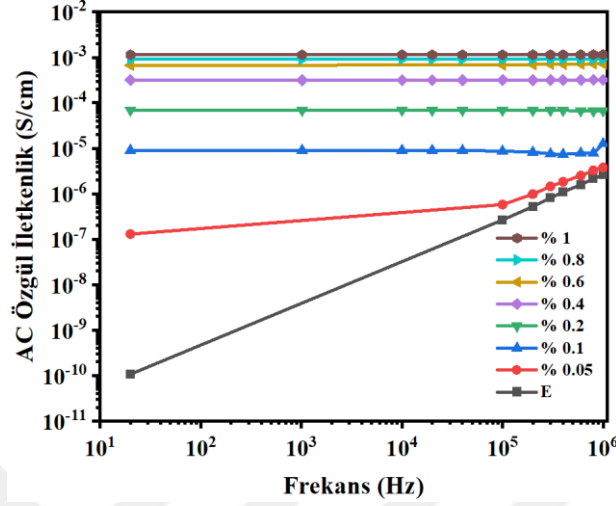
Şekil 4.7’de, KNT oranının epoksinin iletkenliğine etkisi görülmektedir. Şekil 4.8’de ise farklı oranlardaki epoksi nano kompozitlerin elektriksel iletkenliklerinin frekansa bağlılığı görülmektedir.



Şekil 4.7: Farklı KNT oranlarındaki epoksi kompozitlerin 20 Hz’deki iletkenlik değerleri.

Numunelerin AC iletkenlikleri incelendiğinde %0.05 KNT oranında, iletkenlikte frekansa bağlılık görülmektedir. %0.05 oranında, KNT’ler epoksi içerisinde perkolasyona ulaşamadıkları için kapasitif bir davranış sergilemektedir. Bununla birlikte, frekansa bağlılığın kaybolduğu ilk oranın %0.1 olduğu görülmektedir. Bir başka ifadeyle, %0.1 oranında, KNT’ler epoksi içerisinde perkolasyona uğrayarak iletken bir yapı oluşturabilecek düzeydedir. %0.1 oranının üzerinde, KNT oranı arttıkça iletkenlik değerlerindeki artış hızı azalmaktadır. İletkenlikteki artış hızının azalması %0.2 den sonra daha belirgin hale gelmekte ve %0.4

oranından sonra ise neredeyse sabit olmaktadır (Şekil 4.7). Tablo 4.3 de, farklı oranlardaki KNT ye sahip epoksi numunelerin iletkenlik değerleri verilmektedir.



Şekil 4.8: Farklı oranlardaki KNT dolgulu epoksinin öz iletkenlik değerinin frekansa bağıllığı.

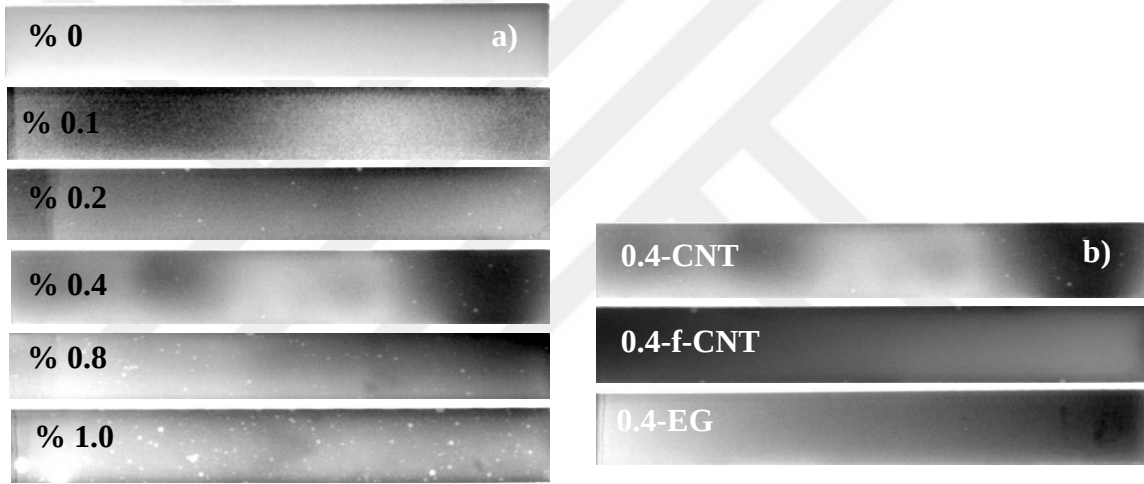
Tablo 4.3: Farklı KNT oranlarındaki epoksi numunelerinin 20 Hz'deki elektriksel iletkenlikleri.

KNT Oranı (%)	Elektriksel İletkenlik (S/cm)
0	1.0×10^{-10}
0.05	1.3×10^{-7}
0.1	9.3×10^{-6}
0.2	6.9×10^{-5}
0.4	3.2×10^{-4}
0.6	6.7×10^{-4}
0.8	9.1×10^{-4}
1.0	1.0×10^{-3}

4.4. CT GÖRÜNTÜLERİ

Şekil 4.9(a)'da, farklı oranlara sahip KNT dolgulu üç nokta eğme numunelerinin (3P) görüntüleri yer almaktadır. KNT oranı arttıkça epoksi içerisindeki boşluk miktarının arttığı görülmektedir. KNT miktarına bağlı olarak epoksinin viskozitesinin artması, karışım sırasında ve kalıba döküm sırasında oluşan hava kabarcıklarının malzeme içerisinde atmosfere çıkmasını zorlaştırarak boşluk miktarının artmasına sebep olmaktadır.

Şekil 4.9(b)'de, ağırlıkça % 0.4 oranında KNT, KNTF ve EG dolgulu epoksiden üretilen üç nokta eğme numunelerinin CT görüntüleri karşılaştırılmıştır. KNTF dolgulu epoksi içerisindeki boşluk miktarının KNT dolgulu epoksi içerisindeki boşluk miktarından fazla olduğu görülmektedir. KNTF'lerin yüzeylerinin hidroksil-(COOH) grubuyla fonksiyonelleştirilmesi sonucu karbon nanotüpler epoksi ile uyumlu hale gelmektedir. Böylece karbon nanotüpler ile epoksi arayüzünde daha iyi bir bağlanma gerçekleşmekte ve daha küçük topaklar elde edilerek, daha iyi bir karbon nanotüp dağılımı elde edilmektedir. [123]. Genişletilmiş grafit (EG) dolgulu epoksi numunelerinde boşluk oluşumu gözlemlenmemektedir. EG'lerin yüzey alanlarının KNT'lere nispeten daha düşük olması epoksinin viskozitesini karbon nanotüpler kadar arttırmamakta ve sonuç olarak boşluk oluşumu gerçekleşmemektedir.



Şekil 4.9: a) Farklı oranlarda KNT dolgulu ve b) ağırlıkça % 0.4 oranında KNT, KNTF ve EG dolgulu epoksi kompozit numunelerin CT görüntüleri.

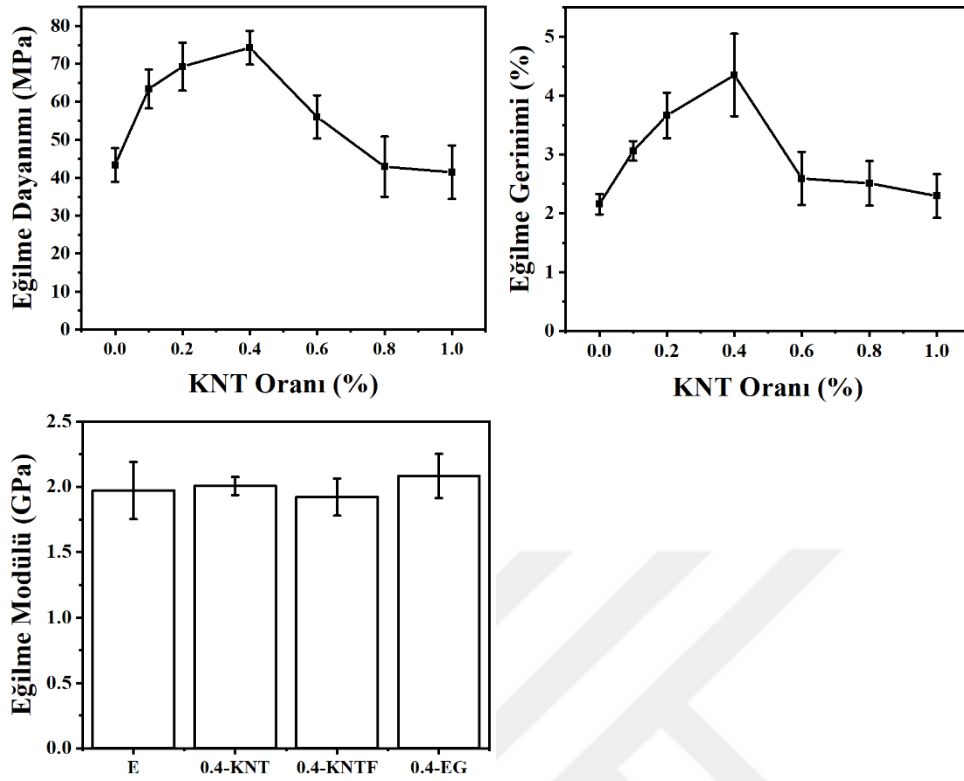
4.5 ÜÇ NOKTA EĞME TEST SONUÇLARI

Şekil 4.10'da, KNT oranının epoksinin eğilme dayanımına, gerinimine ve modülüne etkisi görülmektedir. Ağırlıkça %0.4 KNT oranına kadar, KNT oranı arttıkça epoksinin eğilme dayanımı da artmaktadır. %0.4 den daha fazla kullanılan oranlarda, KNT oranı arttıkça eğilme dayanımındaki artış azalma eğilimine girmekte, % 1'de ise hemen hemen hiç artış görülmemektedir. Bu durum %0.4 KNT oranına kadar, KNT'lerin epoksi içerisinde takviye elemanı olarak davrandığını göstermektedir [124]. Ancak KNT oranı arttıkça, epoksinin viskozitesi artmakta ve döküm sırasında ortaya çıkan hava kabarcıklarının atmosfere çıkması zorlaşmaktadır [125]. Böylece hava kabarcıkları malzeme içerisine hapsolarak malzeme

içerisinde boşluk oluşturmaktadır (Şekil 4.9). Malzeme içerisine oluşan boşluklar ise KNT'lerin takviye edici özelliğini azaltmaktadır. Sonuç olarak da ağırlıkça % 0.6 – 1 arasındaki KNT oranında KNT oranı artışı ile orantılı bir artış görülmemektedir. Gerinim miktarında da benzer trend görülmektedir. %0.4 KNT oranına kadar artış gösteren gerinim miktarı, %0.4 den sonraki KNT oranlarında azalma eğilimine girmekte ve % 1 oranında gerinim miktarı saf epoksininki ile hemen hemen aynı olmaktadır. Yüksek oranlardaki KNT dolgularında gerinimlerin düşük olmasının sebebi, malzeme içerisindeki boşluk miktarlarının fazla olmasıdır. %0.4'e kadar KNT oranının epoksinin eğilme modülüne önemli bir etkisinin olmadığı görülmektedir. %0.6 KNT oranında eğilme modülünde %14.21 artış gerçekleşmiştir. %0.8 ve %1 KNT oranlarında ise eğilme modülünün epoksinin boşluklu ve yüksek topaklı yapısı sebebiyle azaldığı görülmektedir. Tablo 4.4'de KNT oranı ile eğilme dayanımı, gerinim ve modülünün değişimi özet olarak verilmektedir.

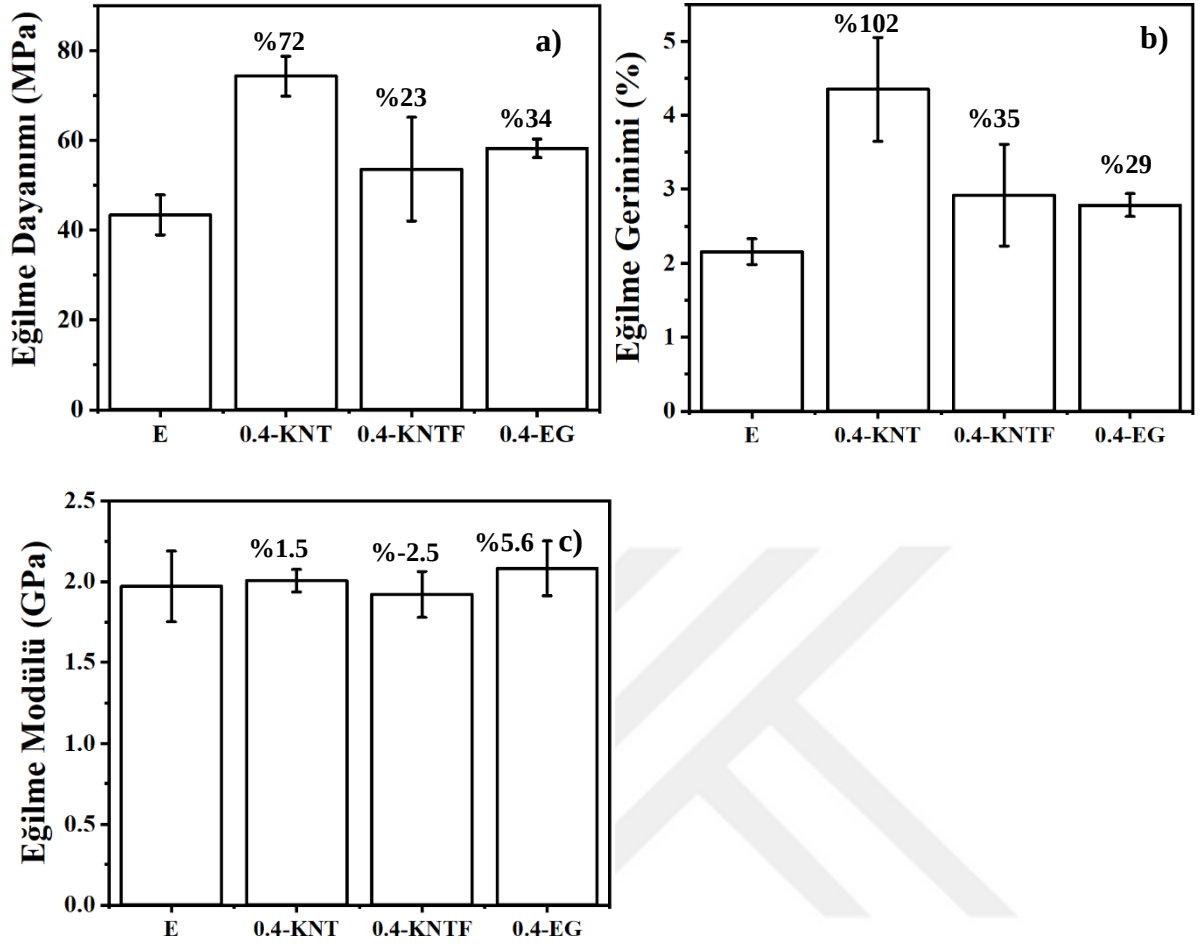
Tablo 4.4: Farklı miktarlardaki KNT ilavesi ile epoksinin eğilme dayanımı, gerinim ve modül değerlerindeki değişim.

KNT Oranı (%)	Dayanım (%)	Gerinim (%)	Modül (%)
0.1	46	42	1.02
0.2	60	70	3.04
0.4	72	102	1.52
0.6	30	20	14.21
0.8	-0.9	16	-16.4
1.0	-4.6	6.5	-6.09



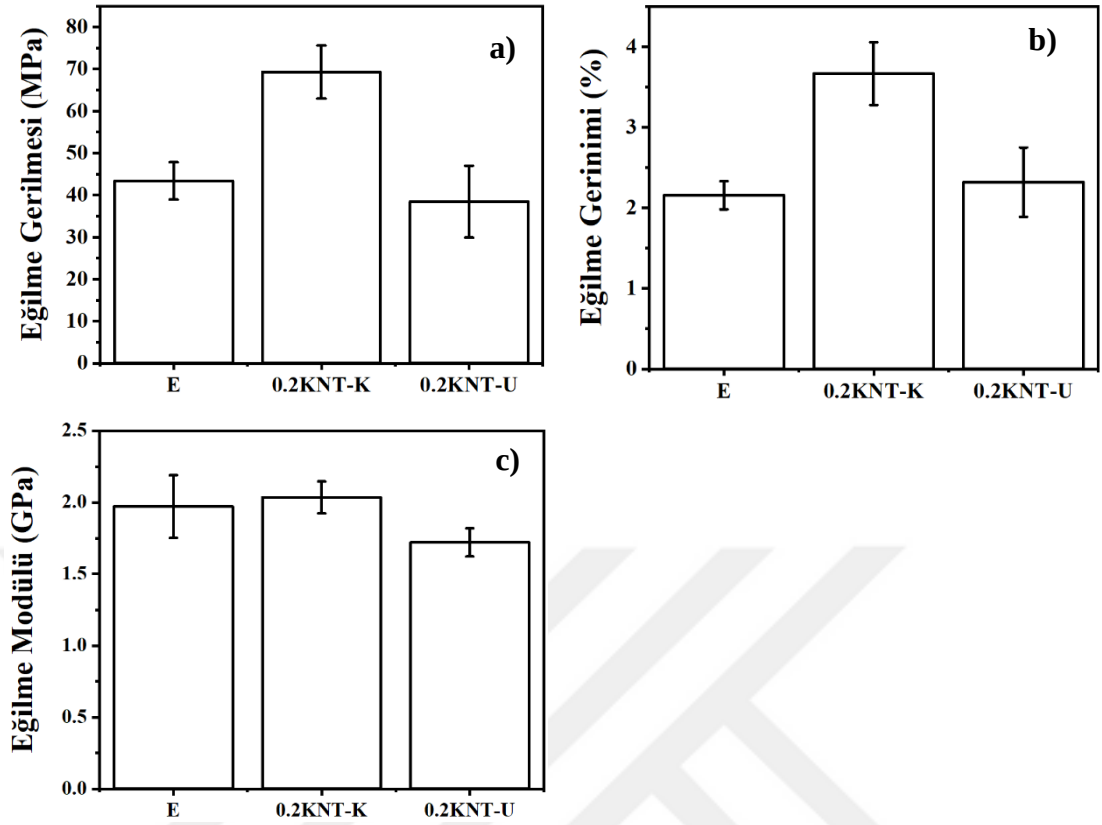
Şekil 4.10: KNT oranının epoksinin a) eğilme dayanımına, b) gerinimine ve c) modülüne etkisi.

Şekil 4.11’de, ağırlıkça %0.4 oranında kullanılan farklı nanopartiküllerin epoksinin eğilme dayanımına, gerinimine ve modülüne etkisi görülmektedir. Sonuçlar, KNT, KNTF ve EG dolgulu epoksinin dayanım miktarındaki artışın sırasıyla %72, %23 ve %34 olarak gerçekleştiğini göstermektedir. Eğilme geriniminde de benzer bir trend görülmektedir. KNT, KNTF ve EG dolgulu epoksinin gerinim miktarındaki artış sırasıyla %102, %35 ve % 29 olarak gerçekleşmiştir. Her üç malzeme tipinde de dayanım artışı ile gerinim artışı beraber görülmektedir. Ağırlıkça % 0.4 oranında farklı tip nanopartikül kullanımının eğilme modülüne önemli bir etkisinin olmadığı görülmektedir. KNT, KNTF ve EG dolgulu epoksinin eğilme modülündeki değişimler sırasıyla % 1.5, % -2.5 ve % 5.6 olarak gerçekleşmiştir.



Şekil 4.11: Ağırlıkça %0.4 oranında kullanılan farklı nano partiküllerin epoksinin a) eğilme dayanımına, b) gerinimine ve c) modülüne etkisi.

Şekil 4.12’de ultrasonikasyon süresinin epoksinin eğilme dayanımına, gerinimine ve modülüne etkisi görülmektedir. Uzun süreli ultrasonikasyon sonucu elde edilen dağılımda daha küçük boyutlu topaklar görülmesine rağmen (Şekil 4.3) dayanım, gerinim ve modül değerlerinde azalma görülmektedir. Bunun en önemli sebebi uzun süreli ultrasonikasyon sonucu KNT’lerde kırılmalar olması ve dolayısıyla epoksiden KNT’lere aktarılan yük transferinin veriminde düşüş olmasıdır [53].

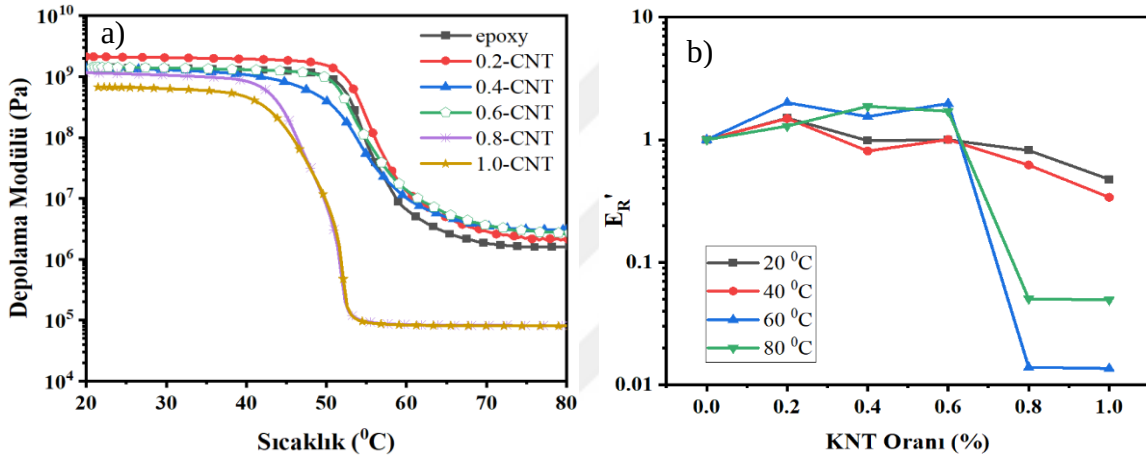


Şekil 4.12: Ultrasonikasyon süresinin epoksinin a) eğilme dayanımına, b) gerinimine ve c) modülüne etkisi.

