

**T.C.
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**ÇEŞİTLİ KATKI MALZEMELERİNİN SİNERJİTİK ETKİSİ İLE
EPOKSİ ESASLI POLİMER KOMPOZİT KAPLAMANIN
ÜRETİMİ VE TRİBOLOJİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Merve YILMAZ

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

TEMMUZ 2023

**T.C.
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**ÇEŞİTLİ KATKI MALZEMELERİNİN SİNERJİTİK ETKİSİ İLE
EPOKSİ ESASLI POLİMER KOMPOZİT KAPLAMANIN
ÜRETİMİ VE TRİBOLOJİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Merve YILMAZ

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Şaduman ŞEN

TEMMUZ 2023

Merve Yılmaz tarafından hazırlanan “Çeşitli Katkı Malzemelerinin Sinerjitik Etkisi İle Epoksi Esaslı Polimer Kompozit Kaplamanın Üretimi ve Tribolojik Özelliklerinin İncelenmesi” adlı tez çalışması 28.07.2023 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oy birliği/oy çokluğu ile Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bilim Dalı’nda Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Tez Jürisi

Jüri Başkanı :	Doç. Dr. Aysun AYDAY Sakarya Üniversitesi	
Jüri Üyesi :	Prof. Dr. Şaduman ŞEN (Danışman) Sakarya Üniversitesi	
Jüri Üyesi :	Dr. Öğr. Üyesi Engin KOCAMAN Zonguldak Bülent Ecevit Üniversitesi	



ETİK İLKE VE KURALLARA UYGUNLUK BEYANNAMESİ

Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Lisansüstü Eğitim-Öğretim Yönetmeliğine ve Yükseköğretim Kurumları Bilimsel Araştırma ve Yayın Etiği Yönergesine uygun olarak hazırlamış olduğum “ÇEŞİTLİ KATKI MALZEMELERİNİN SİNERJİTİK ETKİSİ İLE EPOKSİ ESASLI POLİMER KOMPOZİT KAPLAMANIN ÜRETİMİ VE TRİBOLOJİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ” başlıklı tezin bana ait, özgün bir çalışma olduğunu; çalışmamın tüm aşamalarında yukarıda belirtilen yönetmelik ve yönergeye uygun davrandığımı, tezin içerdiği yenilik ve sonuçları başka bir yerden almadığımı, tezde kullandığım eserleri usulüne göre kaynak olarak gösterdiğimi, bu tezi başka bir bilim kuruluna akademik amaç ve unvan almak amacıyla vermediğimi ve 20.04.2016 tarihli Resmi Gazete’de yayımlanan Lisansüstü Eğitim ve Öğretim Yönetmeliğinin 9/2 ve 22/2 maddeleri gereğince Sakarya Üniversitesi’nin abonesi olduğu intihal yazılım programı kullanılarak Enstitü tarafından belirlenmiş ölçütlere uygun rapor alındığını, çalışmamla ilgili yaptığım bu beyana aykırı bir durumun ortaya çıkması halinde doğabilecek her türlü hukuki sorumluluğu kabul ettiğimi beyan ederim.

(29/05/2023)

Merve Yılmaz



TEŞEKKÜR

Yüksek Lisans eğitimim boyunca değerli bilgi ve tecrübelerinden yararlandığım, araştırmamın planlanmasından yazılmasına kadar tüm aşamalarda desteğini esirgemeyen, değerli fikirleriyle beni yönlendiren, tezimin tamamlanması için benden yardımını eksik etmeyen değerli hocam Prof. Dr. Şaduman Şen'e teşekkürlerimi sunarım.

Laboratuvar olanakları konusunda anlayış ve yardımını esirgemeyen Öğr.Gör. İbrahim Fatih Kekik'e teşekkür ederim.

Eğitim hayatım boyunca beni destekleyen, maddi ve manevi her zaman yanımda hissettiğim, daimi destekçilerim olan aileme teşekkür ederim.

Bu tez 2020-7-24-28 numaralı BAP projesi kapsamında gerçekleştirilmiştir. Destekleri için Sakarya Üniversitesi, Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü'ne teşekkürlerimi sunarım.

Merve Yılmaz



İÇİNDEKİLER

Sayfa

TEŞEKKÜR	vii
İÇİNDEKİLER	ix
KISALTMALAR.....	xi
SİMGELER	xiii
TABLO LİSTESİ	xv
ŞEKİL LİSTESİ	xvii
ÖZET.....	xxi
SUMMARY.....	xxiii
1. GİRİŞ	1
2. POLİMER ESASLI KOMPOZİT MALZEMELER.....	5
2.1. Polimerik Malzemeler	5
2.2. Polimerlerin Sınıflandırılması	6
2.2.1. Termosetler	9
2.2.2. Termoplastikler	10
2.3. Epoksi Reçineler	10
2.4. Epoksi Kompozitler.....	11
2.4.1. Partikül takviyeli epoksi kompozitler	13
2.4.2. Fiber takviyeli epoksi kompozitler	14
2.5. Polimer Kompozit Malzemelerin Özellikleri	15
2.6. Polimer Matrisli Kompozitlerin Üretimi	16
2.6.1. El ile (kontakt) yatırma yöntemi	16
2.6.2. Otoklav yöntemi	17
2.6.3. Profil çekme (pultrüzyon) yöntemi	18
2.6.4. Püskürtme yöntemi	18
2.6.5. Elyaf Sarma yöntemi	19
2.6.6. Reçine transfer kaplama yöntemi	19
2.6.7. Vakum infüzyon yöntemi	20
2.7. Polimer Kompozit Üretiminde Kullanılan Katkı Malzemeleri	21
2.7.1. Karbon nanotüpler	21
2.7.2. Grafit	23
2.7.3. Grafen.....	24
2.7.3.1. Grafen üretimi	25
2.7.4. PTFE	27
3. POLİMER KOMPOZİT KAPLAMALARIN ÜRETİMİ.....	30
3.1. Sol-Jel Yöntemi İle Kaplama İşlemi	30
3.2. Sol-Jel Kaplamaların Hazırlama Yöntemleri	30
3.2.1. Fırça ve rulo yöntemi	31
3.2.2. Daldırma yöntemi	31
3.2.3. Döndürme yöntemi	32
3.2.4. Sprey yöntemi	32
3.2.5. Elektrostatik spre y yöntemi	32

3.2.6. Termal spreyci yöntemi.....	33
3.2.7. Soğuk püskürtme yöntemi.....	33
3.3. Polimer Kompozit Kaplamanın Tribolojik Özellikleri.....	33
4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	37
4.1. Giriş.....	37
4.2. Kullanılan Atık Malzeme ve Hammaddeler	37
4.3. Grafitten Grafen Oksit Üretimi	38
4.4. Kompozit Kaplamaların Hazırlanması	38
4.4.1. Epoksi kaplama	40
4.4.2. Redüklenmiş grafen oksit katkı epoksi kompozit kaplama	40
4.4.3. Redüklenmiş grafen oksit ve PTFE katkı kompozit kaplama.....	43
4.5. Kaplamaların Karakterizasyonu	43
4.5.1. Kaplamanın görünüm ve kontrolü.....	43
4.5.2. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) incelemeleri ve EDS analizi.....	43
4.5.3. X-Işınlari difraksiyon analizi (XRD)	46
4.5.4. FT-IR analizi.....	47
4.5.5. Temas açısı	48
4.5.6. Cross-cut incelemeleri.....	49
4.5.7. Aşınma testi.....	51
5. DENEYSEL SONUÇLAR	53
5.1. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) İncelemeleri ve EDS Analizi.....	53
5.2. Faz Analizi (XRD).....	59
5.3. Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi Analizi (FT-IR)	59
5.4. Temas Açısı Tespiti.....	62
5.5. Cross-Cut Deneyi	64
5.6. Aşınma Testi	67
6. SONUÇ VE ÖNERİLER	77
6.1. Deneysel Sonuçlar	77
6.2. Öneriler.....	78
KAYNAKÇA.....	79
ÖZGEÇMİŞ.....	87