4.6. DİNAMİK MEKANİK ANALİZ SONUÇLARI

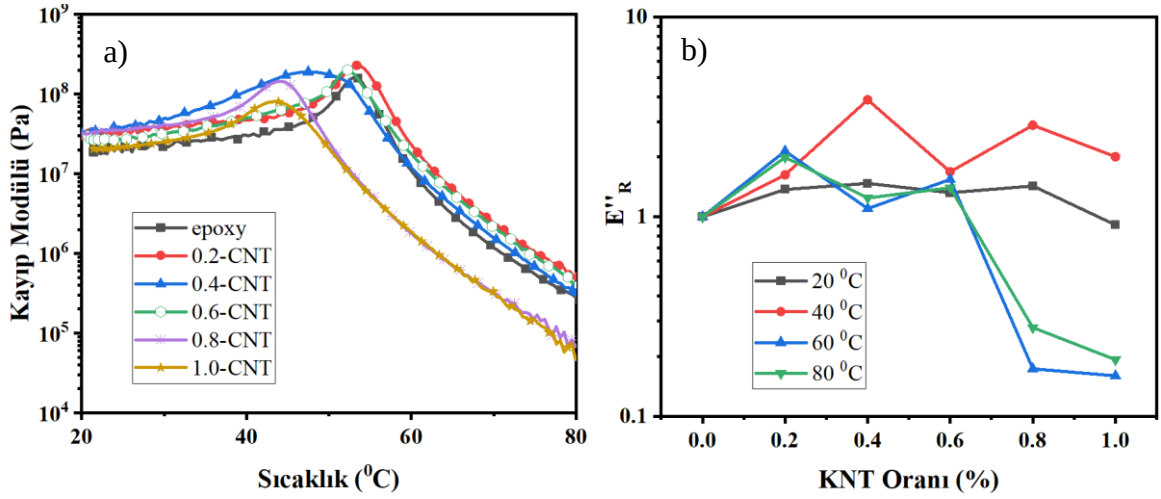
Şekil 4.13(a)'da farklı oranlarda KNT dolgulu epoksi kompozitlerin depolama modülünün (E') 20 – 80 °C arasındaki sıcaklığa bağlı olarak değişimi verilmektedir. Beklenildiği gibi her bir numune için depolama modülü camsı geçiş sıcaklığına (T_g) kadar hemen hemen sabit kalmakta ancak bu sıcaklıktan sonra depolama modülünde düşüş başladığı görülmektedir. Camsı bölgede % 0.2 dolgu miktarında depolama modülünde artış görülmektedir. Bu iyileşmenin sebebi polimer zincirlerinin KNT yüzeylerine tutunarak epoksiyi oluşturan moleküllerin mobilitesini azaltarak epoksinin rijitliğini arttırmasıdır [126–128]. Ancak yüksek KNT oranlarında depolama modülünde düşüş görülmektedir. Depolama modülündeki azalma % 0.4 ve % 0.6 oranlarında çok belirgin değilken, % 0.8 ve % 1.0 KNT oranlarında belirgin bir düşüş görülmektedir. Epoksi içerisindeki KNT oranı arttıkça malzeme içerisinde artan topak ve boşluk yoğunluğu, depolama modülünü olumsuz etkilemektedir.

Camsı geçiş sıcaklığının üzerindeki kauçuk bölgede ise % 0.6 KNT oranına kadar depolama modülü saf epoksiye göre artış gösterirken % 0.8 ve % 1.0 KNT oranlarında topak ve boşluk miktarındaki artıştan dolayı azalma görülmektedir. Şekil 4.13(b)'de ise KNT oranının farklı sıcaklıklardaki depolama modülüne etkisini daha açık bir şekilde inceleyebilmek amacıyla KNT dolgulu kompozitlerin depolama modülü değerlerinin saf epoksinin depolama modülü değerine oranlanmasıyla elde edilen relatif depolama modülü değerleri görülmektedir. Camsı bölgeye tekabül eden 20 °C ve 40 °C sıcaklıklarında, KNT oranının artmasıyla saf epoksiye göre az da olsa depolama modülünde bir azalma görülürken kauçuk bölgeye tekabül eden 60 °C ve 80 °C sıcaklıklarındaki depolama modülünde azalma daha belirgindir.



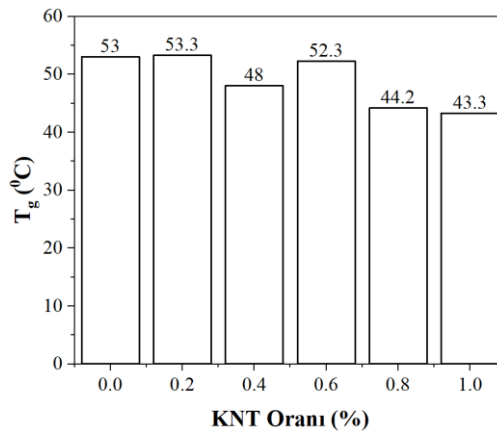
Şekil 4.13: KNT oranının farklı sıcaklıklardaki a) depolama modülü ve b) relatif modül değerleri.

Şekil 4.14(a)'da farklı KNT oranlarındaki epoksi nano kompozitlerin kayıp modülünün (E'') 20 – 80 °C arasındaki sıcaklığa bağlı olarak değişimi verilmektedir. Şekil 4.14(b)'de ise KNT oranının farklı sıcaklıklardaki kayıp modülüne etkisini daha açık bir şekilde inceleyebilmek amacıyla KNT dolgulu kompozitlerin kayıp modülü değerlerinin saf epoksinin kayıp modülü değerine oranlanmasıyla elde edilen relatif kayıp modülü (E''_R) değerleri görülmektedir. Camsı bölgedeki 20 °C'de, KNT oranının kayıp modülüne önemli bir etkisi olmadığı görülürken camsı geçiş sıcaklığına yakın bir bölge olan 40 °C' de KNT takviyesinin kayıp modülünü arttırdığı görülmektedir. Kauçuk bölgedeki 60 °C ve 80 °C sıcaklıklarında, % 0.2 oranında az da olsa kayıp modülünde artış görülmektedir. Kayıp modülündeki bu artışın sebebi KNT takviyesinin sürtünmeyi artırarak epoksinin viskoelastik deformasyonuna karşı direnç oluşturmaktır. Ancak KNT oranı arttıkça özellikle % 0.8 ve % 1.0 oranlarında topaklanma ve boşluk miktarlarının fazlalığından dolayı deformasyona karşı direnç azalmakta ve bunun sonucu olarak da kayıp modülü azalmaktadır.



Şekil 4.14: KNT oranının farklı sıcaklıklardaki a) depolama modülü ve b) relatif modül değerleri.

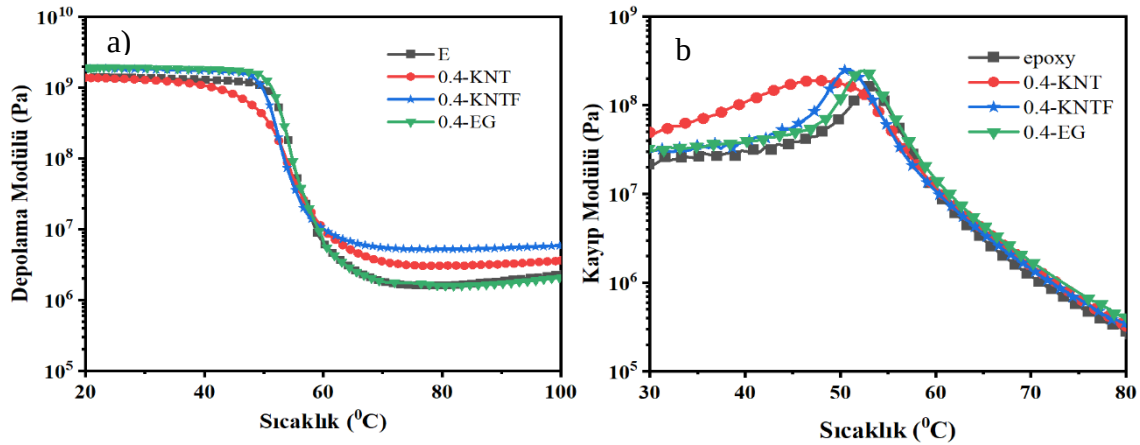
Şekil 4.15’ de farklı KNT oranlarındaki epoksinin camsı geçiş sıcaklıkları görülmektedir. Bu çalışmada camsı geçiş sıcaklıkları kayıp modülün maksimum olduğu sıcaklık olarak hesaplanmıştır. Camsı geçiş sıcaklığındaki artış az da olsa % 0.2 KNT dolgulu epoksidede görülmektedir. Ancak KNT oranı arttıkça camsı geçiş sıcaklığında bir azalma görülmektedir. Literatürde, KNT oranı arttıkça camsı geçiş sıcaklığının azaldığı çalışmalar mevcuttur [129, 130]. Bu çalışmalarda, KNT’lerin kürlenme sırasında ısı emici gibi davranarak çapraz bağ oluşumunu kısıtladığını ve dolayısıyla da camsı geçiş sıcaklığını düşürdüğü tahmin edilmektedir. Ancak literatürde KNT oranı arttıkça camsı geçiş sıcaklığının artış gösterdiği çalışmalar da mevcuttur [131, 132]. Bu çalışmalarda, KNT’lerin kürlenme sırasında moleküller arası mobilitayı azaltıcı bir etkide bulunduğu ve camsı geçiş sıcaklığını arttırdığı belirtilmektedir.



Şekil 4.15: KNT oranının epoksinin camsı geçiş sıcaklığına etkisi.

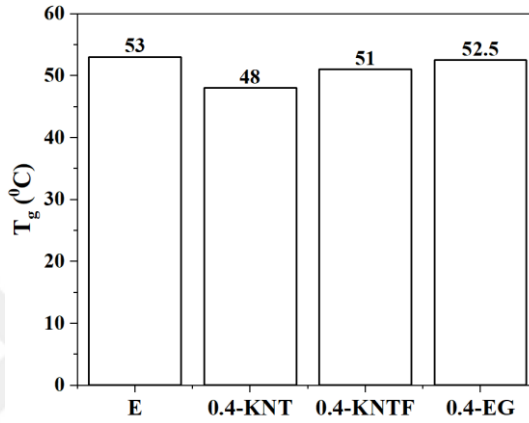
Şekil 4.16(a)'da dolgu malzemesi tipinin epoksinin depolama modülüne etkisi görülmektedir. Camsı bölgede, KNT dolgulu numunelerin depolama modülü saf epoksiye göre önemli bir artış göstermemektedir. KNT dolgulu numunelerdeki topak ve boşluk oluşumları rijitliğin artmasını engellemektedir. Ancak camsı geçiş bölgesinde ve kauçuk bölgede beklenildiği gibi KNT ilavesi depolama modülünde bir artış sağlamaktadır. Hemen hemen tüm sıcaklık bölgelerinde KNTF dolgulu numunelerin depolama modülü değerlerinin KNT dolgulu numunelerin depolama modülünden daha yüksek olduğu görülmektedir. Fonksiyonelleştirme sonucu elde edilen karbon nanotüp dağılımının rijitliği artırıcı bir etkisinin olduğu görülmektedir. EG dolgulu numunelerde de tüm sıcaklıklarda depolama modülünün saf epoksiye göre arttığı görülmektedir. Camsı bölgede EG dolgulu numunelerin en yüksek depolama modülüne sahip olduğu görülürken camsı geçiş ve kauçuk bölgesinde KNT ve KNTF dolgulu numunelerden daha düşük bir depolama modülüne sahip olduğu görülmektedir. KNT'lerden daha düşük yüzey alanına sahip EG nano partiküllerinin matris ile teması daha az olmakta ve sonuç olarak epoksi zincirlerinin hareketlerinin kısıtlanması daha düşük seviyede olmaktadır [96].

Şekil 4.16(b)'de dolgu malzemesi tipinin epoksinin kayıp modülüne etkisi görülmektedir. Üç dolgu tipi ile takviye edilen numunelerin E'' değerleri tüm sıcaklıklarda saf epoksiden daha yüksek olarak görülmektedir. KNT ve KNTF dolgulu numunelerin E'' değerleri ise EG dolgulu numunelerden daha yüksek olarak görülmektedir. KNT ve KNTF partiküllerinin yüzey alanları EG partiküllerine kıyasla çok daha yüksek seviyede olduğu için epoksi ile oluşturulan ara yüzey alanı da bu dolgu tiplerinde daha yüksek seviyededir. Bu da sürtünme sebebiyle kaybolan enerjinin KNT ve KNTF dolgulu numunelerde daha fazla olmasına ve sonuç olarak da E'' değerlerinin daha yüksek olmasına yol açmaktadır.



Şekil 4.16: Dolgu malzemesi tipinin epoksinin depolama modülüne etkisi.

Şekil 4.17’de % 0.4 oranındaki farklı tip dolgulu epoksinin camsı geçiş sıcaklıkları görülmektedir. Yüksek yüzey alanına sahip KNT ve KNTF dolgulu numunelerin T_g sıcaklıklarındaki düşüşün daha küçük yüzey alanına sahip EG dolgulu numunelere kıyasla daha yüksek olduğu görülmektedir. Daha yüksek yüzey alanlı KNT ve KNTF’lerin kurlenme aşamasında daha fazla ısı soğurarak çapraz bağ oluşumunu kısıtladığı ve camsı geçiş sıcaklığını düşürdüğü düşünülmektedir.

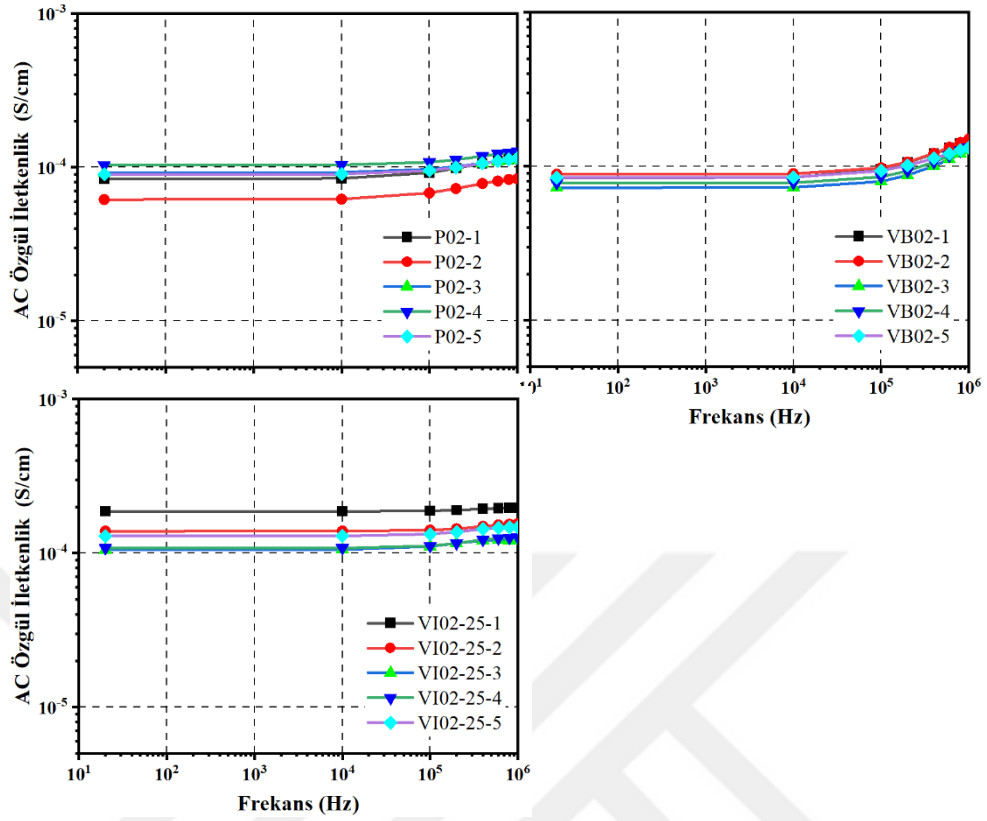


Şekil 4.17: % 0.4 oranında KNT, KNTF ve EG dolgulu epoksi kompozitlerin camsı geçiş sıcaklıkları.

4.7. ELYAF TAKVİYELİ NUMUNELERİN TESTLERİ

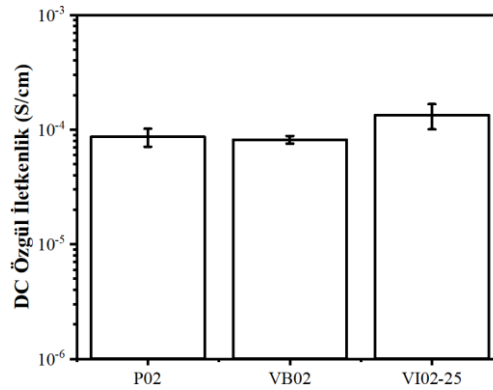
4.7.1. Elyaf Takviyeli Numunelerin Elektriksel Özellikleri

Şekil 4.18’ de presleme (P), vakum poşetleme (VB) ve vakum infüzyon (VI) yöntemleriyle üretilen % 0.2 KNT dolgulu cam elyaf takviyeli epoksi kompozit kupon numunelerin iletkenlik-frekans grafikleri görülmektedir. Her üç yöntemle üretilen kompozit numunelerin iletkenlik değerleri frekanstan bağımsız bir özellik sergilediği görülmektedir. Bu sonuç, ağırlıkça % 0.2 oranındaki KNT katkısının kompozit malzeme içerisinde tam olarak perkolasyona uğradığını ve numunelerde rezistif bir davranışın oluştuğunu göstermektedir.



Şekil 4.18: Presleme (P), vakum poşetleme (VB) ve vakum infüzyon (VI) ile üretilen % 0.2 KNT dolgulu cam elyaf takviyeli epoksi kompozit kupon numunelerin iletkenlik-frekans grafikleri.

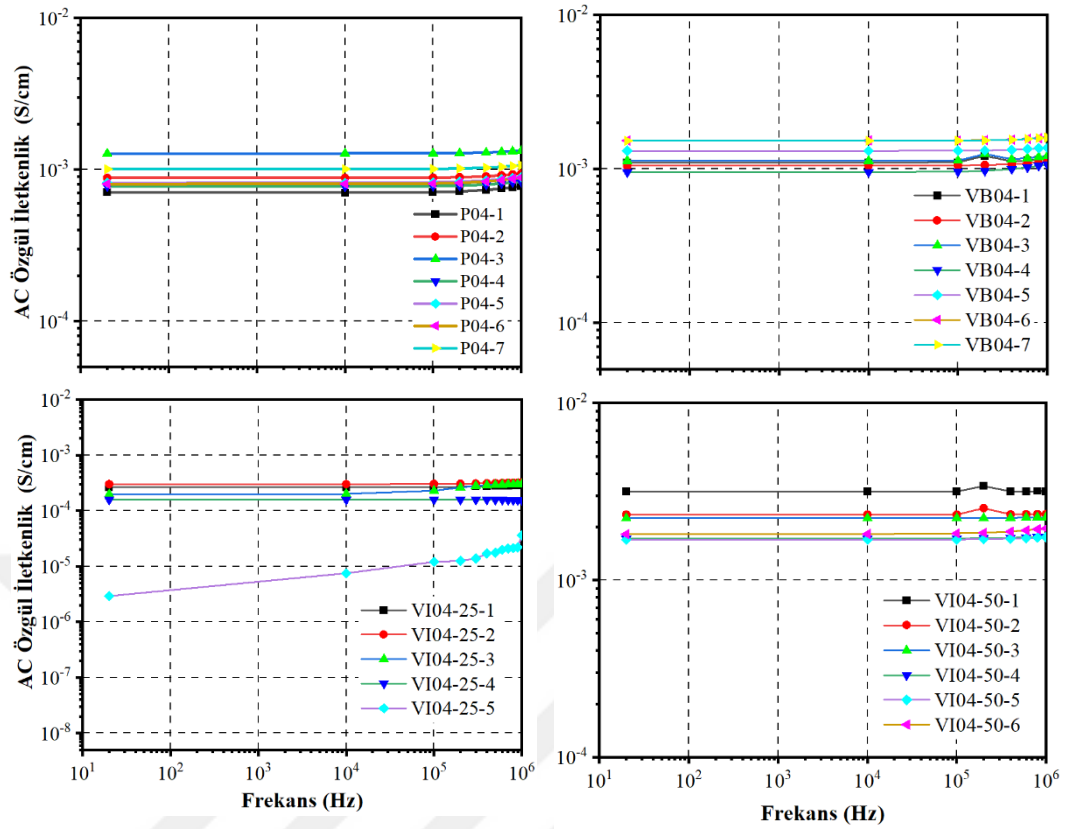
Şekil 4.19’de her üç yöntem ile üretilen % 0.2 KNT dolgulu cam elyaf takviyeli epoksi kompozit kupon numunelerin ortalama DC özgül iletkenlik değerleri standart sapma değerleriyle birlikte yer almaktadır. Her üç yöntemde de standart sapma değerlerinin düşük seviyelerde çıktığı görülmektedir. Bu sonuç, KNT’lerin üç yöntemle de üretilen kompozit plakalar içerisinde iyi bir dağılıma sahip olduğunu göstermektedir.



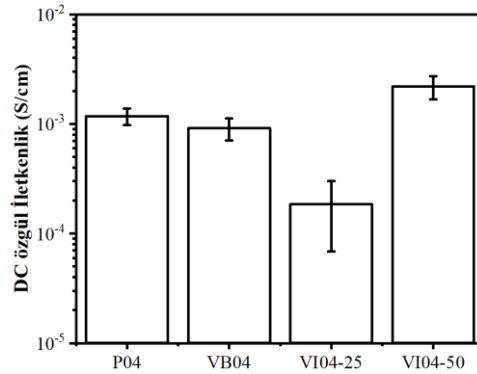
Şekil 4.19: Presleme (P), vakum poşetleme (VB) ve vakum infüzyon (VI) ile üretilen % 0.2 KNT dolgulu cam elyaf takviyeli epoksi kompozit kupon numunelerin DC özgül iletkenlik değerleri.

Şekil 4.20’ de P, VB ve VI yöntemleriyle üretilen % 0.4 KNT dolgulu cam elyaf takviyeli epoksi kompozit kupon numunelerin özgül iletkenlik-frekans grafikleri görülmektedir. VI yöntemiyle yapılan üretimde KNT dolgulu epoksi reçinenin viskozitesini düşürerek filtrelenmeyi engelleyebilmek amacıyla vakum infüzyon işlemi 50 °C’ de gerçekleştirildi. P, VB ve 50 °C’ de VI (VI-50) yöntemiyle üretilen kompozit numunelerin iletkenlik değerleri tüm frekans aralıklarında frekanstan bağımsız bir özellik sergilemektedir. Bu sonuç, ağırlıkça % 0.4 oranındaki KNT dolgusunun kompozit malzeme içerisinde tam olarak perkolasyona uğradığını ve tamamen rezistif bir davranış sergilediğini göstermektedir. Ancak 25 °C’ de VI (VI-25) yöntemiyle üretilen kompozit plakalardan elde edilen ilk dört numunenin iletkenlik değerleri tüm frekans aralıklarında frekanstan bağımsız bir özellik sergilerken, KNT’lerin filtrelenmesi sebebiyle beşinci numunedeki iletkenliğin frekansa bağımlı hale geldiği görülmektedir. Aynı zamanda her iki sıcaklıktaki infüzyon yönteminde, frekanstan bağımsız davranış sergileyen numunelerin 20 Hz’deki iletkenlik değerlerinin giriş kısmındakilerde yüksek, çıkış kısmındakilerde ise daha düşük olduğu görülmektedir.

Şekil 4.21’de her üç yöntem ile üretilen % 0.4 KNT dolgulu cam elyaf takviyeli epoksi kompozit kupon numunelerin ortalama DC özgül iletkenlik değerleri standart sapma değerleriyle birlikte yer almaktadır. P ve VB yöntemleriyle üretilen numunelerin iletkenlik değerlerindeki standart sapmaların düşük seviyelerde çıkması, KNT’lerin kompozit plakaların her bölgesine dağıldığını göstermektedir. VI-25 yöntemiyle üretilen plakaların en düşük iletkenliğe ve en yüksek standart sapmaya sahip olduğu görülmektedir. Bunun sebebi epoksi içerisine dağılmış halde bulunan KNT’lerin filtrelenerek her bir numunede farklı oranlarda bulunmasıdır.