KISALTMALAR

AISI	: Amerikan standartları
Al₂O₃	: Alüminyum oksit
ASTM	: Amerikan standartları
ATSP	: Aromatik termoset polyester
C	: Karbon
C₂H₆O	: Etanol
Cl	: Klor
CMC	: Karboksimetilselüloz
Cr	: Krom
DMF	: N,N-Dimetilformamid
EDS	: Enerji dağılım spektrometresi
EP	: Epoksi reçine
F	: Flor
FT-IR	: Fourier transform kızılötesi spektroskopisi
H₂O₂	: Hidrojen peroksit
HCl	: Hidroklorik asit
KMnO₄	: Potasyum permanganat
LDPE	: Düşük yoğunluklu polietilen
Mn	: Mangan
NaNO₃	: Sodyum nitrat
O	: Oksijen
P	: Fosfor
PEEK	: Polieterketon
PI	: Poliimid
PTFE	: Politetrafloroetilen
RGO	: Redüklenmiş/indirgenmiş grafen oksit
S	: Kükürt
SEM	: Taramalı elektron mikroskobu
Si	: Silisyum
SiC	: Silisyum karbür

SiO₂	: Silisyum dioksit
Sp² hibrit	: C atomunun bir tane ikili bağ yapması
TEM	: Geçirimli elektron mikroskobu
XRD	: X-ışınları difraktometresi



SİMGELER

%	: Yüzde
°	: Derece
°C	: Derece Santigrat
μ	: mikron [Birim]
μm	: mikrometre [Birim]
A	: İz alanı
cm	: Santimetre [Birim]
Hz	: Hert
l	: İz uzunluğu
m	: Metre [Birim]
Mm	: Milimetre [Birim]
Mm/s	: Milimetre/saniye
MPa	: Mega Paskal
N	: Newton [Birim]
N/m²	: Newton/metrekare
rpm	: Dakikadaki devir sayısı
S	: Kayma mesafesi
s	: Saniye [Zaman]
V	: İz hacmi
WR	: Aşınma oranı
α	: Alfa



TABLO LİSTESİ

Sayfa

Tablo 2.1. Farklı bağların ayrışma enerjisi ve bağ uzunluğu.....	6
Tablo 2.2. Yaygın olarak bilinen polimerlerin tekrarlayan birimleri	6
Tablo 2.3. Termoset ve termoplastiklerin sürekli kullanım sıcaklığı	9
Tablo 2.4. Çeşitli epoksi kompozitler ve üretim yöntemleri	12
Tablo 3.1. Polimer kaplama yöntemlerinin, güçlü ve zayıf yönleri	30
Tablo 4.1. Altlık malzeme martenzitik paslanmaz çelik kimyasal bileşimi	37
Tablo 4.2. Bazı organik grupların frekans aralıkları.....	47
Tablo 4.3. ASTM D3359 standardı.....	51
Tablo 5.1. Temas açısı ölçüm sonuçları	64
Tablo 5.2. Altlık, epoksi, RGO ilaveli, RGO+PTFE ilaveli aşınma oranları	69



ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 2.1. Monomer ve polimer yapıları.	5
Şekil 2.2. Molekül zincir yapıları.	7
Şekil 2.3. İzotaktik yapı.	8
Şekil 2.4 Sindiotaktik yapı.	8
Şekil 2.5 Ataktik yapı.	8
Şekil 2.6 Epoksi grubu yapısı.	11
Şekil 2.7. Partikül ilaveli kompozit şeması.	13
Şekil 2.8. Fiber partikül takviyeli kompozit şeması.	14
Şekil 2.9. El ile yatırma yöntemi.	17
Şekil 2.10. Otoklav yöntemi.	17
Şekil 2.11. Püskürtme yöntemi.	18
Şekil 2.12. Elyaf sarma yöntemi.	19
Şekil 2.13. Reçine transfer kaplama yöntemi.	20
Şekil 2.14. Etrafından vakumlanıp reçinenin ortadan verildiği sistem.	20
Şekil 2.15. Karşılıklı yerleşen vakum ve reçine hattı sistemi.	21
Şekil 2.16. Fulleren ve karbon nanotüp yapısı.	22
Şekil 2.17. Elmas ve grafit yapısı.	24
Şekil 2.18. Grafen ve grafen oksit yapısı.	24
Şekil 2.19. Grafen sentezinin yönteminin şematik gösterimi.	25
Şekil 2.20. PTFE kimyasal bağ yapısı.	28
Şekil 3.1. Rulo ve fırça ile sol-jel kaplama yöntemi.	31
Şekil 3.2. Daldırma yöntemi.	31
Şekil 3.3. Döndürme yöntemi.	32
Şekil 3.4. Sprey yöntemi.	32
Şekil 4.1. Pulcuklu grafitten grafen oksit üretim aşamaları.	39
Şekil 4.2. Epoksi kaplama işlem aşamaları.	41
Şekil 4.3. Redüklenmiş grafen oksit katkılı epoksi kaplama işlem aşamaları.	42
Şekil 4.4. RGO+PTFE katkılı epoksi kaplama işlem aşamaları.	44
Şekil 4.5. Taramalı elektron mikroskobu.	45

Şekil 4.6. Analiz yönteminde kullanılan X-ışınları difraktometresi.	46
Şekil 4.7. Hidrofobik bir yüzey ve hidrofilik bir yüzey üzerindeki sıvı damlası.....	48
Şekil 4.8. Temas açısı ölçüm cihazı.	49
Şekil 4.9. Cross-cut yapışma test kiti.	50
Şekil 4.10. Kullanılan cross-cut cihazı ve malzeme yüzeyine uygulama işlemi.	50
Şekil 4.11. Aşınma test cihazı.	52
Şekil 5.1. Epoksi kaplanmış çeliğin mikroyapısı.	53
Şekil 5.2. (a)Epoksi kaplama mikroyapı görüntüsü, (b)1 numaralı bölge, (c)2 numaralı bölge, (d)3 numaralı bölge.	54
Şekil 5.3. RGO ilaveli epoksi kaplama çözelti tozunun mikroyapısı.	54
Şekil 5.4. RGO ilaveli epoksi kaplama tozunun elementel analizi.	55
Şekil 5.5. RGO ilaveli epoksi kaplanmış çeliğin mikroyapısı.	56
Şekil 5.6. %1 RGO ilaveli epoksi kaplama elementel analizi.	56
Şekil 5.7. RGO+PTFE ilaveli epoksi kaplama tozunun mikroyapısı.	57
Şekil 5.8. RGO+PTFE ilaveli epoksi çözeltisi tozunun mikroyapısı ve EDS analizi	57
Şekil 5.9. RGO+PTFE ilaveli epoksi kaplama mikroyapısı.	58
Şekil 5.10. RGO+PTFE ilaveli epoksi kaplama mikroyapısı ve elementel analizi. ..	58
Şekil 5.11. Epoksi kompozit kaplama numunesinin XRD analizi.	60
Şekil 5.12. RGO katkılı epoksi kompozit kaplamanın XRD analizi.	60
Şekil 5.13. RGO+PTFE epoksi kompozit kaplama numunesinin XRD analizi.....	61
Şekil 5.14. RGO ilaveli epoksi FT-IR analizi.	61
Şekil 5.15. %1 RGO ilavesine %10 PTFE katkılı epoksi FT-IR analizi.	62
Şekil 5.16. Epoksi kaplama temas açısı	62
Şekil 5.17. RGO ilaveli epoksi kaplama temas açısı.	63
Şekil 5.18. RGO+PTFE ilaveli epoksi kaplama temas açısı.....	63
Şekil 5.19. Epoksi kaplamalı numune için yapışkan bant uygulama öncesi.....	64
Şekil 5.20. Epoksi kaplamalı yüzeyin yapışkan bant sonrası görüntüsü.	65
Şekil 5.21. RGO ilaveli kaplama yüzeyinin yapışkan bant öncesi görüntüsü.	65
Şekil 5.22. RGO ilaveli yüzeyin yapışkan bant sonrası görüntüsü.	66
Şekil 5.23. RGO ilaveli epoksi kaplamanın yapışkan bandı.....	66
Şekil 5.24. RGO+PTFE ilaveli yüzeye yapışkan bant uygulama öncesi.	67
Şekil 5.25. RGO+PTFE ilaveli yüzeyin yapışkan bant sonrası görüntüsü.	67
Şekil 5.26. Altlık, epoksi, RGO, RGO+PTFE ilaveli yüzeylerin sürtünme katsayıları	68
Şekil 5.27. Altlık malzemenin aşınma sonrası yüzey mikroyapısı.	70
Şekil 5.28. Epoksi kaplamalı polimer kompozit aşınma sonrası yüzey mikroyapısı.	70

Şekil 5.29. RGO ilaveli epoksi polimer kompozitin aşınma sonrası yüzey mikroyapısı	71
Şekil 5.30. RGO+PTFE epoksi polimer kompozitin aşınma sonrası mikroyapısı. ...	71
Şekil 5.31. Kaplamasız numunede aşınan bölgelerin EDS analizi.	72
Şekil 5.32. Epoksi kaplamalı numunede aşınan bölgelerin EDS analizi.	73
Şekil 5.33. RGO ilaveli epoksi kaplamada aşınan bölgelerin EDS analizi.	74
Şekil 5.34. RGO+PTFE epoksi kaplamada aşınan bölgelerin EDS analizi	75





ÇEŞİTLİ KATKI MALZEMELERİNİN SİNERJİTİK ETKİSİ İLE EPOKSİ ESASLI POLİMER KOMPOZİT KAPLAMANIN ÜRETİMİ VE TRIBOLOJİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

ÖZET

Endüstri ve araştırma alanında tercih edilen polimer esaslı kompozit kaplamalar, seramik bazlı nano partiküller, karbon nanotüpler, karbon fiberler vb. gibi çeşitli dolgu maddelerinin ilavesiyle özelliklerinin iyileştirilmesi ve geliştirilmesi imkanı sunar. Termoset malzeme olan epoksi, üstün mekanik özellikleri, termal kararlılığı, solvent direnci ve işlenme kolaylığı gibi sahip olduğu özellikler nedeniyle yaygın olarak tercih edilen kaplama malzemelerinden biridir. Sürtünme kuvvetinin artırılması, yüksek sıcaklıklarda çalışma verimliliği gibi çeşitli özelliklerinin artırılması için incelemeler ve uygulamalar yapılmaktadır.

Bu çalışmada epoksi bazlı polimer kaplamanın özelliklerinin iyileştirilmesi için iki çeşit katkı malzemesi kullanılmıştır. Bu malzemelerden biri teknoloji, sanayi, bilim ve çeşitli alanlarda değerli bir gelecek potansiyeline sahip olan pulcuklu grafitten elde edilen indirgenmiş grafen oksittir. Diğer malzeme ise endüstriyel alanlarda kimyasal, fiziksel, termal özellikleri açısından güçlü fonksiyonel gruplara sahip olan politetrafloroetilen (PTFE)'dir. Literatürde de uygulanan deneysel çalışmalara göz önüne alınarak indirgenmiş grafen oksit ve PTFE bileşiminde ki sinerjistik etkinin tribolojik özelliklerinin iyileştirilmesi amaçlanmıştır. Bu amaç doğrultusunda pulcuklu grafitten indirgenmiş grafen oksit ve PTFE polimer esaslı kompozite takviye malzemesi amacıyla kullanılmıştır. Kaplamaların altlık malzeme olarak kullanılan AISI 420-B martenitik çelik yüzeyine; epoksi bazlı kaplama, grafitten indirgenerek üretilen %1 oranında RGO (redüklenmiş grafen oksit) ilaveli epoksi, %1 oranında RGO ve %10 oranında PTFE ilaveli epoksi bazlı polimer kompozit kaplamalar gerçekleştirilmiştir. Kaplama yüzeylerin Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve X-Işını Difraktometresi (XRD) yardımıyla mikroyapı ve faz analizi, Fourier transform kızılötesi spektroskopisi (FT-IR), temas açısı, yapışma mukavemeti (Cross-cut deneyi) ve tribolojik özellikleri incelenmiştir.

Elde edilen sonuçlar doğrultusunda epoksi, %1 RGO ilaveli epoksi, %1 oranında RGO ve %10 oranında PTFE ilaveli epoksi bazlı polimer kompozit altlık malzeme ile uyum sağlamış ve homojen yapıdadır. Yapışma mukavemeti ASTM D-3359 standardına göre değerlendirilmiş olup sırasıyla 5B ve 4B özelliği göstermektedir. Tüm kaplamalar için çıkan sonuçlar %0 pullanma ve %5'in altında pullanma olarak değerlendirilmiştir. Uyumlu fonksiyonel gruplara sahip olan kaplamalarda; fulleren, PTFE, epoksi fazlarının varlığı tespit edilmiştir. Yapılan çalışmalara göre hidrofobik özellik gösteren kaplamalarda, özellikle PTFE ilavesinin sürtünme katsayısının büyük oranda azalttığı tespit edilmiştir.



PRODUCTION OF EPOXY BASED POLYMER COMPOSITE COATING WITH SYNERGISTIC EFFECT OF VARIOUS ADDITIVES AND INVESTIGATION OF ITS TRIBOLOGICAL PROPERTIES

SUMMARY

Polymer-based composite coatings, which are preferred in industry and research, offer the possibility to improve and enhance their properties with the addition of various fillers such as ceramic-based nanoparticles, carbon nanotubes, carbon fibers, etc. Epoxy, a thermosetting material, is one of the widely preferred coating materials due to its superior mechanical properties, thermal stability, solvent resistance and ease of processing. Investigations and applications are carried out to improve various properties such as increasing the friction force, operating efficiency at high temperatures.

In this study, two types of additives were used to improve the properties of epoxy-based polymer coating. Reduced graphene oxide derived from flaky graphite, which has a valuable future potential in technology, industry, science and various fields. The other material is polytetrafluoroethylene (PTFE), which has strong functional groups in terms of chemical, physical and thermal properties in industrial fields. Based on previous experimental studies, it is aimed to improve the tribological performance of the synergistic effect between reduced graphene oxide and PTFE. For this purpose, graphene oxide reduced from flaky graphite, and PTFE was used as reinforcement material for polymer based composite. Epoxy based coating, 1% RGO (reduced graphene oxide) added epoxy, 1% RGO and 10% PTFE added epoxy, epoxy based polymer composite coatings were applied on the surface of AISI 420-B martensitic steel used as the base material of the coatings.

Before the coating process, the substrate sample surfaces were sanded with 60, 180, 400, 800, 1000 grit sandpaper and polished with 0.3 μm Al_2O_3 . Before coating, the surface of the steel substrate was cleaned using ethanol, acetone and distilled water.

The solution phase prepared for epoxy coating constitutes the main body of the entire coating. For this reason, it is used as the main solution in every type of coating. For epoxy coating without additives, dimethylformamide (DMF), dimethylbenzene and acetone were added and magnetic stirring was performed. Then epoxy resin and carboxymethyl cellulose (CMC) as binding agent were added. After magnetic stirring for a certain period of time, it was stirred in an ultrasonic mixer to obtain homogeneous dissolution. The resulting solution was subjected to ball milling. After these processes were completed, epoxy coating was applied on the sample whose surface was prepared metallographically.