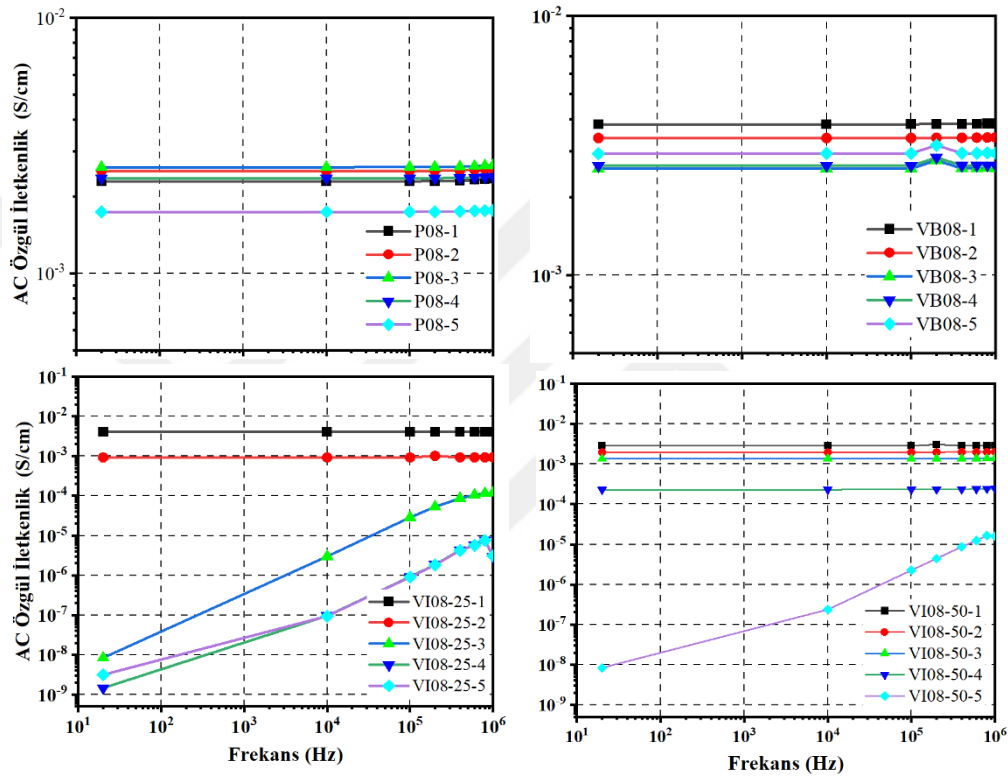
Şekil 4.20: Presleme (P), vakum poşetleme (VB) ve vakum infüzyon (VI) ile üretilen % 0.4 KNT dolgulu cam elyaf takviyeli epoksi kompozit kupon numunelerin iletkenlik-frekans grafikleri.



Şekil 4.21: Presleme (P), vakum poşetleme (VB) ve vakum infüzyon (VI) ile üretilen % 0.4 KNT dolgulu cam elyaf takviyeli epoksi kompozit kupon numunelerin DC özgül iletkenlik değerleri.

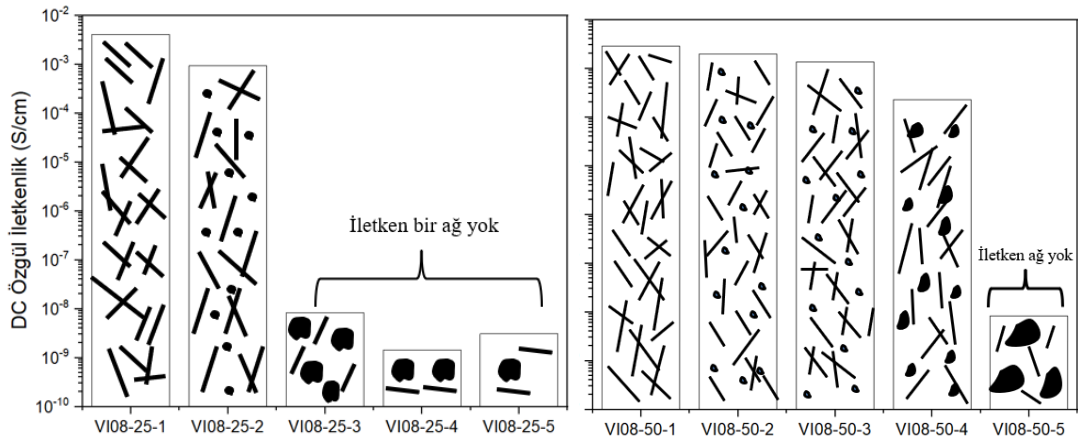
Şekil 4.22’de P, VB ve VI yöntemleriyle üretilen % 0.8 KNT dolgulu cam elyaf takviyeli epoksi kompozit kupon numunelerin iletkenlik-frekans grafikleri görülmektedir. VI yöntemiyle yapılan üretimde KNT dolgulu epoksi reçinenin viskozitesinin plaka boyunca dağılımını inceleyebilmek için vakum infüzyon işlemi iki farklı reçine sıcaklığında (25 °C ve 50 °C) gerçekleştirildi. P ve VB yöntemleri ile üretilen kompozit numunelerin iletkenlik değerleri tüm

frekans aralıklarında frekanstan bağımsız bir özellik sergilemektedir. Bu sonuç, ağırlıkça % 0.8 oranındaki KNT katkısının kompozit malzeme içerisinde tam olarak perkolasyona uğradığını ve tamamen rezistif bir davranış sergilediğini göstermektedir. Ancak VI ile üretilen plakalarda reçinenin giriş yaptığı kısımdan elde edilen numunelerin iletkenliklerinin frekanstan bağımsız (rezistif) bir özellik sergilediği görülürken reçinenin çıkış yaptığı kısımdan elde edilen numunelerin iletkenliklerinin frekansa bağlı bir davranış (kapasitif) sergilediği görülmektedir.

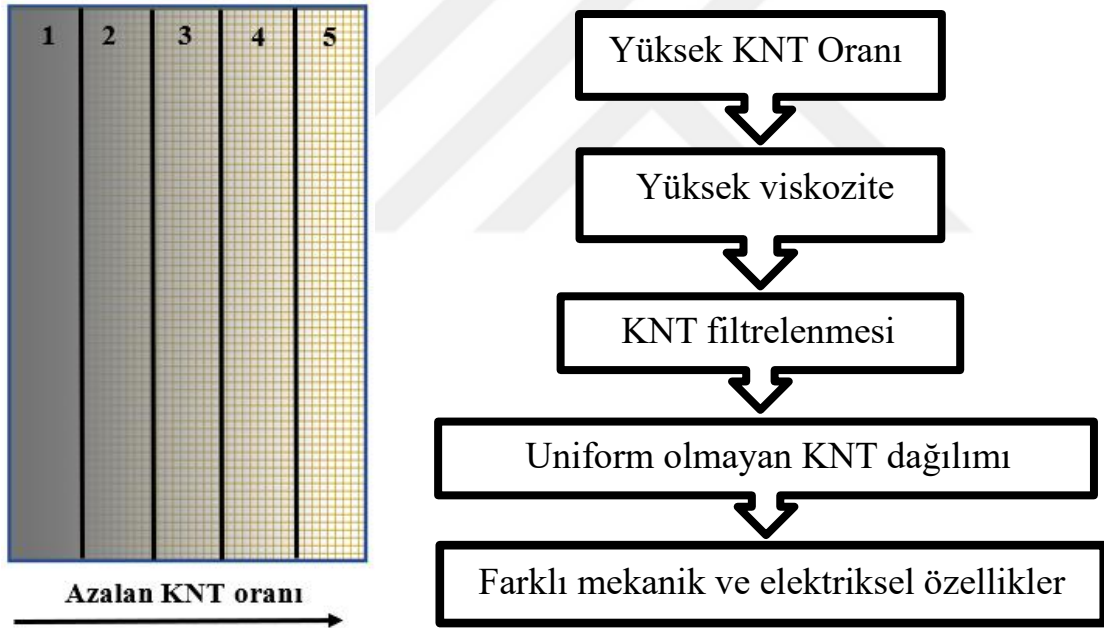


Şekil 4.22: Presleme (P), vakum poşetleme (VB) ve vakum infüzyon (VI) ile üretilen % 0.8 KNT dolgulu cam elyaf takviyeli epoksi kompozit kupon numunelerin iletkenlik-frekans grafikleri.

Aynı zamanda beklenildiği gibi reçinenin giriş yaptığı kısımdan elde edilen numunelerin 20 Hz'deki DC iletkenliklerinin, reçinenin çıkış yaptığı kısımdan elde edilen numunelerin iletkenliklerinden yüksek olduğu görülmektedir (Şekil 4.23). Bu farklılığın sebebi epoksi reçine içerisinde dağılmış halde bulunan KNT'lerin infüzyon sırasında cam elyaflar arasındaki boşluklarda birikerek topaklanarak filtrelenmesi ve çıkışa doğru KNT oranının azalmasıyla iletkenlikte önemli bir düşüşe yol açmasıdır (Şekil 4.24).



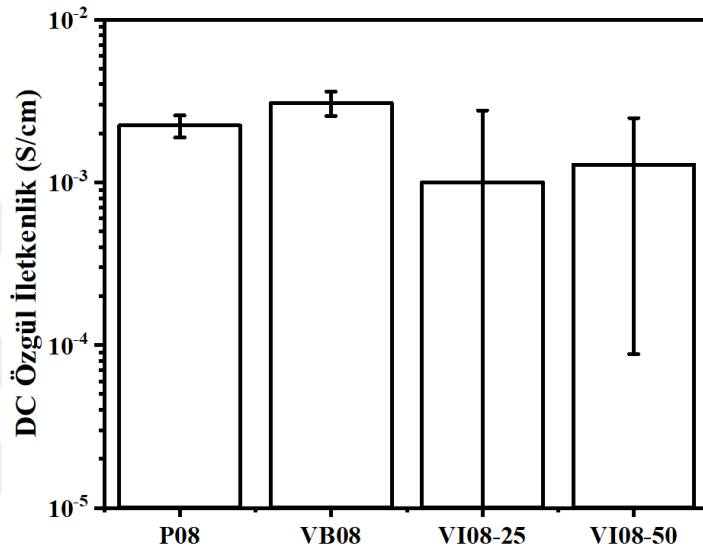
Şekil 4.23: Vakum infüzyon (VI) ile üretilen % 0.8 KNT dolgulu cam elyaf takviyeli epoksi kompozit kupon numunelerin filtrelenme sonucu DC özgül iletkenlik değerleri.



Şekil 4.24: Yüksek KNT oranı sonucu vakum infüzyondaki filtrelenme sorununun şematik görünümü.

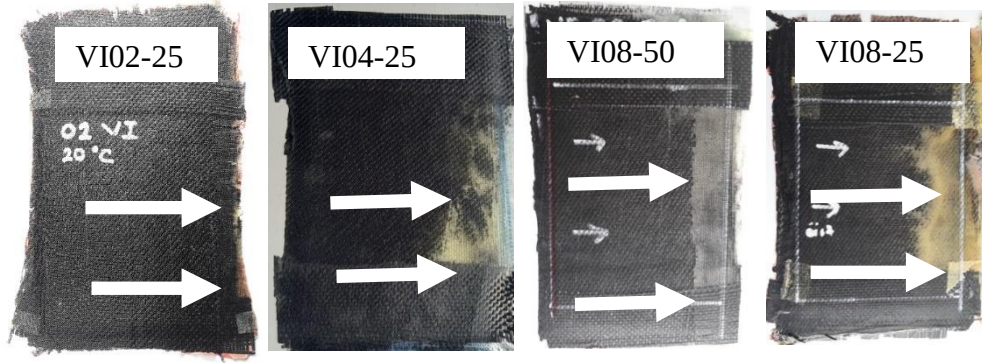
Şekil 4.25’de her üç yöntem ile üretilen % 0.8 KNT dolgulu cam elyaf takviyeli epoksi kompozit kupon numunelerin ortalama DC özgül iletkenlik değerleri standart sapma değerleriyle birlikte yer almaktadır. P ve VB yöntemlerinde standart sapma değerlerinin düşük seviyelerde çıkması, KNT’lerin kompozit plakaların her bölgesine dağıldığını göstermektedir. Ancak, VI yönteminde, KNT’lerin filtrelenmesi sonucu ortaya çıkan infüzyon giriş ve çıkış kısmındaki numuneler arasındaki yüksek seviyedeki iletkenlik farkı standart sapma değerlerinin yüksek miktarda olmasına yol açmaktadır. Standart sapma değerleri, 50 °C’de

yapılan infüzyon yönteminde infüzyon giriş ve çıkış kısımlarından elde edilen numunelerin iletkenlikleri arasındaki farkın 25 °C’de yapılan infüzyon yönteminden daha az olduğunu göstermektedir. Yüksek sıcaklıkta reçinenin viskozitesi düşerek akış hızı artmakta ve filtrelenebilirliği akış boyunca düşmektedir. Böylece, aynı plakadan daha fazla rezistif özellik gösteren numune elde edilmekte ve numuneler arasındaki iletkenlik farkı önemli bir seviyede olmamaktadır.



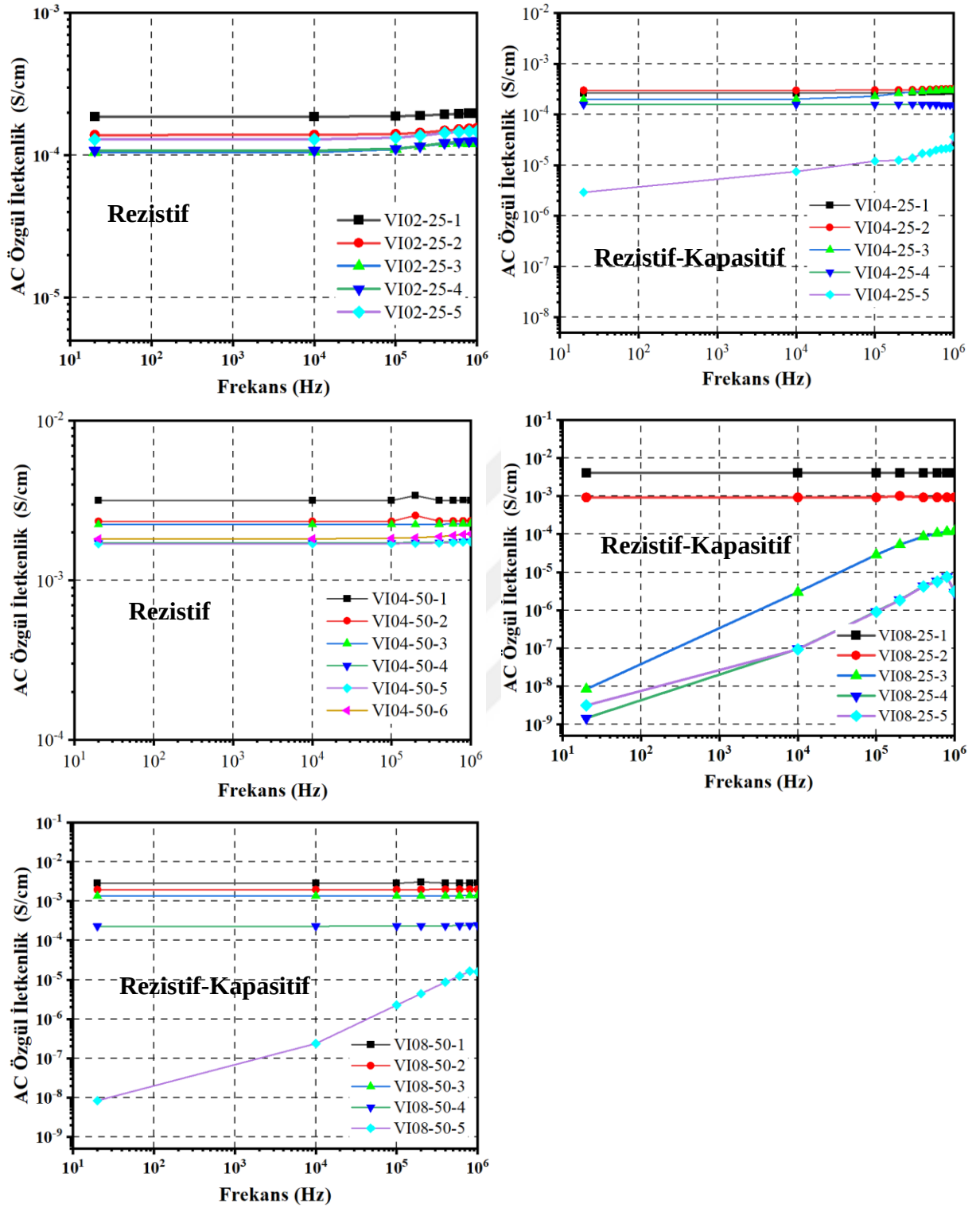
Şekil 4.25: Presleme (P), vakum poşetleme (VB) ve vakum infüzyon (VI) ile üretilen % 0.8 KNT dolgulu cam elyaf takviyeli epoksi kompozit kupon numunelerin DC özgül iletkenlik değerleri.

VI yönteminde, reçine içerisindeki KNT oranı arttıkça viskozite ile birlikte KNT topaklarının büyüklüğü de artmakta (aynı karışım prosedürü için) ve infüzyon akış hızı yavaşlayarak KNT’lerin filtrelenebilirliği daha yüksek seviyede olmaktadır. Şekil 4.26’de VI yöntemiyle farklı infüzyon sıcaklıklarında üretilen KNT dolgulu kompozit plakaların filtrelenebilirliği görülmektedir.



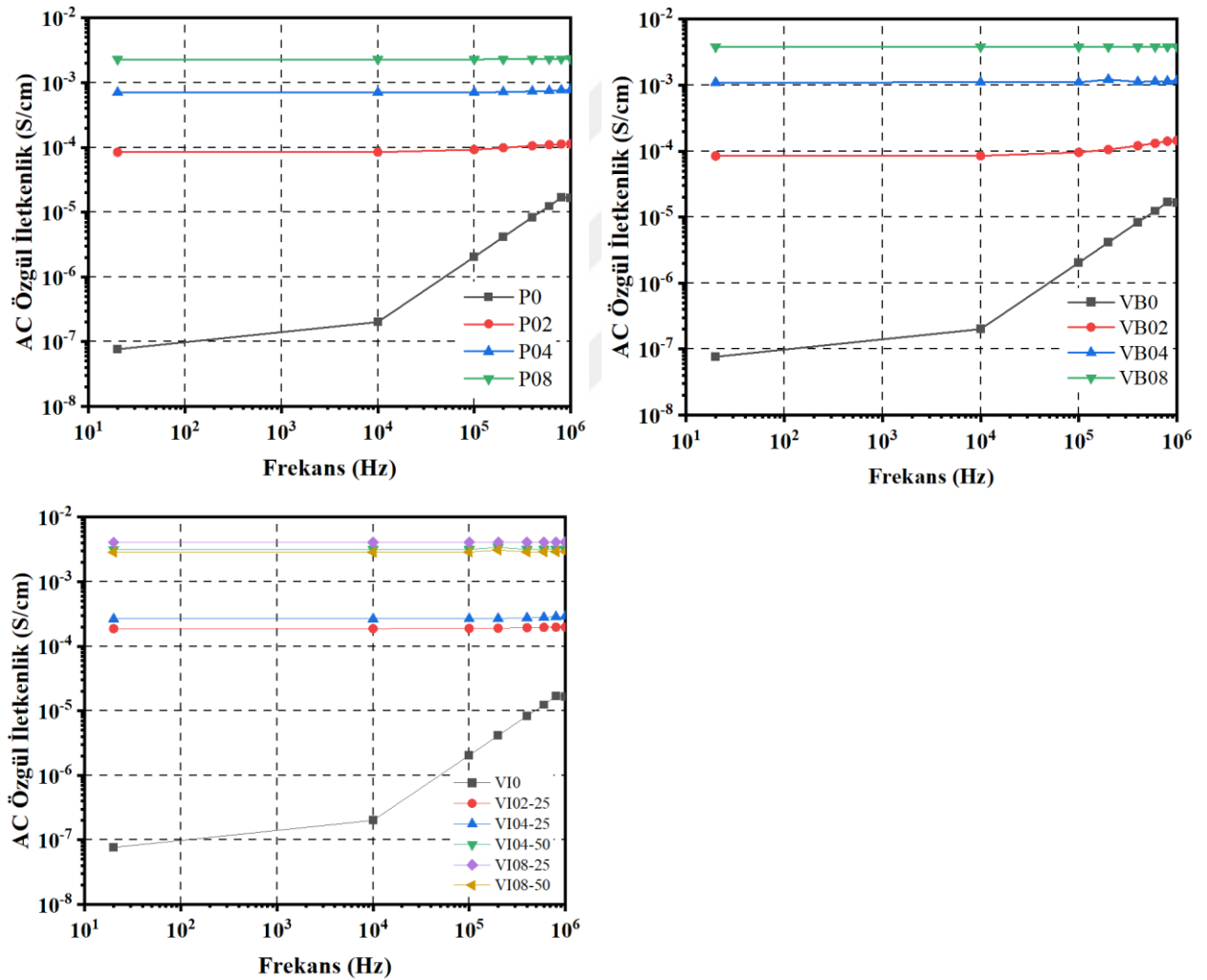
Şekil 4.26: VI yöntemiyle farklı infüzyon sıcaklıklarında üretilen KNT dolgulu kompozit plakaların filtrelene seviyesi.

Ağırlıkça % 0.2 KNT kullanılan durumda hemen hemen hiç KNT filtrelenmesi görülmezken aynı infüzyon sıcaklığında (25⁰C), %0.4 KNT ve % 0.8 KNT kullanılan durumda çıkışa doğru KNT oranının azaldığı görülmektedir. KNT'lerin filtrelenmesinin %0.8 KNT oranlı plakalarda daha yüksek olduğu görülmektedir. Bunun sebebi daha yüksek KNT oranlarında topak boyutlarının ve viskositenin daha yüksek olmasıdır. Daha önce de bahsedildiği gibi bu durum aynı plakadan çıkan numunelerde hem rezistif hem de kapasitif numunelerin elde edilmesine ve DC iletkenlik değerlerinde önemli ölçüde fark oluşmasına sebep vermektedir (Şekil 4.27). % 0.8 KNT kullanılan durumda 50 ⁰C'deki infüzyon sıcaklığında ise viskozite daha fazla azalarak KNT'lerin akış boyunca filtrelene seviyesi azalmakta ve sadece infüzyon çıkış kısmındaki son numunenin kapasitif özellik sergilediği görülmektedir. Ancak % 0.4 KNT kullanılan durumda 50 ⁰C'deki infüzyon sıcaklığında ise filtrelene sorunu görülmemekte ve tüm numunelerdeki elektriksel davranış rezistif olmaktadır.

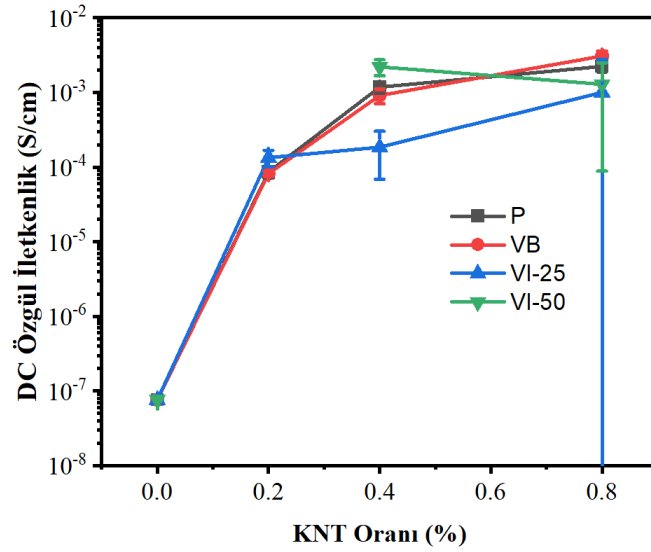


Şekil 4.27: VI ile üretilen farklı oranlarda KNT dolgulu cam elyaf takviyeli epoksi kompozit kupon numunelerin iletkenlik-frekans grafikleri.

Şekil 4.28 ve Şekil 4.29’da P, VB ve VI ile üretilen KNT dolgulu cam elyaf takviyeli epoksi kompozit kupon numunelerin iletkenlik-frekans grafikleri ve DC elektriksel iletkenlikleri yer almaktadır. Bu grafiklerde, KNT oran etkisini inceleyebilmek amacıyla VI ile üretilen numunelerdeki en iyi iletkenlik değerine sahip numunenin verileri kullanılmıştır. Sonuçlarda, KNT oranı arttıkça her üç üretim yöntemi için de iletkenliğin arttığı görülmektedir. Ancak % 0.4 KNT oranından sonra iletkenlikte önemli bir artışın olmadığı görülmektedir. Bununla birlikte, P, VB ve VI ile üretilen kompozit numunelerin iletkenliklerinin hemen hemen aynı iletkenlik seviyesinde olduğu görülmektedir.



Şekil 4.28: Presleme (P), vakum poşetleme (VB) ve vakum infüzyon (VI) ile üretilen KNT dolgulu cam elyaf takviyeli epoksi kompozit kupon numunelerin iletkenlik-frekans grafikleri.

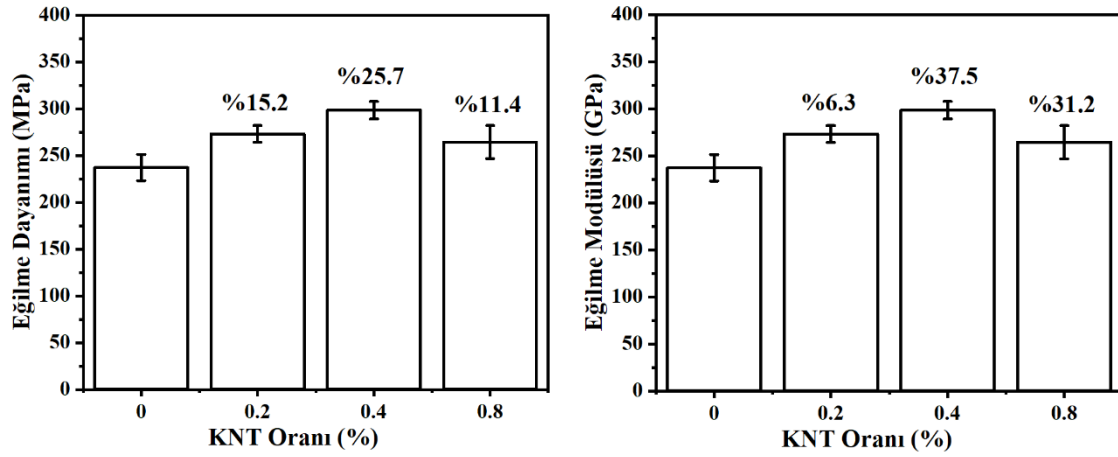


Şekil 4.29: Presleme (P), vakum poşetleme (VB) ve vakum infüzyon (VI) ile üretilen KNT dolgulu cam elyaf takviyeli epoksi kompozit kupon numunelerin DC özgül iletkenlik değerleri.

KNT dolgulu cam elyaf takviyeli numunelerin elektriksel davranışları bir bütün olarak incelediğinde, yaprak yaylarda kullanılacak olan KNT miktarının, iletkenliğin palakaların bütününde sağlanarak rezistif özelliğin elde edildiği oran olan % 0.4 olarak kullanılmasına karar verilmiştir. Her ne kadar üç üretim yönteminde de %0.4 KNT oranında elektriksel iletkenlikler hemen hemen aynı seviyede çıkmış olsa da, maliyet ve üretim kolaylığı gibi avantajları sebebiyle, KNT dolgulu kompozit yaprak yayların üretiminin presleme yöntemiyle yapılmasına karar verilmiştir.

4.7.2. Elyaf Takviyeli Numunelerin Mekanik Özellikleri

Şekil 4.30’de presleme yöntemiyle üretilen KNT dolgusuz ve % 0.2, % 0.4 ve % 0.8 KNT dolgulu kupon numunelerin üç nokta eğme testi sonucu elde edilen eğilme dayanımı ve eğilme modülü verilmektedir. % 0.2, % 0.4 ve 0.8 KNT dolgulu numunelerin eğilme dayanımında sırasıyla % 15.2, %25.7 ve % 11.7 artış görülürken, eğilme modülünde sırasıyla % 6.3, % 37.5 ve % 31.2 artış görülmüştür. Sonuçlar, KNT’lerin takviye edici özelliğini ve kompozit yapının rijitliğini arttırdığını göstermektedir. % 0.8 KNT oranında KNT’lerin takviye edici özelliğinin azalması bu orandaki topak miktarlarının nispeten daha fazla olmasıdır [133].

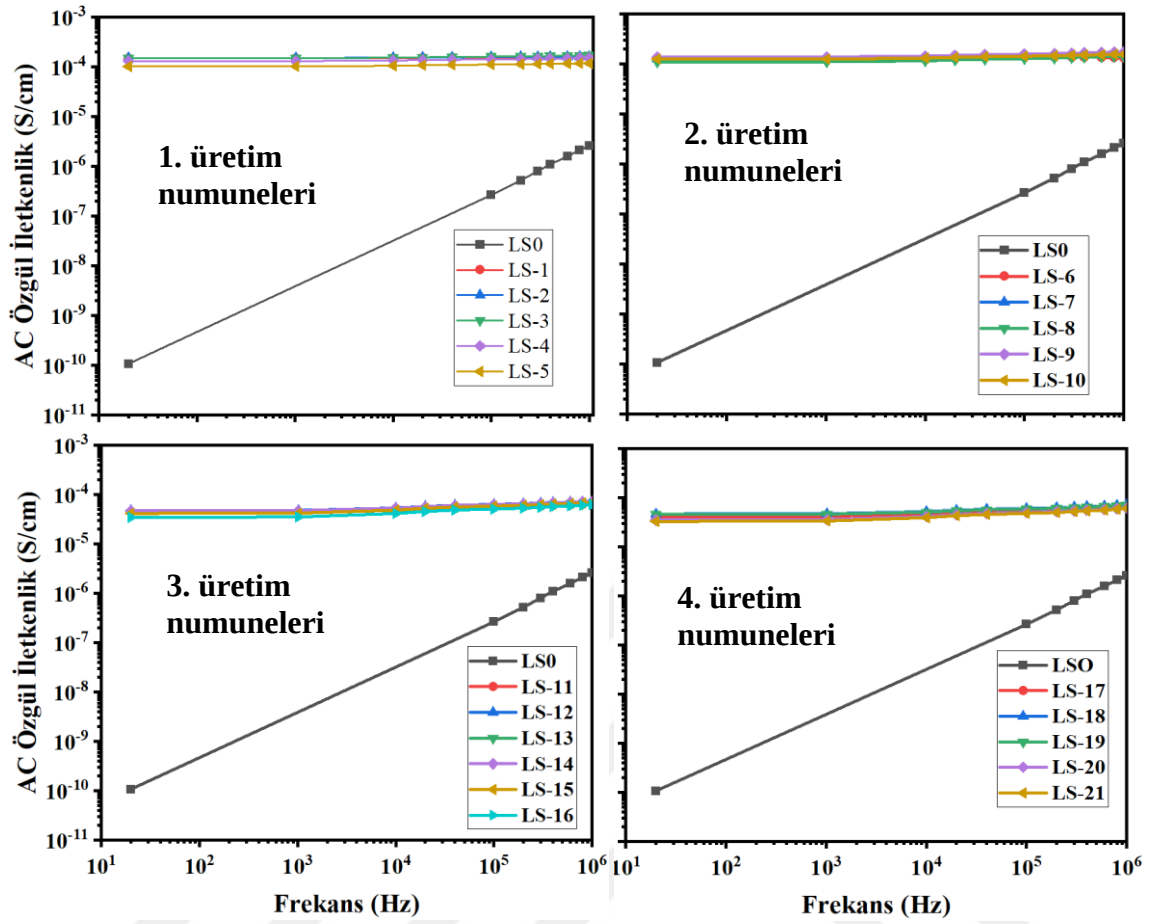


Şekil 4.30: KNT oranının presleme yöntemiyle üretilen cam elyaf takviyeli epoksi kompozitlerin eğilme dayanımı ve modülüne etkisi.

4.8. YAPRAK YAYLARIN TESTLERİ

4.8.1. Yaprak Yayların Elektriksel Özellikleri

Yaprak yayların statik ve yorulma testleri sırasında eş zamanlı direnç ölçümü de yapıldığı için rezistif bir davranış sergilemesi gerekmektedir. Bu yüzden statik ve yorulma testleri öncesinde elde edilen yaprak yay numunelerinin LCR metre ile iletkenlik-frekans ölçümü yapıldı. Böylece yaprak yay içerisinde dağılmış halde bulunan KNT'lerin perkolasyona uğradığından emin olundu. Şekil 4.31'da % 0.4 KNT dolgulu kompozit yaprak yayların üretim sonrası iletkenliklerinin frekansa bağlı değişimleri görülmektedir. Grafiklerden tüm numunelerin iletkenliklerinin frekanstan bağımsız davranarak rezistif bir karakteristik sergilediği görülmektedir. Bu sonuç, tüm numunelerin statik ve yorulma testleri sırasındaki eş zamanlı direnç ölçümüne uygun olduğunu göstermektedir.

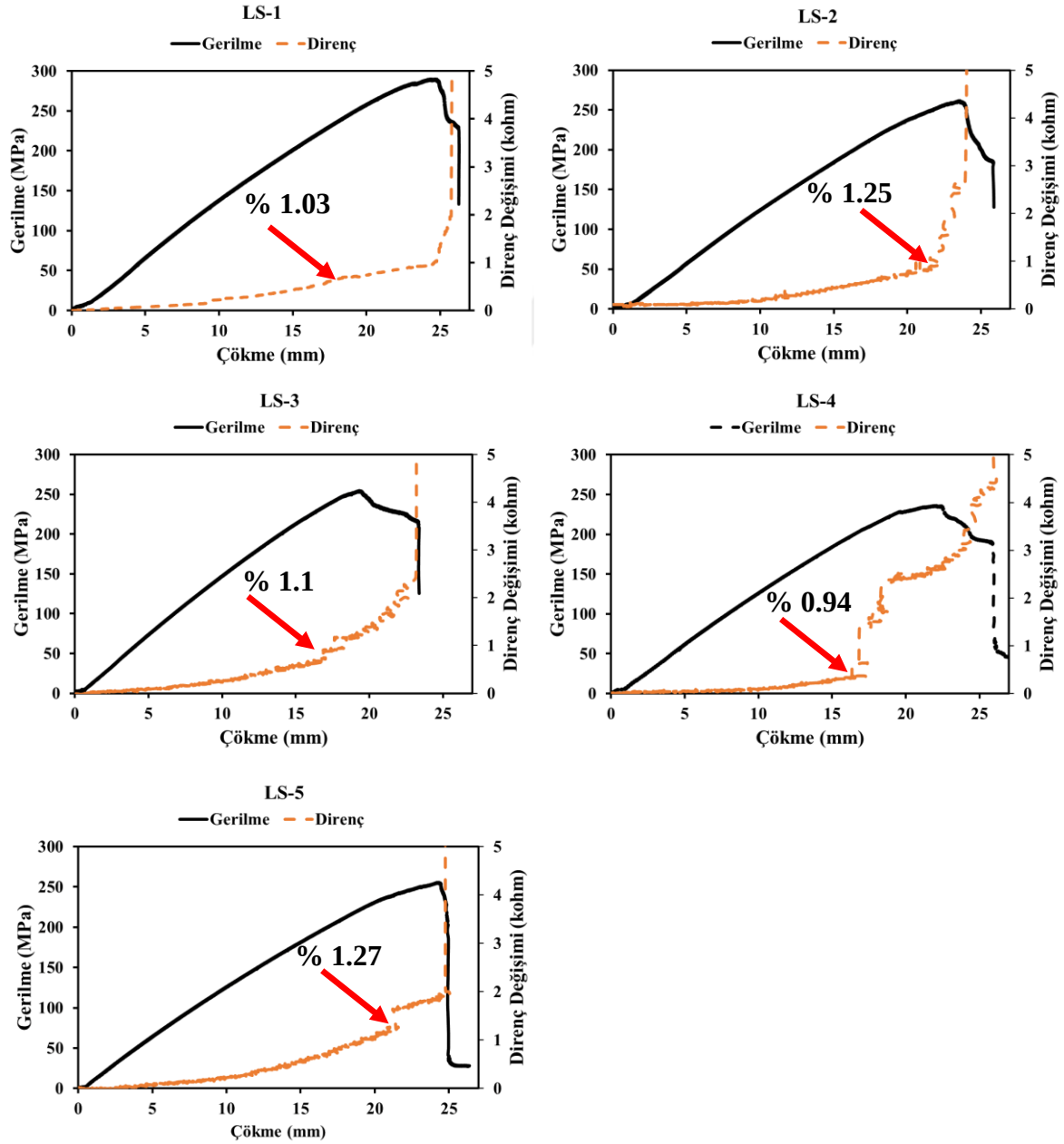


Şekil 4.31: Üretimi yapılan %0.4 KNT dolgulu yaprak yayların AC iletkenliklerinin frekansa bağlı değişimi.

4.8.2. Yaprak Yayların Statik Testi

Yaprak yayların statik testleri 5 mm/dak hızında gerçekleştirildi. Şekil 4.32’da % 0.4 KNT dolgulu yaprak yayların statik test sırasındaki eş zamanlı direnç değişimi görülmektedir. Grafikler incelendiğinde, yükleme başladığından itibaren artan yük ile beraber dirençte bir artışın olduğu görülmektedir. Dirençteki artış üç farklı bölgede incelenebilir. İlk bölgede, küçük kuvvetler altında matristeki mikro çatlaklar ve KNT’ler arasındaki mesafenin artması sebebiyle dirençte artış meydana gelmektedir. Direnç, ilk delaminasyon hasarının meydana geldiği anda KNT’ler arasındaki temas noktalarının önemli ölçüde azalması sonucu ani bir artış göstermektedir. İlk delaminasyon hasarının meydana geldiği elektriksel direnç değişimi, yaprak yayların yüksüz haldeki ilk direnç miktarı ile normalize edilerek yüzdelik olarak grafiklerde kırmızı ok ile gösterilmiştir. İkinci bölgede ise kuvvet artışına bağlı olarak delaminasyon seviyesi ve hasar yoğunluğu artarak KNT’ler arasındaki temas noktalarının daha fazla azalması dirençte daha hızlı bir artışa sebep vermektedir. Son olarak yay hasara uğradığında tabakalar

arası hasar sonucu KNT temas noktaları önemli ölçüde azalmakta ve dirençte ani bir artış görülmektedir. Sonuçlar, statik bir yükleme altındaki yaprak yayların eş zamanlı elektriksel direnç değişim yöntemiyle hasara uğrayabileceği gerilme ve çökme miktarı hakkında bir fikir vermektedir.



Şekil 4.32: % 0.4 KNT modifiyeli yaprak yayların statik test-eş zamanlı direnç ölçüm grafikleri.

Tablo 4.5’ de statik teste maruz bırakılan yaprak yayların test sonucunda elde edilen maksimum gerilme ve maksimum çökme değerleri ile hasar anındaki direnç değişimleri yer almaktadır. Ortalama maksimum gerilmenin 259.40 MPa ve ortalama maksimum çökmenin 22.56 mm olduğu görülürken bu ortalama değerlerin standart sapma miktarlarının düşük olduğu görülmektedir. İlk önemli hasarın başladığı andaki direnç değişimleri incelendiğinde ise minimum direnç değişiminin % 0.94, maksimum direnç değişiminin % 1.27 ve ortalama direnç değişiminin ise % 0.31’lik bir standart sapma ile % 1.12 olduğu görülmektedir.

Tablo 4.5: Statik test- eş zamanlı direnç ölçümü sonucunda elde edilen maksimum gerilme ve maksimum çökme değerleri ile hasar anındaki direnç değişimleri.

Numune kodu	Maksimum gerilme (MPa)	Maksimum çökme (mm)	İlk hasar anındaki direnç değişimi (%)
LS-1	290	24	1.03
LS-2	262	23.5	1.25
LS-3	254	19.3	1.1
LS-4	236	22	0.94
LS-5	255	24	1.27
Ortalama	259.4	22.56	1.12
Standart sapma	19.61	1.99	0.31

4.8.3. Yaprak Yayların Yorulma Testi

Yorulma testleri ile KNT dolgulu kompozit yaprak yayların eş zamanlı direnç ölçümü yöntemiyle hasar tespiti için yapılması amaçlanmıştır. Tablo 4.6’da yaprak yaylara dokuz farklı genlik için uygulanan yorulma test prosedürü görülmektedir. Yorulma test cihazı, deplasman kontrollü çalıştığı için farklı deplasman genliklerinde yorulma testleri gerçekleştirilmiştir. Test sırasında yaprak yaylara sinüzoidal bir kuvvet uygulanarak, maksimum çökme (δ_{maks}) ve minimum çökme (δ_{min}) miktarları sabit kalmakta, artan çevrim sayısı ile beraber değişken olarak yay gerilmesi alınmaktadır. Yorulma testlerinde, δ_{min} değeri 6 mm sabit alınırken δ_{maks} değeri değiştirilerek farklı deplasman genlikleri elde edilmiştir. Böylece, her bir farklı genlik için, denklem 4.1 ile ifade edilen farklı deplasman oranları (S) elde edilmiştir. Bu denklemde, $\delta_{ort,st}$ statik testler sonucu elde edilen ortalama maksimum çökme miktarını ifade etmektedir.

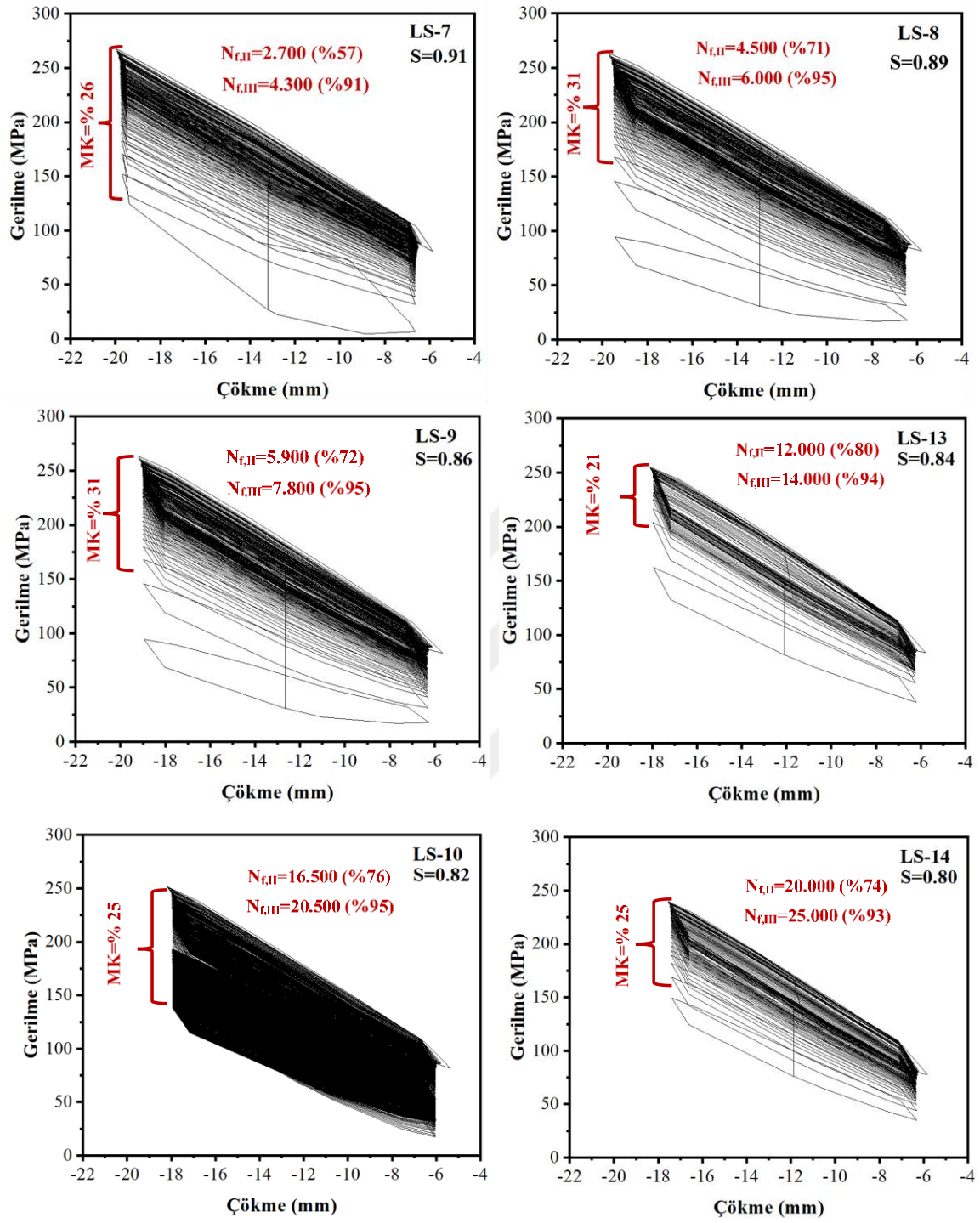
$$S = \frac{\delta_{maks}}{\delta_{ort,st}} \quad (4.1)$$

Tablo 4.6: Yorulma deney prosedürü.