For the preparation of the epoxy coating sample with the addition of reduced graphene oxide, the epoxy coating solution was first prepared. As mentioned above, the same steps were applied first. Dimethylformamide, dimethylbenzene, and acetone were mixed using. Carboxymethyl cellulose and epoxy were added after magnetic mixing of the prepared solution.

After stirring in a magnetic stirrer, 1% graphene oxide reduced from flaky graphite was added to the solution. The ultrasonically stirred solution was subjected to ball milling. The RGO-added epoxy polymer composite solution was applied to the cleaned sample for coating.

When preparing the epoxy polymer composite coating solution with 1% reduced graphene oxide and 10% polytetrafluoroethylene (PTFE), the materials used as the main body are the same. In this process, polytetrafluoroethylene and reduced graphene oxide were combined in separate processes for easy dissolution. In the first step, reduced graphene oxide was dissolved by the addition of dimethylformamide. On the other hand, polytetrafluoroethylene material was also dissolved with ethanol. These separately soluble additives are combined to obtain a homogeneous coating. It was subjected to magnetic mixing followed by ultrasonic mixing. Ball milling was carried out for the completed solution. The solution was then applied as a coating material on the cleaned sample.

In the experimental part, microstructures and tribobological properties of epoxy coating, epoxy coating with reduced graphene oxide addition and epoxy polymer composite coatings obtained by adding polytetrafluoroethylene to reduced graphene oxide addition were investigated. Microstructure images of each coating surface were taken by Scanning Electron Microscopy (SEM). In addition, microstructure images of RGO-added and RGO+PTFE-added coating solution powder were also analyzed. Energy Dispersive Spectrometry (EDS) investigations were performed for elemental analysis of the coating samples.

Phase analysis was performed with the help of X-Ray Diffractometer (XRD), which enables the determination of the phases contained in epoxy polymer composite coatings. Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR) was applied for the detection of organic groups in the coatings.

On the other hand, the contact angle was measured to observe the wettability of the coating surfaces. In this process, which is carried out with the help of a pure water drop, it is aimed to determine whether the coated surface shows hydrophobic or hydrophilic properties. Cross-cut test was applied to test the adhesion strength of epoxy polymer composite coating surfaces. Adhesion strength was evaluated according to ASTM D-3359 standard.

A wear test was performed to examine the tribological properties of the coated surfaces. Abrasion testing is used to test the resistance to controlled abrasion of various material surfaces in a laboratory environment. In this study, wear tests were performed under constant load for base material, epoxy coating, epoxy polymer composite coating with reduced graphene oxide addition and epoxy polymer composite coating with polytetrafluoroethylene addition in addition to reduced graphene oxide addition. Wear rate and friction coefficients were compared.

SEM and EDS analyses for epoxy coating, epoxy polymer composite coating with 1% reduced graphene oxide addition, and epoxy polymer composite coating with 10% polytetrafluoroethylene addition to reduced graphene oxide; It was observed that the epoxy coating was compatible with the substrate, porosity-free and homogeneous, but the outer part was slightly rough and peaks belonging to oxygen elements were found on the surface. The presence of C and O atoms in the epoxy polymer composite coating with RGO addition, and the presence of C, F, O atoms in the epoxy composite coating with RGO + PTFE addition were determined by EDS analysis.

When FT-IR results are analyzed, RGO-added epoxy has C=C, C=O, C-O functional groups, indicating high oxidation of RGO. RGO+PTFE added epoxy was found to contain O-H, C-H, C-H, C=C functional groups. When XRD results are analyzed, the presence of epoxy and α -Fe phase in epoxy based coating, the presence of fullerene, α -Fe, epoxy phases in RGO doped epoxy coating, and the presence of PTFE, epoxy, fullerene phases in RGO+PTFE doped epoxy coating. FT-IR, where we examined the presence of functional groups, and the detection of phases in the coatings examined by XRD showed that the coating process was successful.

When the contact angle results were analyzed, it was determined that the epoxy coating with RGO and RGO+PTFE addition showed more hydrophobic properties than the epoxy coating without additives. A cross-cut test was performed to determine whether the adhesion between the coating and the substrate was appropriate and sufficient. The result of this test was evaluated according to ASTM D-3359 standard. When the results for all coatings are evaluated, the flaking rate is below 5%. The materials showed 5B and 4B properties according to the standard.

In order to investigate the tribological properties of each coating sample and the effect of additives; a wear test based on the reciprocating motion of a steel ball at room temperature, under a constant load of 10N. The coating with the addition of RGO resulted in a constant coefficient of friction when evaluated together with the sliding distance, while the addition of PTFE with antifriction effect was found to reduce the coefficient of friction.

1. GİRİŞ

Malzemeler, çeşitli ortamlarda dış etkilere maruz kalarak fiziksel özelliklerinde, mekanik özelliklerinde, yüzey görünümünde bozulmalara yol açmasına neden olup kullanılmayacak hale gelebilir. Eski çağlardan günümüze insanlar kullanılan malzemeleri geliştirmeye, kullanım avantajlarını arttırmaya çalışmışlardır. Son yüzyılda gelişen teknoloji ile birlikte malzemelerin kullanım ömürlerini ve işlevlerini arttırmak dolayısıyla yüzeylerini de korumak, parça başına düşen maliyetine ekonomik katkı sağlayabilmek, endüstri alanındaki ihtiyacı karşılayabilmek amacıyla kullanılan malzemelerin beklentilerinin artması çeşitli teknolojilerin gelişimine katkı sağlamıştır. Malzemelerin yüzeylerinde de büyük etkiye sahip olan günlük hayatımızda nesnelerin hareketini sağlayan, yönünü değiştirmemize yardımcı olan sürtünme kuvveti gelişen endüstri sektörünün dişli bağlantıları, haddehaneleri gibi alanlarında da önemli rol oynamaktadır [1]. Teknik malzemelerin, ekipmanların bakımı, dayanıklılığı, hareketli parçaların devamlılığı, aşınmaları, sürtünmenin azaltılarak kontrolünün sağlanması ve bu etkilerin oluşturduğu ekonomik problemlerin yansımaları azaltmak amacıyla triboloji olarak adlandırılan bilim ve mühendislik dalı geliştirilmiştir [2].

Tribolojideki incelemelerinin amacı sürtünme ve aşınmadan kaynaklı kayıpların en aza indirilmesi ve ortadan kaldırılmasıdır. Bu incelemeler tesis verimliliğine katkı sağlamaktadır. Malzemelerin daha iyi düzeyde performans sergilemesini destekleyerek ekonomik anlamda önemli tasarruflar eldesini sağlamaktadır. Tribolojide ara yüzeydeki karmaşık etkileşimlerin tespit edilebilmesi için mekanik, kimya, termodinamik, fizik gibi çeşitli alanların bilgisine ihtiyaç duyulmaktadır [2]. Tribolojik etkilerden kaynaklanan sorunları çözebilmek adına kaplama teknolojilerinden yararlanılmaktadır. Bu durum yüzey kaplama teknolojisinde ki çeşitliliğini sağlamaktadır.

Polimer endüstrisindeki en kullanışlı malzemelerden biri olan epoksi reçine, sahip olduğu çapraz bağlanma özelliği, üstün mekanik özellikleri, yüksek termal kararlılığı, düşük büzülmesi ve düşük toksisitesi gibi çeşitli mükemmel özellikleriyle tercih edilen

kaplama malzemelerinden biridir. Sentetik polimerler arasında yer alan epoksi reçineler, temel bir organik bağlayıcı madde olarak kullanılabilen özgül özellikleriyle yeni polimerlerin sentezi, karakterizasyonu, polimer bilim ve teknolojisinin gelişmesi için her zaman katkı sağlamaktadır [3]. Metalik malzemelere göre daha düşük ağırlıklı seçenekler sunan polimer kompozitler otomotiv, havacılık, kimya endüstrilerinde yapısal malzemeler olarak daha fazla uygulanmaktadır [4]. Uygun kütle yüzdesiyle belirli uygulamalar için elde edilebilecek polimer kompozitler ve polimerlerde kullanılarak onların özelliklerini etkileyen dolgu maddeleri, tribolojik özelliklerini de etkilemektedir.