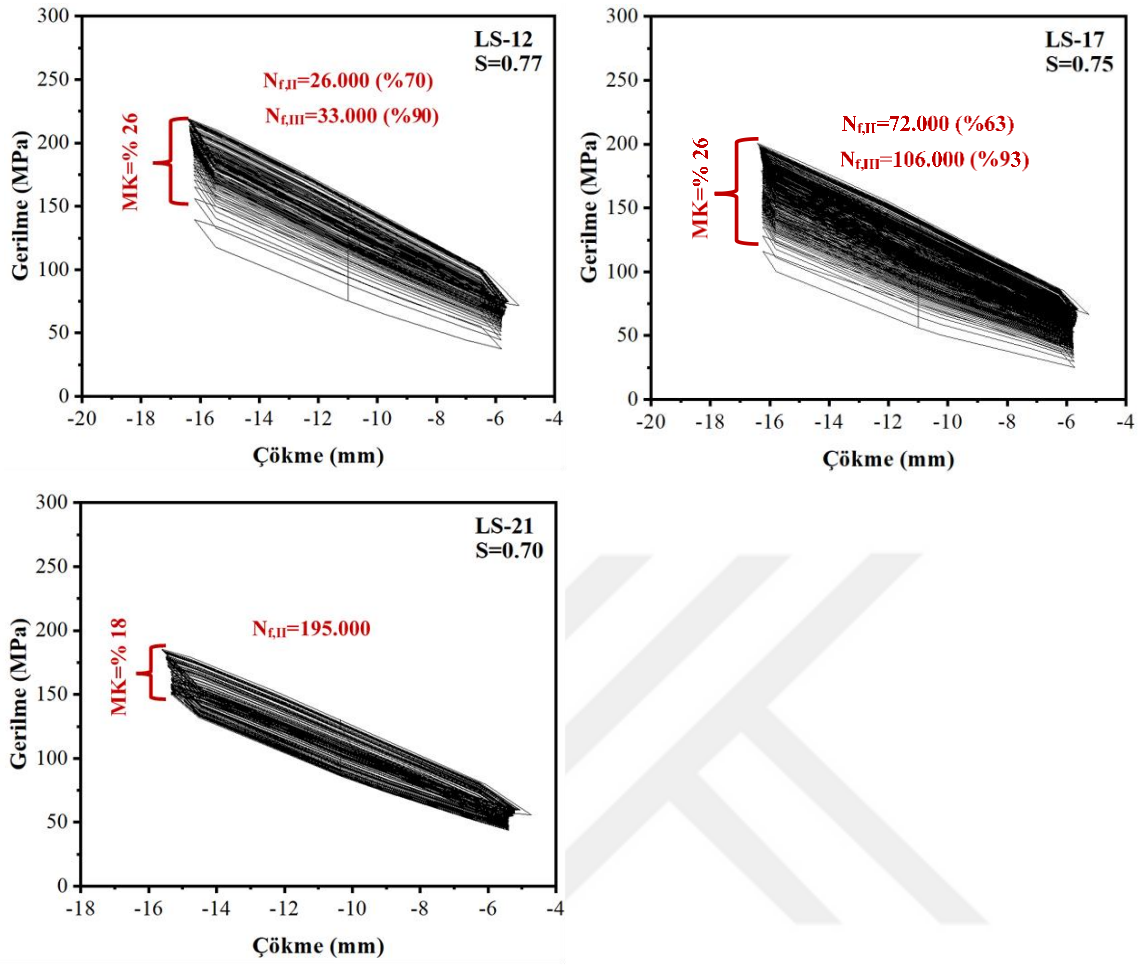
Numune Kodu	δ_{maks} (mm)	δ_{min} (mm)	S	$\sigma_{1,maks}$ (MPa)	$\sigma_{1,min}$ (MPa)	$\sigma_{1,ar}$ (MPa)
LS-7	20	6	0.91	268	81	187
LS-8	19.5	6	0.89	265	82	183
LS-9	19	6	0.86	260	82	178
LS-13	18.5	6	0.84	255	81	174
LS-10	18	6	0.82	251	81	170
LS-14	17.5	6	0.80	240	83	157
LS-12	17	6	0.77	220	71	149
LS-17	16.5	6	0.75	193	71	122
LS-21	15.5	6	0.70	185	75	110

Her bir deplasman genliği için δ_{min} değerine karşılık gelen bir minimum ilk gerilme ($\sigma_{1,min}$) değeri ve δ_{maks} değerine karşılık gelen maksimum ilk gerilme ($\sigma_{1,maks}$) değeri arasındaki fark, ilk çevrimdeki gerilme aralığını ($\sigma_{1,ar} = (\sigma_{1,maks}) - (\sigma_{1,min})$) vermektedir. Yorulma testinin çok yüksek frekanslarda yapılması malzeme içerisinde sıcaklık artışına sebep olabilmektedir. Sıcaklık artışı hem malzemenin sünek hale gelmesine hem de yaprak yay içerisinde dağılmış halde bulunan KNT'lerin elektriksel iletkenliklerinin değişmesine yol açabilmektedir. Bu sebeple yorulma testleri, aşırı ısınma problemine imkân vermediği için literatürde de sıklıkla kullanılan [108] ve yorulma prosedürünü hızlandırmak amacıyla 5 Hz. frekansta gerçekleştirilmiştir.

Şekil 4.33'de dokuz farklı genlikte yorulmaya maruz bırakılan yaprak yayların gerilme-deplasman grafikleri verilmektedir. Her bir genlik için sabit bir deplasman aralığında testlerin gerçekleştiği, buna karşılık da artan çevrim sayısı ile birlikte hasar birikimine bağlı olarak maksimum gerilme değerinin düştüğü görülmektedir. Ayrıca, kırılmaya yakın çevrimlerde hasar seviyeleri yüksek olduğu için gerilmeler arasındaki farklar artış göstermektedir.



Şekil 4.33: Dokuz farklı genlik için gerilme-çökme miktarı grafikleri.

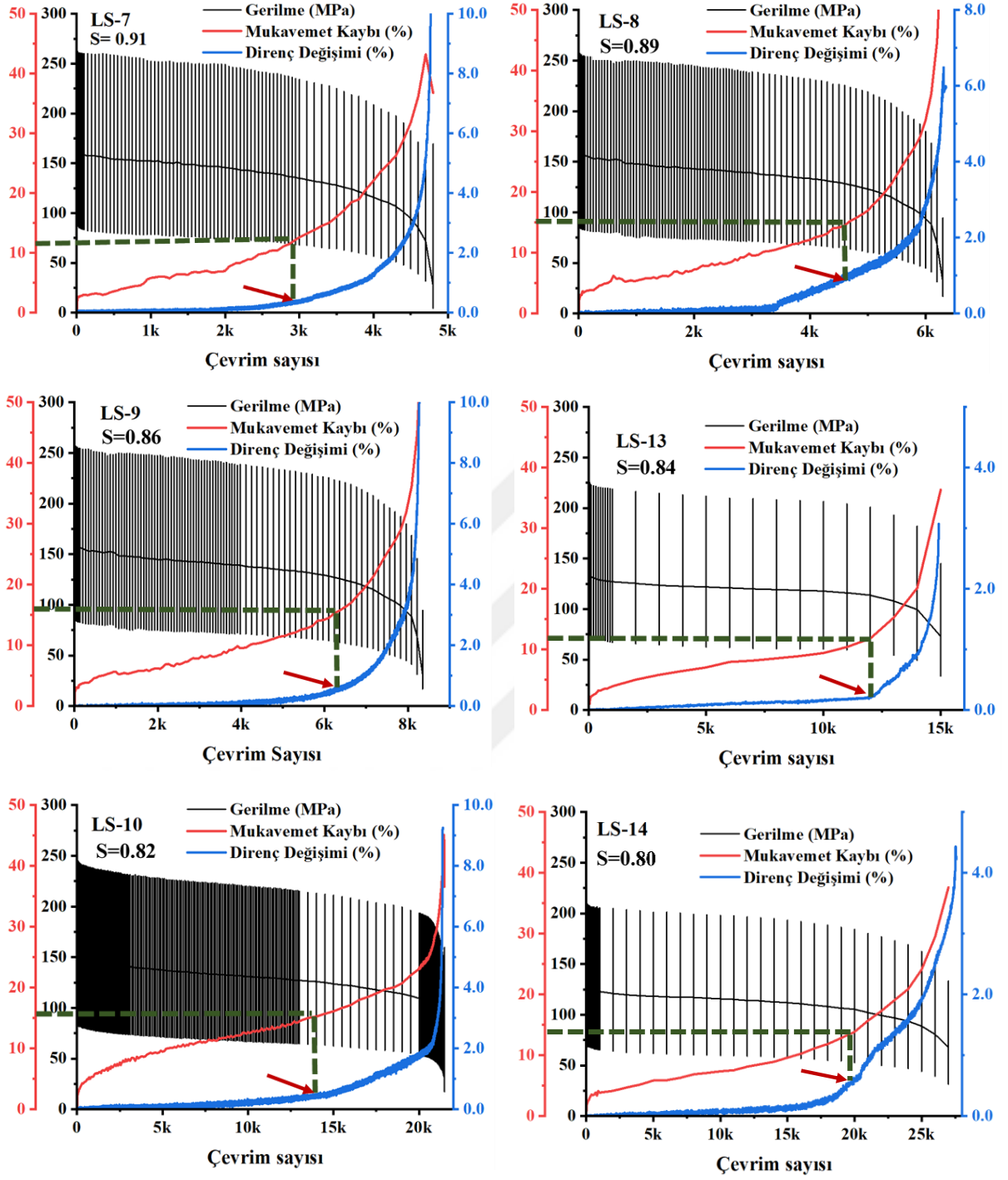


Şekil 4.33 (devam): Dokuz farklı genlik için gerilme-çökme miktarı grafikleri.

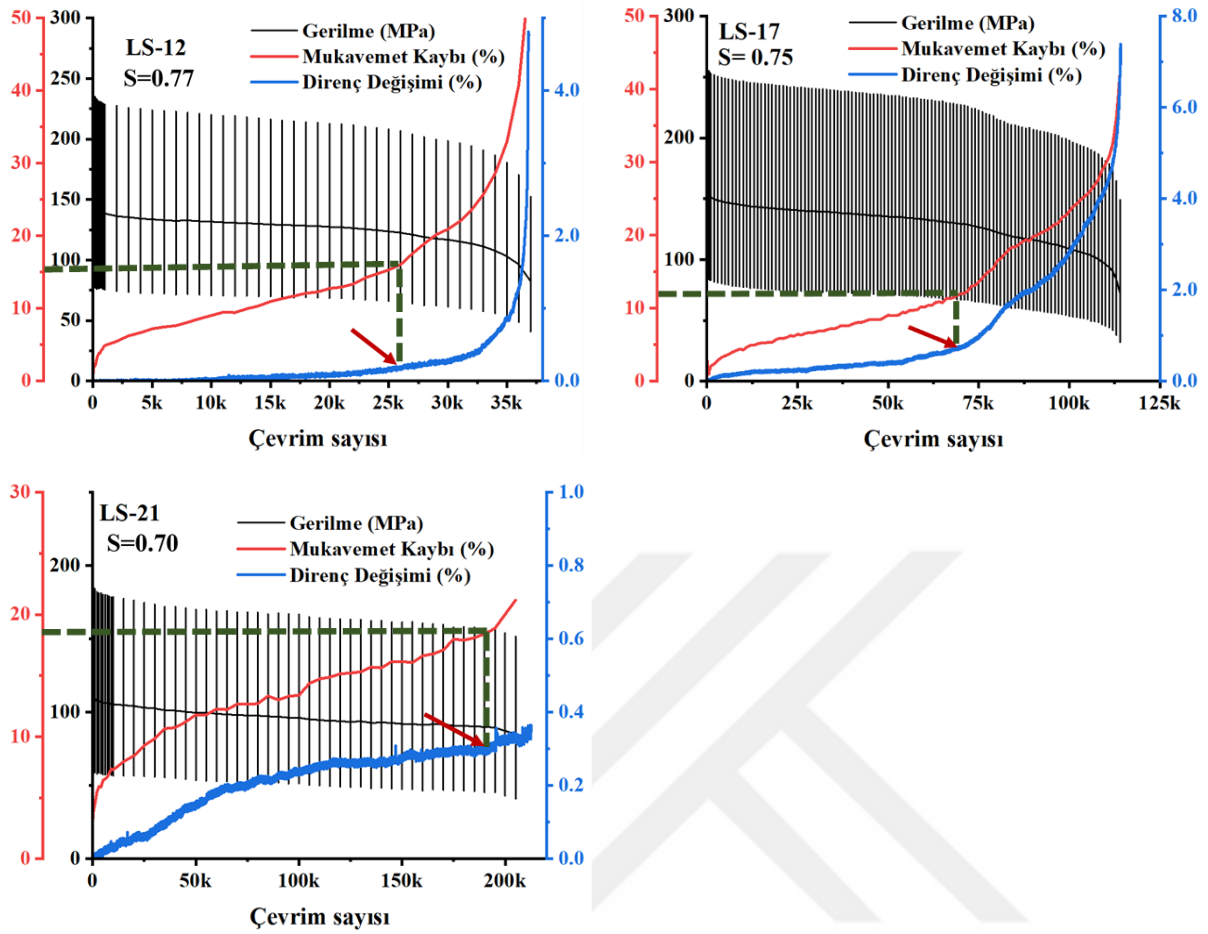
Şekil 4.34’de dokuz farklı genlikte yorulma testine maruz bırakılan KNT dolgulu yaprak yayların gerilme-çevrim grafikleri ve eş zamanlı direnç ölçüm yöntemiyle elde edilen direnç değişim eğrileri yer almaktadır. Her bir grafikte aynı zamanda artan çevrim sayısına paralel olarak yaprak yayların mukavemet kayıp oranları verilmektedir. Mukavemet kayıp (MK) oranı denklem 4.2 ile elde edilmiştir. Bu denklemde $\sigma_{1,maks}$ ilk çevrimdeki maksimum gerilmeyi ve $\sigma_{i,maks}$ her bir çevrim sonrası elde edilen maksimum gerilmeyi ifade etmektedir. Grafiklerdeki direnç değişim miktarı (ΔR) denklem 4.3 ile ifade edilmektedir. Bu denklemde R_i her bir çevrim sonrası elde edilen direnci ifade ederken, R_0 yaprak yayların yüksüz haldeki ilk direncini temsil etmektedir.

$$Mukavemet Kaybı (\%)_i = \frac{\sigma_{1,maks} - \sigma_{i,maks}}{\sigma_{1,maks}} \times 100 \quad (4.2)$$

$$\Delta R (\%) = \frac{R_i - R_0}{R_0} \times 100 \quad (4.3)$$



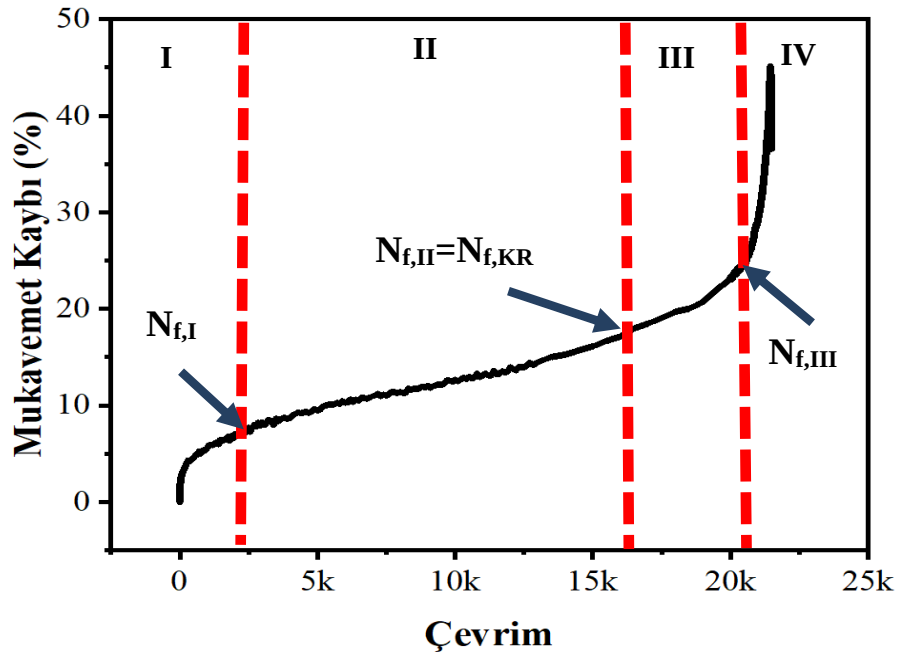
Şekil 4.34: Yaprak yayların dokuz farklı genlikteki yorulma testi-eş zamanlı direnç ölçüm grafikleri.



Şekil 4.34 (devam): Yaprak yayların dokuz farklı genlikteki yorulma testi-eş zamanlı direnç ölçüm grafikleri.

Grafiklerde, elektriksel direnç değişimleri ile yorulma testi sonucu yaprak yayda meydana gelen hasarlara bağlı olarak oluşan mukavemet kaybı arasında bir korelasyon olduğu görülmektedir. Yorulma testi sonucu elde edilen grafiklerde uygulanan genlik seviyesinden bağımsız olarak tüm testlerde dört farklı bölge oluşmaktadır (Şekil 4.35). Elyaf takviyeli polimer esaslı kompozit malzemelerin yorulma davranışlarında bu trend literatürde de görülmektedir [134]. KNT'ler, epoksi matris içerisinde dağıldığı ve cam elyaflara yedirildiği için tüm yapı içerisindeki matris çatlakları, elyaf kırılmaları ve delaminasyon gibi hasarlar direnç değişim yöntemiyle takip edilebilmektedir. Birinci hasar bölgesinde, dominant hasar mekanizması matris çatlakları olduğu için elektriksel direnç değişimindeki artış düşük seviyededir. İkinci bölgede ise yaprak yay içerisinde matris hasarlarının artış göstermesi ve elyaf kırılması ve delaminasyon hasarlarının başlaması ile direnç değişimi artmaya devam etmektedir. İkinci bölgeden üçüncü bölgeye geçişin olduğu kritik çevrim sayısında ($N_{f,II}=N_{f,KR}$) hasar seviyeleri önemli miktarda artış göstermeye başladığı için direnç değişim hızında da bir

artış görülmektedir. İkinci bölgeden üçüncü bölgeye geçişteki kritik çevrim sayısındaki direnç değişim miktarı, aynı zamanda yaprak yayların ciddi hasarlara uğrayarak yapısal bütünlüğünün bozulmaması için kritik direnç değişim miktarı (ΔR_{KR}) olarak seçilmiştir. Kritik direnç değişim miktarları grafiklerde kırmızı ok ile gösterilmektedir. Üçüncü bölgede, hasarların boyutuna paralel olarak direnç değişimindeki hızlı artış görülmektedir. Son bölgede ise yaprak yay tamamen bütünlüğünü kaybetmekte ve dirençte ani bir şekilde artış görülmektedir.



Şekil 4.35: Yorulma testlerinde farklı hasar seviyelerine denk gelen bölgeler.

Tablo 4.7' de yorulma testine maruz bırakılan yaprak yayların her bir bölgeye karşılık gelen mukavemet kayıpları, elektriksel direnç değişimleri ve yorulma ömürleri özet olarak verilmektedir. Sonuçlar, eş zamanlı direnç değişim yöntemiyle polimer esaslı kompozit yaprak yayların nanopartikül takviyesi ile yeterli seviyede iletken hale getirildiği takdirde yorulmaya bağlı yapısal hasar kontrolünün yapılabileceğini göstermektedir.

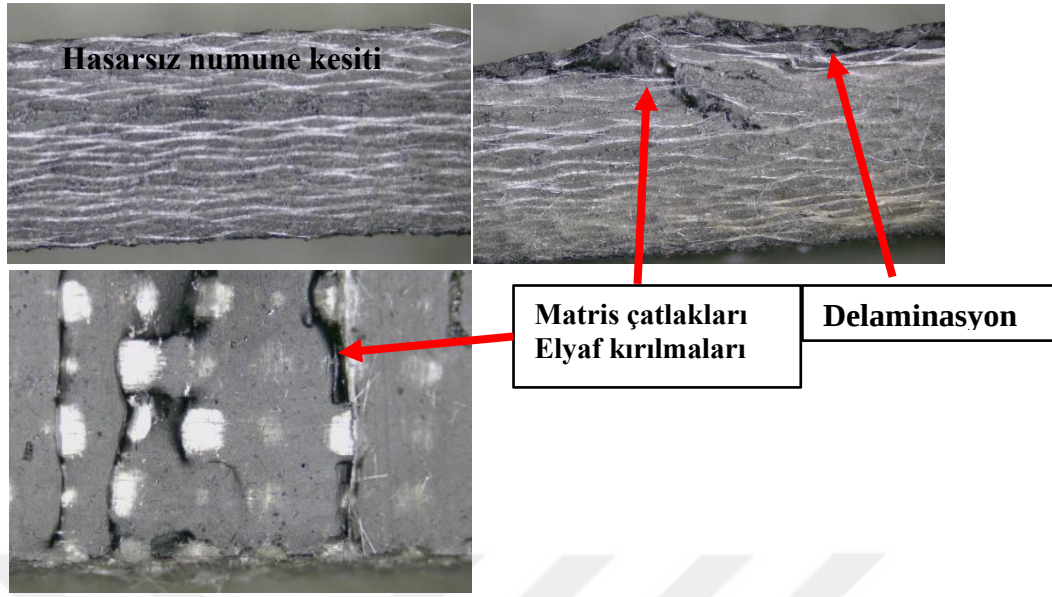
Tablo 4.7: Yorulma testi sonucunda her bir bölgeye karşılık gelen mukavemet kayıpları, elektriksel direnç değişimleri ve yorulma ömürleri.

Numune kodu	Özellik	N _{f,I}	N _{f,KR}	N _{f,III}
LS-7 R₀=124.182 ohm	<i>MK (%)</i>	3.2	12	26
	ΔR (<i>ohm</i>)	80	500	4425
	ΔR (%)	0.06	0.4	3.56
	Yorulma ömrü (%)	2.1	57	91
	Çevrim sayısı	100	2700	4301
LS-8 R₀=144.524 ohm	<i>MK (%)</i>	4	15	31
	ΔR (<i>ohm</i>)	90	1250	3500
	ΔR (%)	0.06	0.8	2.42
	Yorulma ömrü (%)	3.17	71	95
	Çevrim sayısı	200	4500	6001
LS-9 R₀=116.000 ohm	<i>MK (%)</i>	3.9	16	31
	ΔR (<i>ohm</i>)	30	720	3500
	ΔR (%)	0.03	0.62	2.42
	Yorulma ömrü (%)	2.56	72	95
	Çevrim sayısı	210	5900	7800
LS-13 R₀=379.433 ohm	<i>MK (%)</i>	3.75	12	21
	ΔR (<i>ohm</i>)	40	770	3700
	ΔR (%)	0.01	0.25	0.98
	Yorulma ömrü (%)	5.33	80	94
	Çevrim sayısı	800	12000	14000
LS-10 R₀=127.140 ohm	<i>MK (%)</i>	6.1	17	25
	ΔR (<i>ohm</i>)	110	1100	2650
	ΔR (%)	0.09	0.86	2.1
	Yorulma ömrü (%)	5.2	76	95
	Çevrim sayısı	1300	16500	20500
LS-14 R₀=340.486 ohm	<i>MK (%)</i>	3.85	14	25
	ΔR (<i>ohm</i>)	40	650	2500
	ΔR (%)	0.09	0.55	0.73
	Yorulma ömrü (%)	3.73	74	93
	Çevrim sayısı	1000	20000	25000
LS-12 R₀=335.766 ohm	<i>MK (%)</i>	5.45	16	26
	ΔR (<i>ohm</i>)	35	800	2390
	ΔR (%)	0.01	0.23	0.72
	Yorulma ömrü (%)	5.4	76	90
	Çevrim sayısı	2000	26000	33000

Tablo 4.7 (devam): Yorulma testi sonucunda her bir bölgeye karşılık gelen mukavemet kayıpları, elektriksel direnç değişimleri ve yorulma ömürleri.