Grafit içeren politetrafloroetilen (PTFE), kompozit matrisinin PTFE olmasından dolayı tribolojik açıdan iyi özelliklere sahiptir [5]. Politetrafloroetilen mükemmel kimyasal stabiliteye, düşük sürtünme katsayısına, dielektrik özelliklere ve özellikle kendi kendini yağlamaya sahip olması nedeniyle üstün özellik sergiler [6]. Güçlü C-F (karbon-flor) bağı olan, yüksek moleküler ağırlıklı ve yarı kristal yapılı ortalama 325-335°C'de ki erime noktasına sahip olan PTFE, yüksek termal direnci ve yüksek çalışma sıcaklığı nedeniyle kullanımı tercih edilen termoplastikler arasında yer almaktadır. Yüksek sıcaklık döngülerine karşı yapışmaz, kaygan kaplama malzemesi olarak tercih edilen PTFE, ticari adıyla teflon; yağlama, rulman bilyaları ve polimerik dişliler gibi mekanik kullanım alanlarında da önemli bir mühendislik polimeridir [7].

Endüstri alanında kendiliğinden yağlama kabiliyetine sahip mekanizmalar sağlamak için polimer kaplamaların kullanımı giderek artmıştır. Bu yönelim doğrultusunda çeşitli malzemelerin etkileri birleştirilerek sinerjistik davranış elde etmek üzerine yoğunlaşmıştır. Malzeme bilimi alanında birçok geliştirme çalışmasının konusu olan ve tribolojik uygulamalarda da olumlu sonuçlara sahip olan grafen de bu etkili malzemelerden biridir. Grafenin bu etkileri sadece polimerlerin aşınma direnci ve düşük sürtünme katsayısı üzerinde değil aynı zamanda yük taşıma kapasitesinin iyileştirilmesi, sürtünmenin azaltılması, sıvı yağlayıcıların aşınma dirençlerini de geliştirme etkisine sahiptir [8]. Bal peteği yapıya sahip altıgen olarak birbirine bağlı sp^2 hibritleşmiş karbon atomuna sahip tek bir atomik grafit tabakası olarak adlandırılan grafen, yüksek hareketlilik, mükemmel elektronik ve mekanik özellikler, yüksek termal iletkenlik gibi mükemmel özelliklere sahip olması nedeniyle geniş ve tercih edilir bir kullanım alanı imkanı sunmaktadır [7].

Malzemelerin tek başına kullanım alanları, ortam ve çevre koşullarına dayanıklılığının sınırlı olması nedeniyle çeşitli katkılarla istenen koşullara dayanıklı hale getirilmesi yaygınlaşan bir uygulama olmuştur. Korozyona dayanıklı alaşımların yüzeylerinde bulunan pasif film bile göreceli hareketi nedeniyle hasar görebilmekte ve korozyon süreçlerini hızlandırmaktadır [9]. Örneğin yüksek sıcaklıklar da çalışmak için gövde malzemesi olarak ya da bağlantı elemanları, pim rulman, takım çelikleri alanında kullanılan ve %10,5 'in üzerindeki krom içeriğinin ile hafif koşullardan şiddetli koşullara kadar korozyon ortamlarında kullanım alanı sahip olan paslanmaz çeliğin aşınma direnci zayıftır. Literatür incelendiğinde aşınma direncini de iyileştirmek için, yaygın olarak epoksi reçine (EP), poliamid (PA), politetrafloroetilen (PTFE) gibi polimer malzemeler yağlama matrisi olarak kullanılmaktadır [10].

Bashandeh ve ark. (2019) yaptıkları çalışmada Aromatik Termoset Polyester (ATSP) polimer kaplamalarında katı yağlayıcılar olarak grafen nano partiküller (GNP) ve PTFE'nin tribolojik performanslarını 25°C ile 300°C sıcaklıklar arasında ve kuru koşullar altında gerçekleşen deneylerin sonucunda, %5 grafen nano partikül ve %7,5 PTFE bileşimine sahip ATSP'nin sertliğinin ve camsı geçiş sıcaklığının aynı kalmasına rağmen tribolojik performansının iyileştiği, grafen nano partikül ilaveli ATSP kaplamaları için 300°C'ye kadar artan sıcaklıkla birlikte sürtünme katsayısının ve aşınma oranının %53 ve %69 oranlarında azaldığı, PTFE katkılı ASTP ilavesinde ise 180°C'ye kadar ki sıcaklık artışıyla sürtünme katsayısının %54 azaldığı, uygulanan çelik pim üzerindeki grafen ilaveli kaplamada artan sıcaklıkla sağlam bir transfer film geliştirdiği gözlenmiştir. Sonuç olarak geniş sıcaklık aralıklarında çalışan tribolojik parçaların aşınma direncinin artırılması için PTFE ve grafen ilavesinin önemli bir potansiyele sahip olduğu görülmüştür [11].

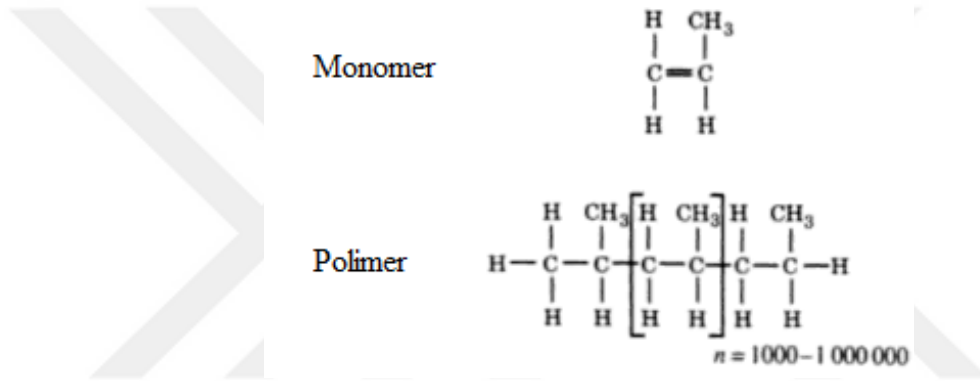
Birçok araştırmada olumlu sonuçlara sahip olan grafen ve türevlerinin tercih edilmesine rağmen, modifiye grafen ve PTFE'nin sinerjistik etkisinin araştırılması yaygın değildir. Bu çalışmada mükemmel kimyasal ve mekanik özelliklere sahip epoksi reçinesi matris olarak seçilmiştir. Polimer kaplamanın tribolojik performansını geliştirmek amacıyla pulcuklu grafitten elde edilen redüklenmiş grafen oksit (RGO) ve PTFE tercih edilerek, oluşturdıkları sinerjistik etkinin tribolojik sonuçlara olumlu katkısı amaçlanmıştır.



2. POLİMER ESASLI KOMPOZİT MALZEMELER

2.1. Polimerik Malzemeler

Bir polimer, bir veya daha fazla atom türünün veya atom gruplarının (yapısal tekrar eden birimler) çoklu tekrarı ile belirgin bir şekilde değişmeyen yapısal yinelenen birimlerden birinin veya birkaçının eklenmesiyle bir dizi özellik sağlamaya yeterli miktarlarda birbirine bağlı moleküllerden oluşan bir maddedir.



Şekil 2.1. Monomer ve polimer yapıları [12].