Numune kodu	Özellik	I. bölge	II.bölge	III.bölge
LS-17 R₀=386.857 ohm	<i>MK (%)</i>	4	12	26
	ΔR (<i>ohm</i>)	390	3200	13800
	ΔR (%)	0.1	0.83	3.57
	Yorulma ömrü (%)	5.26	63	93
	Çevrim sayısı	6000	72000	106000
LS-21 R₀=479.100 ohm	<i>MK (%)</i>	7	18	-
	ΔR (<i>ohm</i>)	180	1600	-
	ΔR (%)	0.03	0.33	-
	Yorulma ömrü (%)	4.38	-	-
	Çevrim sayısı	8000	195000	-

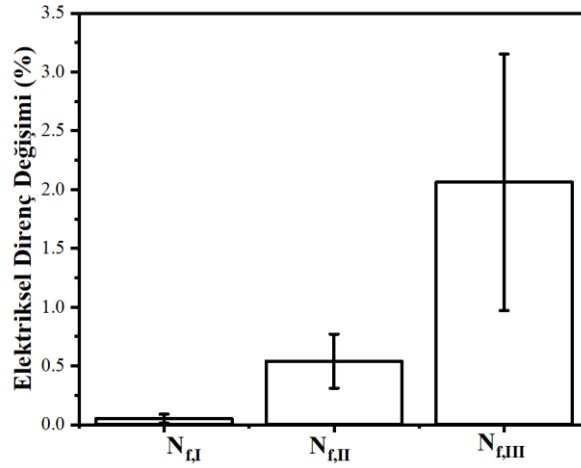
Yorulma testi - eş zamanlı iletkenlik ölçüm grafikleri genel olarak incelendiğinde, artan çevrim sayısı ile beraber yaprak yayların mukavemetlerinin düştüğü ve bu düşüşe karşılık elektriksel dirençlerinin arttığı görülmektedir. Birinci bölge, yaprak yayların yorulma ömrünün yaklaşık % 0-5'ine karşılık geldiği ve mukavemet kaybının % 0-5 arasında olduğu bölge olarak görülmektedir. Bu bölgede, ilk yükleme ile meydana gelen mukavemet kaybının sebebi üretim kaynaklı matris malzemesinde oluşan kusurlar sonucu mikro çatlakların meydana gelmesi ve bu çatlakların birleşerek matristeki hasar yoğunluğunun artmasıdır. İkinci bölge, yaprak yayların yorulma ömrünün yaklaşık %5-75'ine karşılık geldiği ve mukavemet kaybının % 5-18 arasında olduğu bölge olarak görülmektedir. Bu bölge, elyaf kırılmalarının ve başlangıç seviyesindeki delaminasyon hasarlarının mukavemet kaybına neden olduğu bölgedir. Üçüncü bölge, yaprak yayların yorulma ömrünün yaklaşık %75-95'ine karşılık geldiği ve mukavemet kaybının % 18 – 30 arasında olduğu bölge olarak görülmektedir. Bu bölge, matris çatlakları gibi küçük ölçekli hasarların ve elyaf kırılması ve delaminasyon gibi büyük ölçekli hasarların oluşum seviyesinin ve yoğunluğunun artış göstererek mukavemet kayıp hızının önemli ölçüde artış gösterdiği bölgedir. Bu sebeple ikinci hasar bölgesinden üçüncü hasar bölgesine geçişin olduğu çevrim sayıları yaprak yaylarda ilk önemli hasarların başladığı kritik çevrim sayısı olarak belirlenmiştir. Dördüncü bölge ise yorulma ömrünün % 95-100'üne karşılık geldiği ve mukavemet kaybının % 30 den fazla olduğu bölge olarak görülmektedir. Bu bölgede delaminasyon hasarı, elyaf kırılmaları ve matris çatlakları kararsız bir şekilde artarak yaprak yay yapısı bütünlüğünü ve direngenliğini tamamen kaybetmektedir (Şekil 4.36).



Şekil 4.36: Yorulma testi sonucu yaprak yaylarda oluşan delaminasyon hasarı.

4.8.4. Weibull Analizi

Yorulma testlerinde, kritik çevrim sayısına denk gelen (ikinci hasar bölgesinden üçüncü hasar bölgesine geçişin olduğu direnç değişim miktarı) direnç değişim miktarı, kritik direnç değişim miktarı olarak belirlenmiştir. Kritik direnç değişimi (ΔR_{KR}), yaprak yayın önemli bir hasara uğramadan aniden bütünlüğünü kaybetmemesi için pratikte kullanılabilecek bir referans değer görevi görebilecektir. Kritik direnç değişimleri, dokuz farklı genlikte yorulmaya maruz bırakılan yaprak yaylarda farklılık göstermektedir (Tablo 4.7). Şekil 4.37’de dokuz farklı genlikte yorulmaya maruz bırakılan yaprak yayların üç geçiş bölgesine karşılık gelen ortalama kritik direnç değişim miktarları standart sapmalarıyla birlikte verilmiştir. Ortalama kritik direnç değişim değerinin referans bir değer olarak kullanılması yaprak yayın yorulma hasarına uğramayacağını garanti edemez. Bu sebeple, istatistiksel bir yaklaşım olan Weibull analizi ile güvenilirliği yüksek olan bir elektriksel direnç değişim değerinin elde edilmesi amaçlanmıştır.

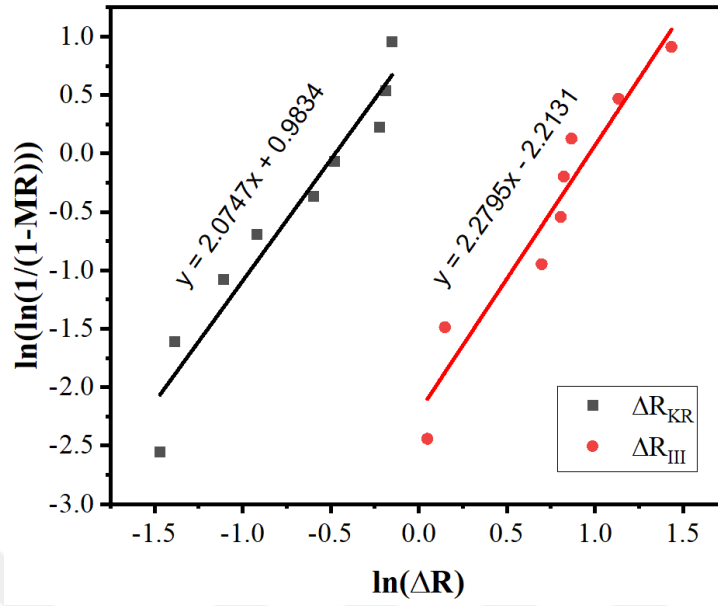


Şekil 4.37: Yorulma testlerinde geçiş bölgelerine karşılık gelen ortalama direnç değişim miktarları.

Tablo 4.8’de kritik çevrim sayısındaki elektriksel direnç değişimi için (ΔR_{KR}) Weibull dağılım grafiğinin elde edilmesinde kullanılan parametreler ve fonksiyonlar ile Weibull grafiği (Şekil 4.38) oluşturulduktan sonra elde edilen α ve β parametreleri yer almaktadır. α değeri % 63.2 hasar olasılığına yani % 36.8 güvenilirlik olasılığına ($R_{36.8}$) denk gelen karakteristik ömür değerini temsil ettiği için bu hasar olasılığındaki kritik direnç değişim oranı ($\Delta R_{KR,36.2}$) % 0.622 olarak elde edilmiştir. α ve β parametreleri kullanılarak hesaplanan % 95 (R_{95}) ve % 50 (R_{50}) güvenilirlikli kritik direnç değişim oranları sırasıyla $\Delta R_{KR,50}$ = % 0.52 ve $\Delta R_{KR,95}$ =% 0.15 olarak elde edilmiştir.

Tablo 4.8: ΔR_{KR} için elde edilen Weibull dağılım parametreleri.

ΔR_{KR} (%)	Rank	Median Rank (MR)	$\ln(\Delta R_{KR})$ (X eksen)	$\ln(\ln(1/(1-MR)))$ (Y eksen)	α	β
0.23	1	0.0745	-1.4697	-2.5589	0.622	2.07
0.25	2	0.1809	-1.3863	-1.6120		
0.33	3	0.2872	-1.1087	-1.0829		
0.4	4	0.3936	-0.9163	-0.6927		
0.55	5	0.5000	-0.5978	-0.3665		
0.62	6	0.6064	-0.4780	-0.0700		
0.8	7	0.7128	-0.2231	0.2211		
0.83	8	0.8191	-0.1863	0.5365		
0.86	9	0.9255	-0.1508	0.9545		



Şekil 4.38: ΔR_{KR} ve ΔR_{III} için Weibull grafikleri.

Yaprak yayların neredeyse kırılma noktasına geldiği üçüncü hasar bölgesindeki direnç değişim miktarı (ΔR_{III}) için Weibull grafiğinin elde edilmesinde kullanılan fonksiyonlar ve parametreler ile Weibull grafiği oluşturulduktan sonra elde edilen α ve β parametreleri Tablo 4.9 de yer almaktadır. Üçüncü hasar bölgesi için $R_{36.8}$, R_{50} , ve R_{95} güvenilirlikli direnç değişim miktarları hesaplanarak Tablo 4.10’de özet olarak verilmiştir.

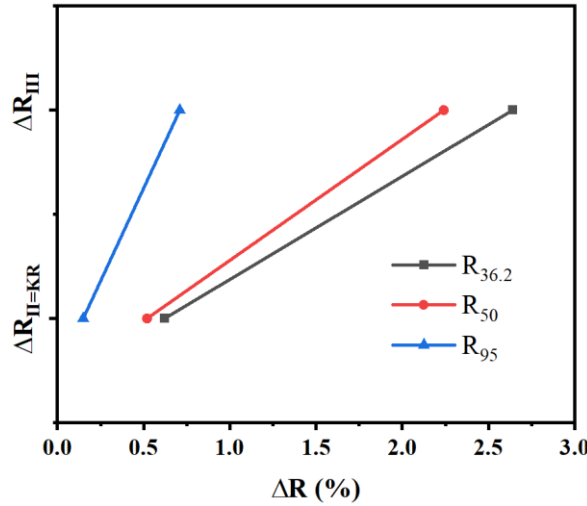
Tablo 4.9: ΔR_{III} için elde edilen Weibull dağılım parametreleri.

ΔR_{III} (%)	Rank	Median Rank (MR)	$\ln(\Delta R_{III})$ (X eksen)	$\ln(\ln(1/(1-MR)))$ (Y eksen)	α	β
1.05	1	0.0833	0.0488	-2.4417	2.64	2.28
1.16	2	0.2024	0.1484	-1.4867		
2.01	3	0.3214	0.6981	-0.9474		
2.24	4	0.4405	0.8065	-0.5436		
2.28	5	0.5595	0.8242	-0.1986		
2.38	6	0.6786	0.8671	0.1266		
3.11	7	0.7976	1.1346	0.4685		
4.2	8	0.9167	1.4351	0.9102		

Tablo 4.10: ΔR_{KR} ve ΔR_{III} için % 95 (R_{95}), % 50 (R_{50}) ve %36.2 ($R_{36.2}$) güvenilirlikli direnç değişim miktarları.

Güvenilirlik	ΔR_{KR} (%)	ΔR_{III} (%)
$R_{36.2}$	0.622	2.64
R_{50}	0.52	2.24
R_{95}	0.15	0.71

Şekil 4.39, ΔR_{KR} ve ΔR_{III} için %36.2, %50 ve %95 güvenilirlikli direnç değişim değerlerini göstermektedir. Beklenildiği gibi güvenilirlik yüzdesi arttıkça karşılık gelen direnç değişim değerleri her iki durum için de azalmaktadır. Güvenilirlik yüzdesi arttıkça ΔR_{KR} ile ΔR_{III} arasındaki farkın azaldığı görülmektedir. Bunun sebebi düşük güvenilirlik seviyelerinde hasar seviyelerinin ve yoğunluğunun özellikle ΔR_{III} için fazla olmasıdır. Hasar seviyelerinin fazla olduğu III. bölgede direnç değişim hızındaki artış da fazla olmakta ve bunun sonucunda ΔR_{KR} ve ΔR_{III} 'ye denk gelen direnç değişimleri arasındaki farkın değerinde de artış görülmektedir. Diğer yandan yüksek güvenilirlik seviyeleri hem ΔR_{KR} ve hem de ΔR_{III} için düşük hasar seviyelerinin olduğu bölgeye denk geldiği için direnç değişim miktarları arasındaki fark da azalmaktadır.



Şekil 4.39: ΔR_{KR} ve ΔR_{III} için %36.2, %50 ve %95 güvenilirlikli direnç değişim değerleri.

Tablo 4.12’de % 36.2, % 50 ve % 95 güvenilirlikteki ΔR_{KR} ve ΔR_{III} değerlerine karşılık gelen ortalama yorulma ömürleri ve ortalama mukavemet kayıp oranları verilmiştir. % 36.2, % 50 ve % 95 güvenilirlikteki ortalama yorulma ömürleri ΔR_{KR} için sırasıyla % 74.38, % 71.25 ve %

48.3 olarak ve ΔR_{III} için ise sırasıyla % 94.44, % 92.75 ve % 76.13 olarak hesaplanmıştır. % 36.2, % 50 ve % 95 güvenilirlikteki ortalama mukavemet kayıp oranları ΔR_{KR} için sırasıyla % 16.50, % 15.13 ve % 9.88 olarak ve ΔR_{III} için ise sırasıyla %31.13, 28.88, % 17.25 olarak hesaplanmıştır.

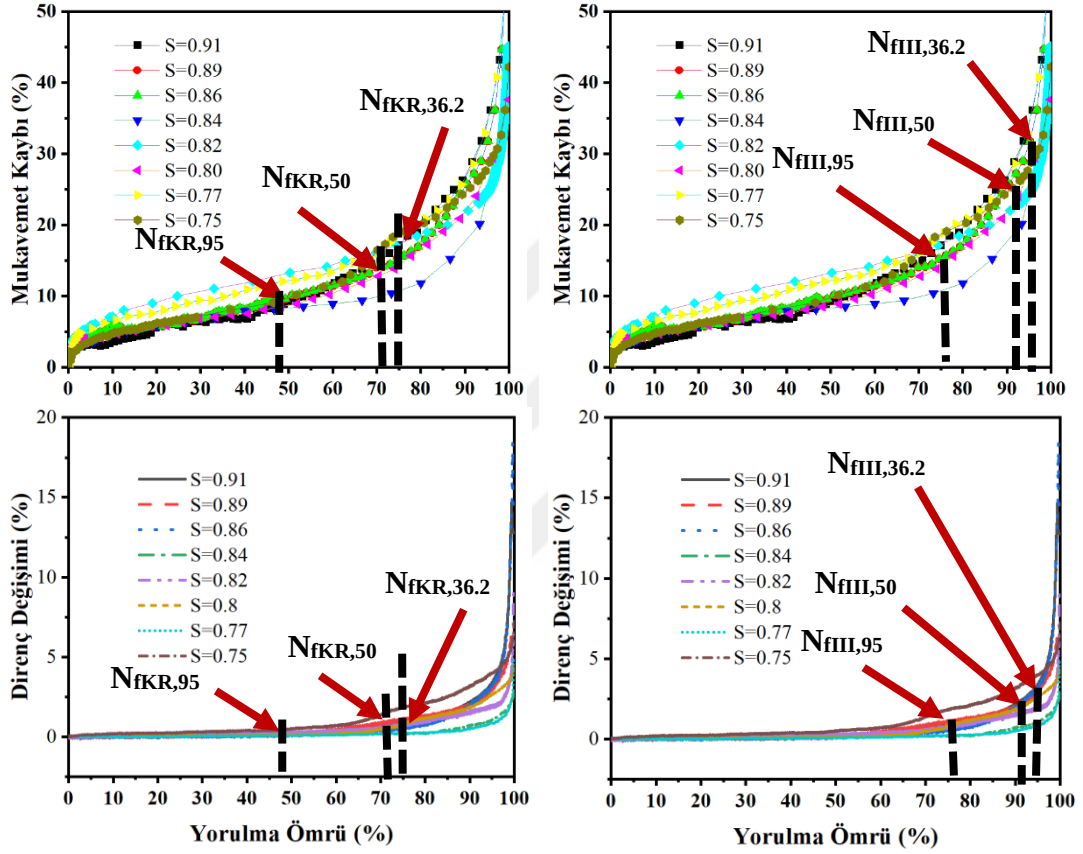
Tablo 4.11: % 95, % 50 ve % 36.2 güvenilirlikteki ΔR_{KR} ve ΔR_{III} değerlerine karşılık gelen yorulma ömürleri.

Numune kodu	$N_{f,KR} (\%)$			$N_{f,III} (\%)$		
	$N_{f,KR,95}$	$N_{f,KR,50}$	$N_{f,KR,36.2}$	$N_{f,III,95}$	$N_{f,III,50}$	$N_{f,III,36.2}$
LS-7 (S=0.91)	46	66	70	72	90	92
LS-8 (S=0.89)	52	62	65	67	92	93
LS-9 (S=0.86)	56	74	77	79	91	93
LS-13 (S=0.84)	65	87	89	90	98	99
LS-10 (S=0.82)	36	70	72	74	97	98
LS-14 (S=0.80)	56	71	73	74	93	95
LS-12 (S=0.77)	67	90	92	93	99	99.5
LS-17 (S=0.75)	7	50	57	60	82	86
Ortalama	48.13	71.25	74.38	76.13	92.75	94.44

Tablo 4.12: % 95, % 50 ve % 36.2 güvenilirlikteki ΔR_{KR} ve ΔR_{III} değerlerine karşılık gelen mukavemet kayıp (MK) oranları.

Numune kodu	$MK_{KR} (\%)$			$MK_{III} (\%)$		
	$MK_{KR,95}$	$MK_{KR,50}$	$MK_{KR,36.2}$	$MK_{III,95}$	$MK_{III,50}$	$MK_{III,36.2}$
LS-7 (S=0.91)	8	13	15	16	26	29
LS-8 (S=0.89)	10	12	13	13	27	28
LS-9 (S=0.86)	11	15	16	17	26	27
LS-13 (S=0.84)	9	15	17	18	34	35
LS-10 (S=0.82)	11	16	17	18	23	25
LS-14 (S=0.80)	10	13	14	14	24	26
LS-12 (S=0.77)	15	27	29	30	50	56
LS-17 (S=0.75)	5	10	11	12	21	23
Ortalama	9.88	15.13	16.50	17.25	28.88	31.13

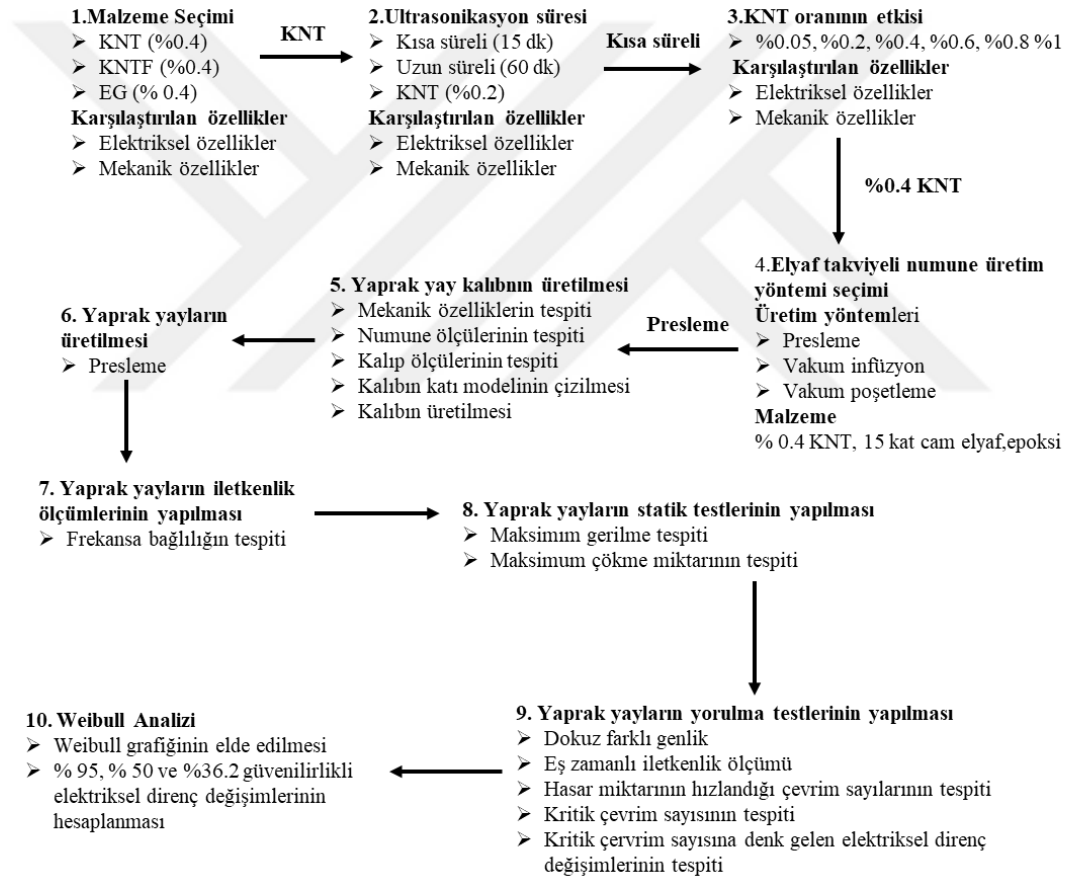
Şekil 4.40'de ise % 36.2, % 50 ve % 95 güvenirlilikteki ΔR_{KR} ve ΔR_{III} değerlerine karşılık gelen ortalama yorulma ömür ve mukavemet kayıp oran grafikleri görülmektedir. Yüksek güvenirlilik seviyelerinde ortalama yorulma ömrünün azaldığı ve buna paralel olarak da direnç değişim oranı ve mukavemet kayıp oranlarının azaldığı görülmektedir.



Şekil 4.40: % 36.2, % 50 ve % 95 güvenirlilikteki ΔR_{KR} ve ΔR_{III} değerlerine karşılık gelen ortalama yorulma ömür ve mukavemet kayıp oran grafikleri.

5. TARTIŞMA VE SONUÇ

Bu tez çalışması kapsamında, otomobillerde süspansiyon sisteminin bir parçası olarak kullanılan çelik yaprak yaylara alternatif olarak son yıllarda daha yüksek özgül dayanım ve daha yüksek yorulma ömürlerine sahip olmaları sebebiyle tercih edilen cam elyaf takviyeli epoksi kompozit yaprak yayların yorulma sonucu oluşan hasarlarının elektriksel direnç değişim yöntemiyle tespit edilmesi ve yüksek güvenilirlikli kritik bir elektrik direnç değişim değerinin tespit edilmesi amaçlanmıştır. Bu kapsamda yapılan çalışmaların iş akış şeması Şekil 5.1’de görülmektedir.



Şekil 5.1: Tez kapsamında yapılan çalışmaların iş akış planı.