Polimer kelimesi, yunanca çok anlamına gelen "poly" ve parça anlamına gelen "mer" kelimelerinden türemiştir. Şekil 2.1’de monomer ve polimer yapıları gösterilmiştir. Basitçe "tekrar eden birimler" olarak da adlandırılan yapısal tekrar birimleri kovalent bağlarla bağlanır ve yinelenen birimin atomları da kovalent bağlarla bağlanır. Tablo 2.1’de farklı kovalent ve ikincil bağların ayrışma enerjilerini ve bağ uzunluklarını göstermektedir.

Yalnızca birkaç yapısal tekrar birimine sahip bir moleküle oligomer denir. Bir oligomerin fiziksel özellikleri, moleküllerinden bir veya birkaç yapısal tekrar eden birimin eklenmesi veya çıkarılmasıyla değişir. Bir monomer polipropilen durumunda, propilen olan polimerin yapıldığı maddedir. Bir monomeri polimere dönüştüren süreçte polimerizasyon denir [12]. Polimerler son derece uyarlanabilir malzemelerdir ve benzersiz özellik kombinasyonlarına sahip olan veya belirli bir işlevi gerçekleştirebilen polimerler arzu edilir [13].

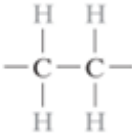
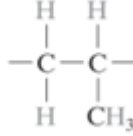
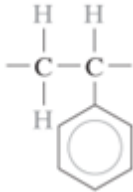
Tablo 2.1. Farklı bağların ayrışma enerjisi ve bağ uzunluğu [12].

Bağ türü	Enerji (kJ mol ⁻¹)	Bağ uzunluğu
Kovalent bağ	300-500	0.15 (C-C; C-N, C-O), 0.11 (C-H) ve 0.135 (C=C)
Van der Waals bağı	10	0.4
Dipol-dipol bağı	>10	0.4
Hidrojen bağı	10-50	0.3

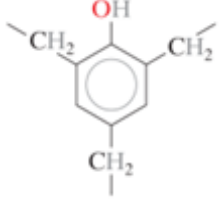
2.2. Polimerlerin Sınıflandırılması

Çeşitli özelliklere sahip olan polimerlerin sınıflandırılması geniştir. Kaynağına göre sınıflandırılan polimerler; doğal ve sentetik olarak kendi aralarında ayrılmıştır. Doğal polimerler için kauçuk, selüloz vb., sentetik polimerler için bakalit, PVC vb. örnekler verilmiştir. Yapılarına göre sınıflandırılan polimerler; polimerin ana zincirini oluşturan türü açısından organik ve anorganik polimer olarak iki sınıfa ayrılmıştır. Polimerin sentezlendiği birim molekül olan monomerlere göre sınıflandırıldığında; tüm zincir boyunca tekrarlayan birimleri aynı olan homopolimer ve iki veya daha fazla tekrarlayan birime sahip kopolimer olarak ikiye ayrılmıştır. Tablo 2.2’de literatürde de tercih edilen yaygın polimerlerin tekrarlayan birimi gösterilmiştir [14].

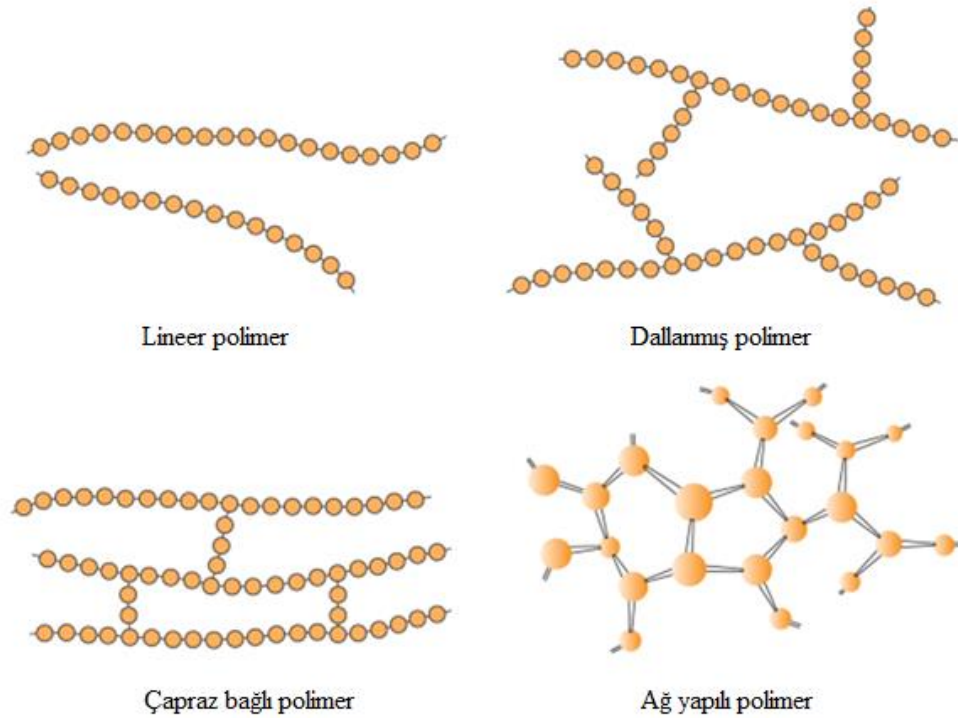
Tablo 2.2. Yaygın olarak bilinen polimerlerin tekrarlayan birimleri [14].

Polimer	Tekrarlayan Birim	Polimer	Tekrarlayan Birim
Polietilen (PE)		Polipropilen	
Polivinil klorür (PVC)		Polivinil klorür (PVC)	

Tablo 2.2. (Devamı): Yaygın olarak bilinen polimerlerin tekrarlayan birimleri.

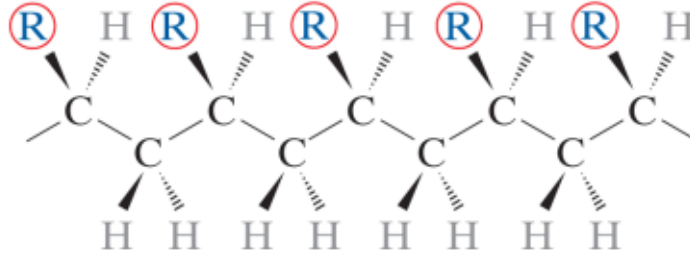
Politetrafloroetilen (PTFE)		Fenol formaldehit (Bakalit)	
--------------------------------	---	--------------------------------	---

Molekül zincirlerinin yapısına göre sınıflandırılan polimerler de kendi aralarında gruplara ayrılmıştır. İlk olarak tekrarlayan birimlerin uç uca eklenerek oluşturduğu, zincirler arasında Van der Waals ve hidrojen bağı bulunan lineer polimerlerdir. İkinci olarak polimer zincirine yandan bağlanmış, ana zincir molekülünün parçası olarak düşünülen, dallanmalar ile sentezlenen dallanmış polimerler olarak adlandırılır. Örneğin düşük yoğunluklu polietilen (LDPE) kısa yan dallar içermektedir. Üçüncü sınıflandırma grubu olan, komşu lineer zincirlerin birbirlerine farklı yönlerde kovalent bağ ile bağlanarak oluşan çapraz bağlı polimerlerdir. Son grup ise üç boyutlu ağ yapacak şekilde yoğun çapraz bağa sahip, çok fonksiyonlu monomerler ağ yapılı polimerler olarak adlandırılır. Bu polimerlerin zincir yapıları Şekil 2.2’de gösterilmiştir [14].

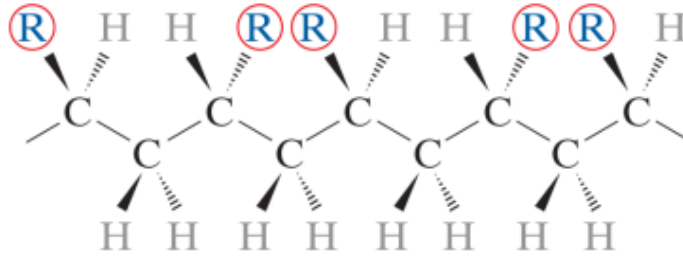


Şekil 2.2. Molekül zincir yapıları [14].