Çalışma planının ilk aşamasında, ağırlıkça % 0.4 oranında KNT, KNTF ve EG nanopartikülleri epoksi içerisinde dolgu malzemesi olarak kullanılarak epoksinin elektriksel ve mekanik özellikleri incelenmiştir. Bu kapsamda, nanopartikül dolgulu epoksi numunelerin elektriksel karakterizasyonu için AC iletkenlik ölçümü yapılırken mekanik karakterizasyonu için üç nokta eğme testleri yapılmıştır. Dolgu olarak kullanılan nanopartikül malzemesinin elektriksel direnç

değişim yöntemiyle hasar tespitinin yapılabilmesi için epoksi içerisinde perkolasyon seviyesine ulaşarak iletken bir ağ yapısı oluşturması gerekmektedir. Epoksi içerisinde iletkenlik sağlanırken aynı zamanda mekanik özelliklerin iyileşmesi veya zayıflamaması amaçlanmalıdır. Bu sebeple dolgu malzemesi seçimi, direnç değişim yöntemiyle hasar tespitinin sağlıklı yapılabilmesi için büyük önem arz etmektedir. AC iletkenlik ölçümlerinde nanopartikül dolgulu epoksi numunelerin frekansa bağlılığına bakılarak perkolasyon seviyesi hakkında bir fikir edinilmiştir. İletkenliğin frekanstan bağımsız olduğu malzemeler rezistif olarak bilinirken iletkenliğin frekansa bağlı olarak artış gösterdiği malzemeler kapasitif olarak bilinmektedir. Nanopartikül dolgulu polimer malzemelerde ancak perkolasyonun sağlanması ile frekanstan bağımsız iletkenlik özelliği gösteren malzemeler üretilmektedir. Yapılan iletkenlik ölçüm sonuçlarına göre KNT dolgulu numunelerin rezistif bir özellik sergilediği görülürken KNTF dolgulu numunelerin düşük frekanslarda rezistif yüksek frekanslarda kapasitif bir özellik sergilediği görülmüştür. EG dolgulu numunelerin ise tamamen kapasitif bir özellik sergilediği tespit edilmiştir. Optik mikroskop görüntülerine göre KNTF'ler, epoksi içerisinde KNT'lere göre daha iyi bir dağılım göstermiştir. Daha iyi bir dağılıma rağmen daha zayıf iletkenlik özelliği göstermesinin sebebi -COOH ile fonksiyonelleştirme sonucu KNT'ler etrafında yalıtkan bir tabakanın oluşmasıdır. EG nanopartiküllerinin ise epoksi içerisinde ağısı bir yapı şeklinde dağılmadığı görülmektedir. Bunun sebebi EG'lerin daha düşük yüzey alanlarına sahip olmasıdır. EG takviyesiyle perkolasyonun sağlanabilmesi için çok daha yüksek oranlarda kullanılması gerekmektedir. Mekanik özellikler açısından incelediğinde ise her üç nanopartikül ilavesinin de eğilme dayanımını ve eğilme gerinimini arttırdığı ancak modüle önemli bir etkisinin olmadığı görülmüştür. KNT, KNTF ve EG kullanılan durumlarda saf epoksiye oranla dayanımdaki artışlar sırasıyla % 72, % 23 ve % 34 olarak, gerinimdeki artışlar % 102, % 35 ve % 29 olarak elde edilmiştir. Elde edilen sonuçlar neticesinde yaprak yaylarda KNT'lerin dolgu malzemesi olarak kullanılmasına karar verilmiştir.

İkinci aşamada ise ultrasonikasyon süresinin KNT'lerin dağılımına ve KNT dolgulu epoksi numunelerin mekanik ve elektriksel özelliklerine olan etkisi incelenmiştir. Ultrasonikasyon süresi arttıkça nanopartiküllerin polimerler içerisindeki dağılımlarının iyileştiği literatürden bilinmektedir. Ancak uzun süreli ultrasonikasyon sonucu KNT'lerin boylarında azalma olduğu ve KNT'lerin iletkenlik özelliklerinin zayıfladığı da literatürde raporlanmıştır. Kısa süreli (15 dk) ve uzun süreli (60 dk) karıştırma prosedürü ve % 0.2 KNT kullanılarak yapılan çalışmada uzun süreli ultrasonikasyon sonucu KNT topaklarının daha küçük olduğu

gözlemlenmiştir. Her iki ultrasonikasyon süresinde de iletkenliğin frekanstan bağımsız olduğu yani KNT'lerin perkolasyona uğradığı görülmüştür. Ancak kısa süreli karıştırma sonucu elde edilen elektriksel iletkenliğin uzun süreli karışım sonucu elde edilen iletkenlik değerinden az da olsa daha yüksek çıkmıştır. Aynı şekilde dayanım, gerinim ve modül değerlerinde kısa süreli karıştırma sonucu iyileşme gözlenirken uzun süreli karıştırmada zayıflama görülmüştür. Bunun sebebi, literatürde de yer alan uzun süreli ultrasonikasyon sonucu KNT boyutlarında azalma olabilir. Elde edilen bu sonuçlara göre, KNT'lerin epoksi içerisinde dağıtılması amacıyla yapılan ultrasonikasyon prosedürünün kısa süreli olarak yapılmasına karar verilmiştir.

Üçüncü aşamada, KNT oranının epoksinin elektriksel ve mekanik özelliklerine olan etkisi incelenmiştir. Bu amaçla, KNT'ler % 0.05, % 0.2, % 0.4, % 0.6, % 0.8 ve % 1 oranlarında epoksi içerisinde kullanılmıştır. Elektriksel ölçüm sonuçları KNT'lerin % 0.1 oranından itibaren perkolasyona uğradığını göstermiştir. İletkenlik, KNT oranı arttıkça artmış ancak %0.4 oranından sonra iletkenlikteki artışın önemli bir seviyede olmadığı görülmüştür. Eğilme dayanımının ve geriniminin %0.4 KNT oranına kadar arttığı ancak bu orandan sonra dayanım ve gerinimdeki iyileşmenin azaldığı görülmüştür. Yüksek KNT oranlarında mekanik özelliklerdeki zayıflamanın sebebi KNT topraklarının ve artan viskoziteye paralel olarak malzeme içerisindeki boşluk miktarının artmasıdır. Boşluklar malzemeyi zayıflatırken KNT toprakları gerilim konsantrasyonları oluşturmaktadır. %0.4 oranına kadar KNT'lerin elastisite modülüne önemli bir etkisinin olmadığı ancak %0.6 KNT oranında bir artış olduğu, % 0.8 ve % 1 oranlarında ise elastisite modülünün azaldığı görülmüştür. Tüm mekanik ve elektriksel ölçüm verileri incelediğinde % 0.4 KNT oranı yaprak yaylarda kullanılacak oran olarak tespit edilmiştir.

Dördüncü aşamada yaprak yayların üretimi için kullanılacak yöntemin seçimine yönelik bir çalışma yapılmıştır. Bu çalışmanın amacı, P, VB ve VI yöntemleriyle üretilen elyaf takviyeli plakalarda KNT'lerin plaka boyunca dağılım seviyesi hakkında fikir edinmektir. KNT'lerin plaka boyunca dağılım seviyesi, plakadan elde edilen numunelerin iletkenlik özellikleri karşılaştırılarak belirlenmiştir. KNT'lerin, kompozit plakaların her bölgesinde dağılım göstermemesi durumunda plakanın farklı bölgelerinden çıkan numunelerin iletkenliklerinin değişken olmasına yol açmaktadır. Bu durum her ne kadar KNT'ler saf epoksi içerisinde perkolasyona uğramış olsa da plakalarda KNT'ler açısından fakir olan bölgeden çıkan numunelerin kapasitif olmasına sebep vermektedir. Yaprak yayların üretim aşamasında bu

şekilde bir sorunla karşılaşmak eş zamanlı direnç ölçüm yöntemiyle hasar tespitini olanaksız hale getirecektir. Bu iş paketi kapsamında epoksi içerisinde ağırlıkça % 0.2, % 0.4 ve % 0.8 oranlarında KNT kullanılarak P, VB ve VI yöntemleriyle kupon numuneler üretilmiştir. Sonuçlar, % 0.2 KNT oranı için her üç yöntemle üretilen kompozit numunelerin iletkenliklerinin frekandan bağımsız olduğunu göstermektedir. Numunelerin 20 Hz'deki ortalama iletkenlik değerleri P, VB ve VI için sırasıyla 8.61×10^{-5} , 8.17×10^{-5} ve 1.33×10^{-4} olmakla beraber iletkenliklerin standart sapma değerlerinin düşük çıktığı görülmüştür. Bu sonuç, KNT'lerin üç yöntemle de üretilen kompozit plakalar içerisinde perkolasyona uğradığını göstermiştir. % 0.4 KNT oranı kullanılan durumda P ve VB ile üretimin yanısıra VI yöntemiyle üretim iki farklı reçine ön sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. VI ile üretimde, 25 °C reçine ön sıcaklığında (VI04-25) ve 50 °C reçine ön sıcaklığında (VI04-50) infüzyon işlemi yapılmıştır. Literatürde, KNT dolgulu epoksinin vakum infüzyon işlemi sırasında KNT'lerin elyaflar arasındaki boşluklarda birikerek filtrelendiği bilinmektedir. Bu durum infüzyon giriş kısmındaki KNT oranının yüksek, çıkış kısmındaki KNT oranının düşük olmasına yol açarak plaka boyunca farklı elektriksel özelliklerin oluşmasına yol açmaktadır. Bu sebeple KNT dolgulu epoksi reçinenin viskozitesini düşürerek filtrelenmeyi engelleyebilmek amacıyla vakum infüzyon işlemi oda sıcaklığının haricinde 50 °C'de de gerçekleştirildi. Sonuçlar, P, VB ve VI-50 ile üretilen kompozit numunelerin iletkenlik değerlerinin tüm frekans aralıklarında frekandan bağımsız bir özellik sergilediğini göstermiştir. VI-50 ile üretilen numunelerde filtrelenme az miktarda olduğu için ortalama iletkenlik değerlerinin standart sapmalarının düşük çıktığı görülmüştür. Ancak VI-25 ile üretilen plakalardan çıkan numunelerin ilk dört tanesi rezistif bir özellik sergilerken, KNT'lerin filtrelenmesi sebebiyle beşinci numunenin kapasitif bir özellik sergilediği görülmüştür. KNT filtrelenmesinin yüksek olması sebebiyle VI-25 ile üretilen numunelerin ortalama iletkenlik değerlerinin standart sapmaları diğer yöntemlere nispeten daha yüksek çıkmıştır. Ayrıca, VI-25 ve VI-50 yöntemleriyle üretilen numunelerden giriş kısmındaki numunelerin 20 Hz'deki iletkenlik değerlerinin çıkış kısmındakilerden daha yüksek olduğu görülmüştür. % 0.8 KNT oranı kullanılan durumda P ve VB ile üretimin yanısıra VI yöntemiyle üretim iki farklı reçine ön sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. VI ile üretimde, 25 °C reçine ön sıcaklığında (VI08-25) ve 50 °C reçine ön sıcaklığında (VI08-50) infüzyon işlemi yapılmıştır. P ve VB ile yapılan üretim sonucu tüm numunelerin rezistif bir davranış sergilediği görülmüştür. 25 °C'de yapılan VI işleminde giriş kısmındaki ilk iki numunede rezistif bir davranış görülürken sonraki üç numunede KNT'lerin önemli oranda filtrelenmesiyle kapasitif bir iletkenlik görülmüştür. 50 °C'de yapılan VI işleminde giriş kısmından itibaren ilk dört

numunede frekanstan bağımsız bir iletkenlik götürülürken beşinci numunede frekansa bağlı kapasitif bir iletim görülmektedir. Sonuçlar, reçinenin yüksek sıcaklıkta infüzyon edilmesinin viskoziteyi düşürdüğünü ve KNT'lerin filtrelene seviyesini önemli oranda azalttığını göstermiştir. Numunelerin 20 Hz'deki ortalama iletkenliklerinin standart sapmaları P ve VB yönteminde düşük çıkarken, her iki sıcaklıktaki infüzyon ile üretim yöntemlerinde KNT'lerin filtrelenmesi sebebiyle yüksek standart sapma miktarları ortaya çıkmıştır. Üç üretim yönteminde de KNT oranının artmasıyla iletkenliğin arttığı görülmüştür. Ancak % 0.4 oranından sonraki artışın önemli bir seviyede olmadığı görülmüştür. Bu aşamadaki tüm sonuçlar değerlendirildiğinde yaprak yayların % 0.4 KNT oranında üretilmesine karar verilmiştir. KNT'lerin tüm oranlarda plakaların her bölgesine dağılması, üretim maliyetinin diğer yöntemlere göre daha düşük ve üretim prosedürünün kolay olması gibi faktörler göz önünde bulundurularak yaprak yayların presleme yöntemiyle üretilmesine karar verilmiştir.

Yaprak yay üretim metodu ve kullanılacak KNT oranı belirlendikten sonra yaprak yay kalıbının imalatına yönelik çalışmalar yapılmıştır. Bu amaçla, yaprak yay malzemesinin mekanik özellikleri ve tasarım parametreleri belirlenerek yaprak yay ölçüleri tespit edilmiştir. Yaprak yay ölçülerine göre presleme yöntemine uygun alt ve üst kalıbın bilgisayar destekli programlama yardımıyla katı modeli çizilerek imalatı yapılmıştır. Presleme yönteminde tek seferde beş adet yaprak yay elde edilebilecek şekilde üretim yapılmıştır. Yaprak yayların statik ve yorulma testleri sırasında eş zamanlı direnç ölçümlerinin yapılabilmesi için yayların her iki ucuna da en alt ve üstte konumlanacak şekilde karbon elyaf elektrotlar yerleştirilmiştir.

Yaprak yayların üretiminden sonra her bir yaprak yay numunesinin AC iletkenlik ölçümü yapılarak frekanstan bağımsız bir özelliğin sergilediği görülmüştür. Bir sonraki aşamada yaprak yayların statik testleri yapılarak ortalama maksimum gerilme ve çökme miktarları elde edilmiştir. Statik testler sırasında eş zamanlı direnç ölçümü yapılarak hasara bağlı elektriksel direnç değişimleri gözlenmiştir. Bu çalışmadan elde edilen sonuçlar ile literatürde üç nokta eğme testine maruz bırakılan numunelerin eş zamanlı direnç değişimleri arasında benzerlik bulunmaktadır. İlk yüklemenin başladığı andan itibaren direnç değişimi hemen hemen lineer olarak artış göstermiştir. Bu bölgedeki direnç artışlarının mikro ölçekteki matris hasarlarına tekabül ettiği düşünülmektedir. Sonrasında elyaf kırılması veya delaminasyon başlangıcı gibi ilk önemli hasarın başladığı anda dirençte ani bir artış görülmüştür. Bu aşamadan sonra artan kuvvet miktarıyla birlikte hasar seviyesindeki ve direnç değişimindeki artışta hızlanmıştır.

Malzeme tamamen kırıldığında ise dirençte aniden yüksek miktarlarda artış görülmüştür. Yay içerisinde birbirleriyle temas ederek meydana gelen KNT ağ yapısının mikro (matris çatlakları) ve makro ölçekteki (delaminasyon) hasarlar tarafından bozularak, KNT'ler arasındaki temas noktalarının ve bölgelerinin azalması sebebiyle yayların direnç değerleri artış göstermektedir.

Yorulma testleri deplasman kontrollü olarak 5 Hz frekansta dokuz farklı deplasman genliğinde gerçekleştirilmiştir. Minimum çökme miktarı 6 mm sabit alınarak maksimum çökme miktarının değiştirilmesiyle farklı deplasman genlikleri elde edilmiştir. Maksimum çökme miktarının statik testler sonucu elde edilen ortalama maksimum çökme miktarına oranlanmasıyla elde edilen dokuz farklı S oranında (0.91, 0.89, 0.86, 0.84, 0.82, 0.80, 0.77, 0.75, 0.70) yorulma testleri gerçekleştirilmiştir. Yorulma testleri sırasında her bir numunenin aynı zamanda eş zamanlı direnç ölçümü yapılmıştır. Testler neticesinde gerilme-çevrim sayısı-direnç değişim miktarı-mukavemet kayıp oranları tek bir grafikte birleştirilerek yorumlamalar yapılmıştır. Aynı zamanda her bir genlikteki testin gerilme-çökme eğrileri de grafiğe aktararak sabit çökme miktarları arasındaki mukavemet kayıp oranları net bir şekilde görülmüştür. Elektriksel direnç değişim eğrileri, hasar seviyesinin bir göstergesi olan mukavemet kayıp oranıyla uyumlu çıkmıştır. Yorulma testlerinde dört farklı hasar bölgesinin ortaya çıktığı görülmüştür. Bu hasar bölgeleri literatürde de elde edilen hasar bölgeleriyle benzerlik göstermektedir. Hasar bölgelerinde ikinci hasar bölgesinden üçüncü hasar bölgesine geçiş olduğunda mukavemet kayıp oranı hızlanmaktadır. Bu sebeple ikinci hasar bölgesinden üçüncü hasar bölgesine geçişin olduğu andaki çevrim sayısı kritik çevrim sayısı ($N_{f,II}=N_{f,KR}$), direnç değişimi ise kritik direnç değişim oranı ($\Delta R_{II}=\Delta R_{KR}$) olarak tespit edilmiştir. Kritik çevrim sayısında, direnç değişim hızı da artış göstermiştir. Üçüncü hasar bölgesinden dördüncü hasar bölgesine geçişin olduğu andaki çevrim sayısı ($N_{f,III}$) ve kritik direnç değişim oranı (ΔR_{III}) da tespit edilmiştir. Genlik seviyesi arttırıldıkça beklenildiği gibi $N_{f,II}$ ve $N_{f,III}$ değerlerinde artışlar görülmüştür. Her bir genlikteki $N_{f,II}$ çevrim sayısına denk gelen ΔR_{KR} oranı ve $N_{f,III}$ çevrim sayısına denk gelen ΔR_{III} oranı tespit edilmiştir. Bir sonraki aşamada Weibull analizi ile ΔR_{KR} ve ΔR_{III} oranları için farklı güvenilirlik seviyelerinde elektriksel direnç değişim değerlerinin elde edilmesi amaçlanmıştır. Özellikle mukavemet kayıp oranı hızının artış gösterdiği andaki ΔR_{KR} oranı için yüksek güvenilirlikli bir direnç değişim oranının tespit edilmesi hasarların önüne geçilebilmesi için önem arz etmektedir. Weibull analizi sonucu % 95, % 50 ve %36.2 güvenilirlikli direnç değişim oranları ΔR_{KR} için $\Delta R_{KR,95}= \% 0.15$, $\Delta R_{KR,50}= \% 0.52$ ve $\Delta R_{KR,36.2}= \% 0.62$ olarak ve ΔR_{III} için $\Delta R_{III,95}= \% 0.71$, $\Delta R_{III,50}= \% 2.24$ ve $\Delta R_{III,36.2}= \% 2.64$ olarak tespit edilmiştir. Aynı zamanda

$\Delta R_{KR,95}$, $\Delta R_{KR,50}$ ve $\Delta R_{KR,36.2}$ oranlarına karşılık gelen ortalama yorulma ömürleri sırasıyla $N_{fKR,95} = \% 48.3$, $N_{fKR,50} = \% 71.25$ ve $N_{fKR,36.2} = 74.38$ olarak $\Delta R_{III,95}$, $\Delta R_{III,50}$ ve $\Delta R_{III,36.2}$ oranlarına karşılık gelen ortalama yorulma ömürleri ise sırasıyla $N_{fIII,95} = \% 76.13$, $N_{fIII,50} = \% 92.75$ ve $N_{fIII,36.2} = 94.44$ olarak elde edilmiştir. $\Delta R_{KR,95}$ ve $\Delta R_{KR,50}$ oranları arasındaki fark yüksek iken $\Delta R_{KR,50}$ ve $\Delta R_{KR,36.2}$ oranları arasındaki farkın düşük olduğu görülmüştür. Bunun sebebi, hasar seviyelerinin düşük güvenilirlikli olduğu bölgelerde direnç değişim eğrisindeki eğimlerin yüksek olmasıdır.

Tez kapsamında küçük ölçekli kompozit yaprak yayların yorulmaya maruz bırakılmasıyla meydana gelen hasar seviyeleri, KNT'lerin yüksek elektriksel iletkenliğinden faydalanılarak, elektriksel direnç değişim yöntemiyle eş zamanlı olarak izlenebilmiştir. Aynı zamanda yüksek güvenilirlikli kritik bir direnç değişim oranı tespit edilerek bu oranın yaprak yayların hasara uğramaması için referans bir değer olarak kullanılabileceği belirtilmiştir. Literatürde yorulma hasarlarının direnç değişim yöntemiyle tespitine yönelik çalışmalar sınırlı olmakla beraber bu çalışmalarda kritik hasarların olduğu andaki elektriksel direnç değişim oranından faydalanılarak istatistiksel bir yaklaşımla hasarların önüne geçilebileceği üzerine bir yaklaşım ortaya konulmamıştır. Bu sebeple, tez kapsamında elde edilen bu sonuçların literatüre önemli bir katkısının olacağı düşünülmektedir.

Tez çalışmasının devamında, elde edilen yüksek güvenilirlikli kritik direnç değişim oranının referans bir değer olarak kullanılarak, direnç değişimi bu referans değere ulaştığında Bluetooth vb. kablosuz arayüz üzerinden araç kullanıcısının cep telefonuna veya cep telefonunda geliştirilen yazılımla doğrudan üretici firmaya iletilen alarm durumunun derhal devreye girmesi hedeflenmektedir.

Elyaf takviyeli polimer esaslı kompozit malzemelerin rüzgâr türbin pervaneleri ve uçak kanatları gibi yorulmaya maruz kalan önemli yapılarda kullanıldığı düşünülürse servis şartlarında bu yapıların yapısal sağlık kontrollerinin yani hasar seviyelerinin izlenebilmesi ve önemli hasarların oluşmadan gerekli önlemlerin alınarak önüne geçilmesi hem güvenlik hem de maliyet açısından büyük önem arz etmektedir. Tez kapsamında yorulmaya maruz kalan yaprak yaylar için ortaya konulan metodoloji yorulma yüküne maruz kalan tüm yapılara uygulanabileceği düşünülmektedir. Tez çalışmasından çıkan sonuçların ışığında gerçek boyutlu kompozit yaprak yaylar ve uçak kanadı gibi büyük ölçekli bir yapı üzerinde elektriksel direnç

değişim yöntemiyle hasar tespitine yönelik bir uygulamanın yapılması da gelecekte yapılabilecek çalışmalardan birisidir.



KAYNAKLAR

- [1] Kaw, AA., 2005, *Mechanics of Composite Materials*, 2nd ed., CRC Press.
- [2] Yu, WJ. ve Kim, HC., 1988, Double tapered FRP beam for automotive suspension leaf spring, *Composite Structures*, 9, 279–300.
- [3] Kueh, JJ. ve Faris, T., 2012, Finite element analysis on the static and fatigue characteristics of composite multi-leaf spring, *Journal of Zhejiang University SCIENCE A*, 13 (3), 159-164.
- [4] Lo, KH., Mccusker, JJ. ve Gottenberg, WG., 1987, Composite leaf spring for tank trailer suspensions, *Journal of Reinforced Plastics and Composites*; 6 (1), 100-112.
- [5] Jamadar, NI., Kivade, SB. ve Raushan, R., 2018, Failure analysis of composite mono leaf spring using modal flexibility and curvature method, *Journal of Failure Analysis and Prevention*, 18, 782-790.
- [6] Rajendran, I. ve Vijayarangan, S., 2001, Optimal design of a composite leaf spring using genetic algorithms, *Computers and Structures*, 79, 1121–1129.
- [7] Gratton, M. ve Sancaktar, E., 1997, Design, analysis, and optimization of composite leaf springs for light vehicle applications, *American Society of Mechanical Engineers, Design Engineering Division*, 96, 7–17.
- [8] Al-Qureshi, HA., 2001, Automobile leaf springs from composite materials, *Journal of Materials Processing Technology*, 118, 58–61.
- [9] Shokrieh, MM. ve Rezaei, D., 2003, Analysis and optimization of a composite leaf spring, *Composite Structures*, 60, 317–325.
- [10] Hou, JP., Jeronimidis, G. ve Cherruault, JY., 2005, Design, testing, and simulation of fibre composite leaf springs for heavy axle loads, *The Journal of Strain Analysis for Engineering Design*, 40, 497–504.

- [11] Shankar, G. ve Vijayarangan, S., 2006, Mono composite leaf spring for light weight vehicle–design, end joint analysis and testing, *Materials Science*, 12, 220–225.
- [12] Kumar, MS. ve Vijayarangan, S., 2007, Design optimization and experimental analysis of composite leaf spring for light passenger vehicles, *Advances in Vibration Engineering*, 6, 175–183.
- [13] Kumar, MS. ve Vijayarangan, S., 2007, Analytical and experimental studies on fatigue life prediction of steel and composite multi-leaf spring for light passenger vehicles using life data analysi,. *Materials Science-Medziagotyra*, 13, 141–146.
- [14] Subramanian, C. ve Senthilvelan, S., 2011, Joint performance of the glass fiber reinforced polypropylene leaf spring, *Composite Structures*, 93, 759–766.
- [15] Patunkar, MM. ve Dolas, DR., 2011, Modelling and analysis of composite leaf spring under the static load condition by using FEA, *International Journal of Mechanical and Industrial Engineering*, 1, 1–4.
- [16] Jadhao, KK. ve Dalu, RS., 2011, Experimental investigation & numerical analysis of composite leaf spring, *International Journal of Engineering Science & Technology (IJEST)*, 3, 4759–4764.
- [17] Gebremeskel, SA., 2013, Design, Simulation, and Prototyping of Single Composite Leaf Spring for Light Weight Vehicle, *Global Journal of Researches in Engineering Mechanical and Mechanics Engineering*; 12 (3).
- [18] Rajesh, S. ve Bhaskar, GB., 2014, Experimental investigation on laminated composite leaf springs subjected to cyclic loading, *International Journal of Engineering and Technology*, 6, 95–101.
- [19] Patil, RM. ve diğ., 2014, Fabrication and testing of composite leaf spring for light passenger vehicle, *International Journal of Current Engineering and Technology*, 3, 67–72.

- [20] Ravindra, AP. ve Belkar, AAS., 2014, Performance analysis of carbon fiber with epoxy resin based composite leaf spring, *International Journal of Current Engineering and Technology*, 4 (1), 536–541.
- [21] Koçhan, C. ve Belevi, M., 2017, Experimental investigation of fiber reinforced composite leaf springs, *Materials Testing*, 59 (10), 853-858.
- [22] Sumio, I., 1991, Helical microtubules of graphitic carbon, *Nature*, 354, 56–58.
- [23] Ebbesen, T. ve Ajayan, P., 1992, Large-scale synthesis of carbon nanotubes, *Letters to Nature*, 358, 220–222.
- [24] Dresselhaus, MS., Dresselhaus, G. ve Saito, R., 1995, Physics of carbon nanotubes, *Carbon*, 33 (7), 883–891.
- [25] Mintmire, JW., Dunlap, BI. ve White, CT., 1992, Are fullerene tubules metallic? *Physical Review Letters*, 68 (5), 631–634.
- [26] Hamada, N., Sawada, SI. ve Oshiyama, A., 1992, New one-dimensional conductors: Graphitic microtubules, *Physical Review Letters*, 68 (10), 1579–1581.
- [27] Saito, Y. ve diğ., 1993, Interlayer spacings in carbon nanotubes, *Physical Review B*, 48 (3), 1907.
- [28] Chen, G. ve diğ., 2004, Preparation and characterization of graphite nanosheets from ultrasonic powdering technique, *Carbon*, 42 (4), 753–759.
- [29] Thostenson, ET., Ren, Z. and Chou, TW., 2001, Advances in the science and technology of carbon nanotubes and their composites: A review, *Composites Science and Technology*, 61 (13), 1899-1912.
- [30] Ribeiro, B., Botelho, EC. ve Costa, ML., 2017, Carbon nanotube buckypaper reinforced polymer composites: A review, *Polimeros* 27 (3), 247–255.
- [31] Jin, Y. ve Yuan, FG., 2003, Simulation of elastic properties of single-walled carbon nanotubes, *Composites Science and Technology*, 63, 1507–1515.

- [32] Journet, C. ve diğ., 1997, Large-scale production of single-walled carbon nanotubes by the electric-arc technique, *Nature*, 388, 756–758.
- [33] Rinzler, AG. ve diğ., 1998, Large-scale purification of single-wall carbon nanotubes: Process, product, and characterization, *Applied Physics A: Materials Science and Processing*, 67, 29–37.
- [34] Koziol, K., Boskovic, BO. ve Yahya, N., 2011, Synthesis of carbon nanostructures by CVD method, *Advanced Structured Materials*, 5, 23–49.
- [35] Treacy, MMJ., Ebbesen., TW. ve Gibson, JM., 1996, Exceptionally high Young's modulus observed for individual carbon nanotubes, *Nature*, 381, 678–680.
- [36] Wong, EW., Sheehan, PE. ve Lieber, CM., 1997, Nanobeam mechanics: Elasticity, strength, and toughness of nanorods and nanotubes, *Science*, 277 (5334), 1971–1975.
- [37] Salvétat, JP. ve diğ., 1999, Elastic and shear moduli of single-walled carbon nanotube ropes, *Physical Review Letters*, 82 (5), 944–947.
- [38] Yu, MF. ve diğ., 2000, Strength and breaking mechanism of multiwalled carbon nanotubes under tensile load, *Science*, 287 (5453), 637–640.
- [39] Ruoff, RS., Qian, D. ve Liu, WK., 2003, Mechanical properties of carbon nanotubes: Theoretical predictions and experimental measurements, *Comptes Rendus Physique*, 4, 993–1008.
- [40] Anantram, MP. ve Léonard, F., 2006, Physics of carbon nanotube electronic devices. *Reports on Progress in Physics*, 69 (3), 507–561.
- [41] Gojny, FH. ve diğ., 2004, Carbon nanotube-reinforced epoxy-composites: Enhanced stiffness and fracture toughness at low nanotube content, *Composites Science and Technology*, 64 (15), 2363–2371.
- [42] Fidelus, JD. ve diğ., 2005, Thermo-mechanical properties of randomly oriented carbon/epoxy nanocomposites, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 36 (11), 1555–1561.

- [43] Rajoria, H. ve Jalili, N., 2005, Passive vibration damping enhancement using carbon nanotube-epoxy reinforced composites, *Composites Science and Technology*, 65 (14), 2079–2093.
- [44] Thostenson, ET. ve Chou, TW., 2006, Processing-structure-multi-functional property relationship in carbon nanotube/epoxy composites, *Carbon*, 44 (14), 3022–3029.
- [45] Sandler, J. ve diğ., 1999, Development of a dispersion process for carbon nanotubes in an epoxy matrix and the resulting electrical properties, *Polymer*, 40 (21), 5967–5971.
- [46] Bryning, MB. ve diğ., 2005, Very low conductivity threshold in bulk isotropic single-walled carbon nanotube-epoxy composites, *Advanced Materials*, 17 (9), 1186–1191.
- [47] Miyagawa, H. ve Drzal, LT., 2004, Thermo-physical and impact properties of epoxy nanocomposites reinforced by single-wall carbon nanotubes, *Polymer*, 45 (15), 5163–5170.
- [48] Lau, KT. ve diğ., 2005, Thermal and mechanical properties of single-walled carbon nanotube bundle-reinforced epoxy nanocomposites: The role of solvent for nanotube dispersion, *Composites Science and Technology*, 65 (5), 719–725.
- [49] Zhu, J. ve diğ., 2003, Improving the dispersion and integration of single-walled carbon nanotubes in epoxy composites through functionalization, *Nano Letters*, 3 (8), 1107–1113.
- [50] Christopher, AD. ve James, M.T., 2006, Functionalized carbon nanotubes in composites, 1st ed., CRC Press.
- [51] Zhao, Z. ve diğ., 2013, Multiple functionalization of multi-walled carbon nanotubes with carboxyl and amino groups, *Applied Surface Science*, 276, 476–481.
- [52] Shojaeiarani, J., Bajwa, D. ve Holt, G., 2020, Sonication amplitude and processing time influence the cellulose nanocrystals morphology and dispersion, *Nanocomposites*, 6 (1), 41–46.
- [53] Foundation, A. ve diğ., 1996, Mechanical damage of carbon nanotubes by ultrasound, *Carbon*, 34 (6), 814–816.

- [54] Hirsch, A. ve diğ., 2005, Functionalization of carbon nanotubes, 245, 193–237.
- [55] Balasubramanian, K. ve Burghard, M., 2005, Chemically functionalized carbon nanotubes, *Small*, 1 (2), 180-192.
- [56] Tasis, D. ve diğ., 2006, Chemistry of carbon nanotubes, *Chemical Reviews*, 106 (3), 1105–1136.
- [57] Mickelson, ET. ve diğ., 1998, Fluorination of single-wall carbon nanotubes, *Chemical Physics Letters*, 296, 188-194.
- [58] Kelly, KF. ve diğ., 1999, Insight into the mechanism of sidewall functionalization of single-walled nanotubes: an STM study, *Chemical Physics Letters*, 313 (3), 445-450.
- [59] Hu, H. ve diğ., 2003, Sidewall functionalization of single-walled carbon nanotubes by addition of dichlorocarbene, *Journal of the American Chemical Society*, 125 (48), 14893–14900.
- [60] Unger, E. ve diğ., 2002, Electrochemical functionalization of multi-walled carbon nanotubes for solvation and purification, *Current Applied Physics*, 2 (2), 170-111.
- [61] Esumi, K. ve diğ., 1996, Chemical treatment of carbon nanotubes, *Physica B: Condensed Matter*, 323 (11), 280-283.
- [62] Yu, R. ve diğ., 1998, Platinum Deposition on Carbon Nanotubes via Chemical Modification, *Chem. Mater*, 10 (3), 718–722.
- [63] Wang, SC., Chang, KS. ve Yuan, CJ., 2009, Enhancement of electrochemical properties of screen-printed carbon electrodes by oxygen plasma treatment, *Electrochimica Acta*, 54 (21), 4937–4943.
- [64] Ma, PC., Kim, JK. ve Tang, BZ., 2006, Functionalization of carbon nanotubes using a silane coupling agent, *Carbon*, 44 (15), 3232–3238.
- [65] McCarthy, B. ve diğ., 2002, A microscopic and spectroscopic study of interactions between carbon nanotubes and a conjugated polymer, *The Journal of Physical Chemistry B*, 106 (9), 2210-2216

- [66] Vaisman, L., Wagner, HD. ve Marom, G., 2006, The role of surfactants in dispersion of carbon nanotubes, *Advances in Colloid and Interface Science*, 128–130, 37–46.
- [67] Mitchell, CA. ve diğ., 2002, Dispersion of functionalized carbon nanotubes in polystyrene, *Macromolecules*, 35 (23), 8825–8830.
- [68] Moniruzzaman, M. ve Winey KI., 2006, Polymer nanocomposites containing carbon nanotubes, *Macromolecules*, 39 (16), 5194–5205.
- [69] Pötschke, P., Dudkin, SM. ve Alig, I., 2003, Dielectric spectroscopy on melt processed polycarbonate - multiwalled carbon nanotube composites, *Polymer*, 44 (17), 5023–5030.
- [70] Barrau, S. ve diğ., 2003, Dc and ac conductivity of carbon nanotubes-polyepoxy composites. *Macromolecules*, 36 (14), 5187–5194.
- [71] Song, YS. ve Youn, JR., 2005, Influence of dispersion states of carbon nanotubes on physical properties of epoxy nanocomposites, *Carbon*, 43 (7), 1378–1385.
- [72] Bai. ve JB, Allaoui, A., 2003, Effect of the length and the aggregate size of MWNTs on the improvement efficiency of the mechanical and electrical properties of nanocomposites - Experimental investigation, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 34 (8), 689–694.
- [73] Schueler, R. ve diğ., 1997, Agglomeration and electrical percolation behavior of carbon black dispersed in epoxy resin, *Journal of Applied Polymer Science*, 63 (13): 1741–1746.
- [74] Bauhofer, W. and Kovacs, JZ., 2009, A review and analysis of electrical percolation in carbon nanotube polymer composites, *Composites Science and Technology*, 69 (10), 1486–1498.
- [75] Chakraborty, AK. Ve diğ., 2011, Carbon nanotube (CNT)-epoxy nanocomposites: A systematic investigation of CNT dispersion, *Journal of Nanoparticle Research*, 13 (12), 6493–6506.
- [76] Glaskova, T. ve diğ., 2012, Quantitative optical analysis of filler dispersion degree in MWCNT-epoxy nanocomposite, *Composites Science and Technology*, 72 (4), 477–481.

- [77] Gupta, ML. ve diğ., 2013, The effect of mixing methods on the dispersion of carbon nanotubes during the solvent-free processing of multiwalled carbon nanotube/epoxy composites, *Journal of Polymer Science, Part B: Polymer Physics*, 51 (6), 410–420.
- [78] Natarajan, B. ve diğ., 2016, Multiscale metrologies for process optimization of carbon nanotube polymer composites, *Carbon*, 108, 381–393.
- [79] Ota, T. ve diğ., 1997, Control of percolation curve by filler particle shape in Cu-SBR composites, *Journal of Materials Science Letters*, 16, 1182–1183.
- [80] Okoro, CU. ve diğ., 2011, Mechanical characterization of XD-grade carbon nanotube/epon 862 processed by dual phase dispersion technique, *Journal of Engineering Materials and Technology, Transactions of the ASME*, 133 (4), 24–27.
- [81] Gkikas, G., Barkoula, NM. ve Paipetis, AS., 2012, Effect of dispersion conditions on the thermo-mechanical and toughness properties of multi walled carbon nanotubes-reinforced epoxy, *Composites Part B: Engineering*, 43 (6), 2697–2705.
- [82] Li, J. Ve diğ., 2007, Correlations between percolation threshold, dispersion state, and aspect ratio of carbon nanotubes, *Advanced Functional Materials*, 17 (16), 3207–3215.
- [83] Goudarzi, R. ve Motlagh, GH., 2019, The effect of graphite intercalated compound particle size and exfoliation temperature on porosity and macromolecular diffusion in expanded graphite, *Heliyon*, 5 (10), e025952.
- [84] Yasmin, A., Luo, J., ve Daniel, IM., 2006, Processing of expanded graphite reinforced polymer nanocomposites, *Composites Science and Technology*, 66 (9), 1182–1189.
- [85] Zheng, W. ve Wong, S., 2003, Electrical conductivity and dielectric properties of PMMA / expanded graphite composites, *Composites Science and Technology*, 63 (2), 225–235.
- [86] Wang, L., Zhang, L. ve Tian, M., 2012, Effect of expanded graphite (EG) dispersion on the mechanical and tribological properties of nitrile rubber / EG composites, *Wear*, 276–277, 85–93.
- [87] Murariu, M. ve diğ., 2010, The production and properties of polylactide composites filled with expanded graphite, *Polymer Degradation and Stability*, 95 (5), 889–900.

- [88] Jia, W., Tchoudakov, R. ve diğ., 2005, Narkis M. Performance of expanded graphite and expanded milled-graphite fillers in thermosetting resins, *Polymer Composites*, 26 (4), 526–533.
- [89] We, B. ve Yang, S., 2021, Polymer composites with expanded graphite network with superior thermal conductivity and electromagnetic interference shielding performance, *Chemical Engineering Journal*, 404, 126437.
- [90] Raulo, A. ve diğ., 2016, Expanded graphite (EG) as a potential filler in the reduction of percolation threshold of multiwall carbon nanotubes (MWCNT) in the PMMA/HDPE/EG/MWCNT nanocomposites, *Polymer Composites*, 37 (7), 2070–2082.
- [91] Mazela, B., Batista, A. ve Grześkowiak, W., 2020, Expandable graphite as a fire retardant for cellulosic materials—A Review. *Forests*, 11 (7), 755.
- [92] Abot, JL. ve diğ., 2010, Delamination detection with carbon nanotube thread in self-sensing composite materials, *Composites Science and Technology*, 70 (7), 1113–1119.
- [93] Prakash, R., 1980, Non-Destructive Testing of Composites, *Composites* 1980; 11, 217–224.
- [94] Boller, C., 2009, Encyclopedia of Structural Health Monitoring, *John Wiley & Sons, Ltd.*
- [95] Park, JM. ve diğ., 2008, Self-sensing and dispersive evaluation of single carbon fiber/carbon nanotube (CNT)-epoxy composites using electro-micromechanical technique and nondestructive acoustic emission, *Composites Part B: Engineering*, 39 (7), 1170–1182.
- [96] Baughman, RH. ve diğ., 1999, Carbon nanotube actuators, *Science*, 284, 1340–1344.
- [97] Dharap, P. ve diğ., 2004, Nanotube film based on single-wall carbon nanotubes for strain sensing, *Nanotechnology*, 15 (3), 379–382.
- [98] Thostenson, ET. ve Chou, TW., 2008, Carbon nanotube-based health monitoring of mechanically fastened composite joints, *Composites Science and Technology*, 68 (12), 2557–2561.

- [99] Houshyar, S., Shanks, RA. ve Hodzic, A., 2005, The effect of fiber concentration on mechanical and thermal properties of fiber-reinforced polypropylene composites, *Journal of Applied Polymer Science*, 96 (6), 2260–2272.
- [100] Thostenson, ET. ve Chou, TW., 2008, Real-time in situ sensing of damage evolution in advanced fiber composites using carbon nanotube networks, *Nanotechnology*, 19 (21), 215713.
- [101] Martin, CA. ve diğ., 2004, Formation of percolating networks in multi-wall carbon-nanotube-epoxy composites, *Composites Science and Technology*, 64 (15), 2309–2316.
- [102] Kim, B., Lee, J. ve Yu I., 2003, Electrical properties of single-wall carbon nanotube and epoxy composites. *Journal of Applied Physics*, 94, 6724–6728.
- [103] Gao, L. ve diğ., 2009, Coupled carbon nanotube network and acoustic emission monitoring for sensing of damage development in composites, *Carbon*, 47 (5), 1381–1388.
- [104] Thostenson, ET. ve Chou, TW., 2006, Carbon nanotube networks: sensing of distributed strain and damage for life prediction and self healing, *Advanced Materials*, 18 (21), 2837–2841.
- [105] Gao, L. ve diğ., 2011, In situ sensing of impact damage in epoxy/glass fiber composites using percolating carbon nanotube networks, *Carbon*, 49 (10), 3382–3385.
- [106] Liu, Y., Rajadas, A. ve Chattopadhyay, A., 2012, A biomimetic structural health monitoring approach using carbon nanotubes, *The journal of the Minerals, Metals & Materials Society*, 64 (7), 802–807.
- [107] Böger, L. ve diğ., 2008, Load and health monitoring in glass fibre reinforced composites with an electrically conductive nanocomposite epoxy matrix, *Composites Science and Technology*, 68, 1886–1894.
- [108] Kravchenko, OG. ve diğ., 2018, Conductive interlaminar interfaces for structural health monitoring in composite laminates under fatigue loading, *Materials and Design*, 160, 1217–1225.

- [109] Viets, C., Kaysser, S. ve Schulte, K., 2014, Damage mapping of GFRP via electrical resistance measurements using nanocomposite epoxy matrix systems, *Composites Part B: Engineering*, 65, 80–88.
- [110] Paleari, L. ve diğ., 2021, Structural monitoring of glass fiber/epoxy laminates by means of carbon nanotubes and carbon black self-monitoring plies, *Nanomaterials*, 11 (1543), 1-14.
- [111] Reifsnider, KL., 1991, *Fatigue of composite materials*, Elsevier.
- [112] Harris, B., 2005, *Fatigue in composites*, CRC Press.
- [113] Hwang, W. ve Han, KS., 1986, Fatigue of composites—fatigue modulus concept and life prediction, *Journal of Composite Materials*, 20 (2), 154–165.
- [114] Mostafa, NH. ve diğ., 2016, Fibre prestressed polymer-matrix composites: A review, *Journal of Composite Materials*, 51 (1), 39–66.
- [115] Markus, S., 2010, *Identification of failure mechanisms in hybrid materials utilizing pattern recognition techniques applied to acoustic emission signals*, Thesis (PhD), University of Augsburg.
- [116] Mayuet, PF. ve diğ., 2015, SOM/SEM based characterization of internal delaminations of CFRP samples machined by AWJM, *Procedia Engineering*. 132, 693–700.
- [117] Sakin, R. ve Ay, I., 2008, Statistical analysis of bending fatigue life data using Weibull distribution in glass-fiber reinforced polyester composites, *Materials and Design*, 29 (6), 1170–1181.
- [118] Strzelecki, P., 2021, Determination of fatigue life for low probability of failure for different stress levels using 3-parameter Weibull distribution, *International Journal of Fatigue*, 145, 106080.
- [119] Ding, J. ve Cheng, L., 2020, Ultra-high three-point bending fatigue fracture characteristics of CFRP modified by MWCNTs and fatigue life data analysis, *Composite Structures*; 259, 113468.

- [120] Jiménez-Suárez, A. ve diğ., 2016, Effect of filtration in functionalized and non-functionalized CNTs and surface modification of fibers as an effective alternative approach, *Composites Part B: Engineering*, 94, 286–291.
- [121] Brancato, V. ve diğ., 2013, Effect of functional groups of multi-walled carbon nanotubes on the mechanical, thermal and electrical performance of epoxy resin based nanocomposites. *Journal of Composite Materials*, 47 (24), 3091–3103.
- [122] Guadagno, L. ve diğ., 2011, Effect of functionalization on the thermo-mechanical and electrical behavior of multi-wall carbon nanotube/epoxy composites, *Carbon*, 49 (6), 1919–1930.
- [123] Gulotty, R. ve diğ., 2013, Effects of functionalization on thermal properties of single-wall and multi-wall carbon nanotube-polymer nanocomposites, *ACS Nano*, 7 (6), 5114–5121.
- [124] Zhou, Y. ve diğ., 2008, Fabrication and characterization of carbon/epoxy composites mixed with multi-walled carbon nanotubes, *Materials Science and Engineering A*, 475 (1), 157–165.
- [125] Choi, YK. ve diğ., 2005, Mechanical and physical properties of epoxy composites reinforced by vapor grown carbon nanofibers, *Carbon*, 43 (10), 2199–2208.
- [126] Zhou, Y. ve diğ., 2007, Experimental study on the thermal and mechanical properties of multi-walled carbon nanotube-reinforced epoxy, *Materials Science and Engineering A*, 452 (5): 657–664.
- [127] Montazeri, A. ve Montazeri, N., 2011, Viscoelastic and mechanical properties of multi walled carbon nanotube/epoxy composites with different nanotube content, *Materials and Design*, 32 (4), 2301–2307.
- [128] Her, SC. ve Lin, KY., 2017, Dynamic mechanical analysis of carbon nanotube-reinforced nanocomposites, *Journal of Applied Biomaterials and Functional Materials*, 15 (1), 13–18.

- [129] Esmizadeh, E., Yousefi, AA. ve Naderi, G., 2015, Effect of type and aspect ratio of different carbon nanotubes on cure behavior of epoxy-based nanocomposites, *Iranian Polymer Journal (English Edition)*, 24 (1), 1-12.
- [130] Prolongo, SG., Gude, MR. ve Ureña, A., 2009, Synthesis and characterisation of epoxy resins reinforced with carbon nanotubes and nanofibers, *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 9 (10), 6181–6187.
- [131] Goyat, MS. ve diğ., 2019, Superior thermomechanical and wetting properties of ultrasonic dual mode mixing assisted epoxy-CNT nanocomposites, *High Performance Polymers*, 31 (1), 32–42.
- [132] Kundalwal, SI. ve Rathi, A., 2020, Improved mechanical and viscoelastic properties of CNT-composites fabricated using an innovative ultrasonic dual mixing technique, *Journal of the Mechanical Behavior of Materials*, 29 (1), 77–85.
- [133] Kucukyildirim, BO. ve Akdogan Eker, A., 2021, Fabrication of carbon nanotube reinforced aluminum alloy composites by vacuum-assisted infiltration technique, *Journal of Composite Materials*, 55 (16), 2225–2235.
- [134] Groo, LA. ve diğ., 2021, Fatigue damage tracking and life prediction of fiberglass composites using a laser induced graphene interlayer, *Composites Part B: Engineering*; 218, 108935.