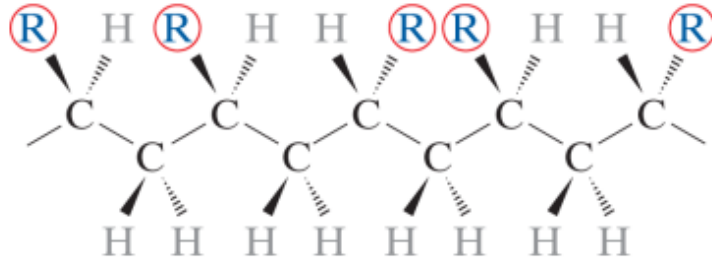
Zincirdeki çift bağa sahip karbon atomlarının dizilişine göre oluşan geometrik izomerler; çift bağı aynı tarafında yerleşmişse cis(yöndeş), çift bağı zıt tarafına yerleşmişse trans olarak iki gruba ayrılmaktadır. Şekil 2.3'te izotaktik, Şekil 2.4'te sindiotaktik ve Şekil 2.5'te ataktik yapılar gösterilmiştir.



Şekil 2.3. İzotaktik yapı [14].



Şekil 2.4. Sindiotaktik yapı [14].



Şekil 2.5. Ataktik yapı [14].

Polimerlerin bir diğer sınıflandırması da artan sıcaklıklardaki davranışlarına göre olan ısısal sınıflandırmadır. Isıtıldığında yumuşayarak şekillenebilen eski haline dönebilen tamamen geri dönüşüm gerçekleştirebilen, genellikle lineer polimerler ve esnek zincir yapısına sahip dallanmış polimer olan, polietilen, polstiren gibi malzemeleri örnek verebildiğimiz termoplastikler olarak bir gruba ayrılır.

Diğer bir grup ise komşu zincirlerin kovalent çapraz bağlarla bağlanan ağ yapısına sahip, şekillendirme sırasında sertleşip yumuşamayan epoksi, fenolik gibi malzemeleri

örnek verebildiğimiz termosetler olarak ısısal davranışına göre iki gruba ayrılmaktadır. Polimerler yukarıda ifade edildiği üzere iki temel gruba ayrılmaktadır. Bunlar termoset malzemeler ve termoplastik malzemelerdir [14].

2.2.1. Termosetler

Termoset malzemeler kürlendiğinde yeniden eritilemez veya yeniden şekillendirilemez. Kürlenme sırasında çapraz bağlama adı verilen üç boyutlu moleküler zincirler oluştururlar. Bu çapraz bağlantıların bir sonucu olarak, moleküller esnek değildir ve yeniden eritilemez veya yeniden şekillendirilemez. Tablo 2.3’de bazı termoset ve termoplastik polimerlerin sürekli kullanım sıcaklığı gösterilmiştir [15].

Tablo 2.3. Termoset ve termoplastiklerin sürekli kullanım sıcaklığı [15].

Termoset Polimer	Maksimum Sürekli Kullanım Sıcaklığı (°C)	Termoplastik Polimer	Maksimum Sürekli Kullanım Sıcaklığı (°C)
Vinilester	60-150	Polietilen	50-80
Polyester	60-150	Polipropilen	50-75
Fenolik	70-150	Naylon	75-100
Epoksi	80-215	Polyester	70-120
Siyanat esterleri	150-250	PEEK	120-250
Bismaleimid	230-320	Teflon	200-260

Termosetresinler, filament sarma, pultrüzyon gibi çeşitli işlemler için oda sıcaklığında sıvı reçine kullanıldığı için kolay işlenebilirlik ve daha iyi elyaf emdirme sağlar. Bu reçineler daha fazla termal ve boyutsal kararlılık, daha iyi sertlik, daha yüksek elektrik direnci, kimyasal direnç ve solvent direnci sunar. En yaygın reçine malzemeleri epoksi, polyester, vinilester, fenolikler, siyanat esterleri, bismaleimidler ve poliimidlerdir. Termoset polimerler, termoplastik polimerlere kıyasla iyi mekanik özelliklerinden dolayı mühendislik bileşenleri, yapıştırıcılar, elyaf takviyeli kompozit için matris için yaygın olarak kullanılmaktadır [15-16].

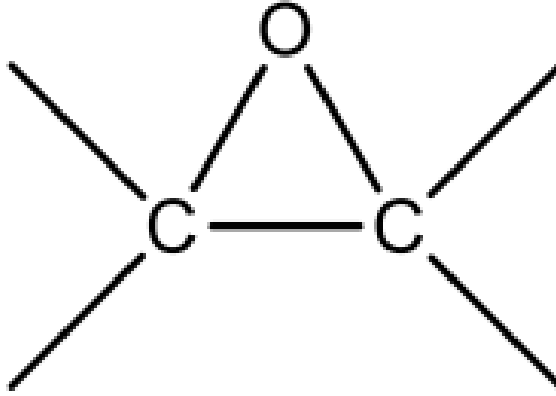
2.2.2. Termoplastikler

Termoplastik malzemeler, genel olarak, termoset malzemelerden daha sünek ve daha toktur. Dolgu ve takviye olmaksızın çok çeşitli yapısal olmayan uygulamalar için kullanılır. Termoplastikler, ısıtılarak eritilebilir ve soğutularak katılaştırılabilir, bu da onları tekrar tekrar şekillendirme, yeniden şekillendirme yeteneğine sahip hale getirir. Termoplastik moleküller çapraz bağlanmazlar ve bu nedenle esnek ve yeniden şekillendirilebilirler. Termoplastikler amorf veya yarı kristal olabilir. Amorf termoplastiklerde moleküller rastgele düzenlenir; yarı kristal plastiklerin kristal bölgesinde ise moleküller düzenli bir şekilde düzenlenir. Moleküllerin karmaşık yapısı nedeniyle plastiklerde %100 kristallik elde etmek mümkün değildir. Daha düşük sertlik ve mukavemet değerleri, yapısal uygulamalar için dolgu ve takviye kullanımını gerektirir. Termoplastikler, termosetlere kıyasla, özellikle yüksek sıcaklıklarda, genellikle zayıf sürünme direnci sergiler. Çözücülere termosetlerden daha duyarlıdır. Termoplastik reçineler birbirine kaynaklanabilir, bu da parçaların onarımını ve birleştirilmesini termosetlere göre daha basit hale getirir. Termoplastik reçinelerin daha yüksek viskozitesi, elle yerleştirme ve bant sarma işlemleri gibi bazı imalat işlemlerini daha zor hale getirir. Termoplastik matris malzemeleri içerisinde, zorlu performanslara sahip farklı termoplastiklerin sayısı belirtilebilir; örneğin termoplastik polyesterler, poliamidler, polisülfonlar, poliaril eterler, termoplastik poliididler, poliarilen sülfür ve sıvı kristalli polimerler [15].

2.3. Epoksi Reçineler

Oksiran, etoksilin, epoksit ve epoksi grubu olarak bilinen epoksi reçineler birden fazla üç üyeli halkaya sahip önemli polimerik malzeme sınıfında yer almaktadır. Yunancada fazla ve arası anlamını taşıyan “ep” ön eki ve oksijenin birleştirici formu olan “oksi” kelimesinden türetilen epoksi reçineler, çapraz bağlanmamış monomerleri veya epoksi grupları sahip oligomerleri ifade etmektedir. Şekil 2.6’da epoksi grup gösterimi mevcuttur. Epoksi reçineler; mükemmel mekanik dayanıklılık ve tokluğa sahip amorf termosetler sağlar, mükemmel kimyasal, nem ve korozyon direnci, iyi termal, yapışkan ve elektriksel özelliklere, boyutsal kararlılığa sahip, diğer plastikler ile karşılaştırıldığında benzersiz bir kombinasyondur. Bu üstün performans özellikleri, formüle etme çok yönlülüğü, makul maliyetleri metaller ve beton dahil olmak üzere çeşitli yüzeylere olağanüstü yapışma özelliğine sahip olan epoksi reçinenin yapısal ve

koruyucu kaplama uygulaması için kabul görmesini sağlamıştır [17].



Şekil 2.6. Epoksi grubu yapısı [18].

Ticari açıdan önemli epoksi reçinelerinin çoğu, en az iki aktif hidrojen atomu içeren bileşiklerin epiklorohidrin ile birleştirme reaksiyonu ve ardından dehidrohalojenasyon ile hazırlanır. Bunlara polifenolik bileşikler, mono ve diaminler, amino fenoller, heterosiklik imitler ve amidler, alifatik dioller ve polioller ve dimerik yağ asitleri dahildir. Epiklorohidrininden türetilen epoksi reçineleri, glisidil bazlı reçineler olarak adlandırılır [17]. İlk aşama epiklorohidrinin, bisfenol A gibi bir dihidroksi bileşiği ile baz katalizli bir büyüme reaksiyonu içerir. Bu işlem, her iki tarafında bir epoksit grubu tarafından sonlanan düşük moleküler ağırlıklı bir ön polimerin oluşumuyla sonuçlanır. Prepolimer, genellikle ticari epoksiler için viskoz bir sıvı veya tekrarlayan değere bağlı olarak sert ve tok bir katı olabilir. Resorsinol, glikol ve gliserol gibi diğer hidroksil içeren bileşikler de kullanılabilir ancak ticari epoksi reçineleri, bisfenol A'ya dayanır. İkinci aşamada, prepolimerin aktif hidrojen içeren bileşiklerle kürlenmesiyle çapraz bağlı bir ağ yapısı oluşturulur. Kür malzemeleri arasında poliaminler, poliasitler ve asit anhidritler, poliamidler ve formaldehit reçineleri bulunur. Aminler, tercihen trietilen diamin gibi sıvı aminler, epoksit grubu moleküllerinin uç kısmını halka açılması ile ön polimerin sertleşmesini etkiler [19].

2.4. Epoksi Kompozitler

Kompozit malzemeler, daha az güçlü bir malzeme veya matrise gömülü sürekli veya sürekli olmayan güçlü lifler içeren malzemeler olarak tanımlanmaktadır. Matris, elyafların geometrik düzenini korur ve aynı zamanda bu elyaflara kompozit bileşen üzerine etki eden yükü iletir. Ortaya çıkan kompozit malzeme, orta düzeyde mekanik

performansa sahiptir. Matrisinkinden üstündür fakat lifli takviyeninkinden farklı ve çoğunlukla daha düşüktür. Genel olarak, bu malzeme belirli olan başka bazı özellikler de sunar [20].

Bir kompozit üç bileşenden oluşur: (i) sürekli faz olarak matris; (ii) elyaf ve parçacıklar dahil olmak üzere süreksiz veya dağılmış faz olarak takviyeler; ve (iii) arayüz olarak da bilinen ince interfaz bölgesi. Herhangi bir malzeme, kompozit için bir matris malzemesi olarak hizmet edebilir. Bununla birlikte, matris malzemeleri genellikle seramikler, metaller ve polimerlerdir. Genel olarak endüstride kompozit pazarında bulunan matris malzemelerinin çoğu polimerdir. Kompozit malzemelerde kullanılabilen birkaç farklı polimer matrisi vardır. Polimer matrisli kompozitler arasında termoset matrisli kompozitler, termoplastik kompozitlere göre daha baskındır. Termoset ve termoplastikler benzer görünse de çok farklı özelliklere ve uygulamalara sahiptirler [21]. Polimerik matrislerde termoplastik matris (polipropilen, polietilen, poliamid vs.) ve termoset matris (polyester, fenolikler, silikonlar, epoksi, poliüretanlar vs.) olarak iki malzeme grubu kullanılmaktadır [20]. Tablo 2.4'te gösterildiği gibi matris olarak epoksi kullanılarak çok çeşitli kompozitler yapılabilir.

Tablo 2.4. Çeşitli epoksi kompozitler ve üretim yöntemleri [22].

Kompozitler	Takviyeler	Üretim Yöntemi
Elyaf takviyeli plastik kompozit	Cam,karbon,kevlar,bazalt	Reçine transfer yöntemi, vakum influzyon, oktoklav
Partiküllü mikro kompozit	Silika,kalsiyum karbonat,karbon siyahı, silisyum karbür	Mekanik karıştırma ve döküm, basınçlı kalıplama
Nanokompozit	Karbon nanofiber, karbon nanotüp, nanokalsiyum karbonat	Mekanik karıştırma ve sonikasyonun ardından döküm veya basınçla kalıplama

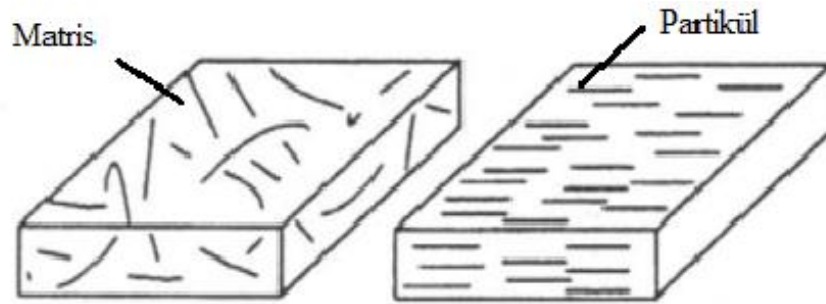
Bunlar geniş bir şekilde fiber takviyeli plastik kompozitler, partiküllü kompozitler ve nanokompozitler olarak gruplandırılabilir. Epoksi bazlı fiber takviyeli plastik kompozitler, özenle seçilerek özel olarak yapılabilir. Reçine bileşimleri, lifler ve ara yüzü tasarlayarak fiber takviyeli kompozitleri havacılık, otomotiv ve diğer yapısal

uygulamalarda kullanılmaktadır. Epoksi bazlı fiber takviyeli kompozitler (genel amaçlı kullanım için) ıslak serme tekniği ile yapılır ve ardından sıkıştırma kalıplama yapılır. Öte yandan, otoklavla kürleme, iyi mekanik özelliklere sahip yüksek lif hacimli fraksiyonlu, boşluksuz kompozit malzemeler üretmek için havacılık sektöründe standart üretim yöntemidir. Reçine transfer kalıplama ile üretilen benzer lamine kompozitler, maliyet tasarrufu, sağlık ve güvenlik avantajları sunar. Reçine transfer kalıplama yönteminin ana dezavantajı, işlemde yer alan düşük basınç nedeniyle daha düşük lif hacmi fraksiyonudur.

Bununla birlikte, epoksi bazlı kompozitlerin, ciddi güvenlik ve güvenilirlik sorunlarına yol açabilen, kürlenmiş reçinenin doğal kırılabilirliği nedeniyle düşük hızlı darbenin neden olduğu dahili hasara karşı oldukça hassas oldukları bilinmektedir. Bu nedenle, yüksek performanslı uygulamalar için, epoksi kompozitlerin darbe mukavemetlerini artırarak hasar toleransının iyileştirilmesi esastır ve dünya çapında araştırma konusu olmuştur [22].

2.4.1. Partikül takviyeli epoksi kompozitler

Parçacıklı kompozitlerde, her yönde yaklaşık olarak aynı boyuta sahip olan takviye bileşeni, Şekil 2.7’de gösterildiği gibi parçacıklar halinde bir matris malzemesi içinde bulunur. Parçacıkların şekilleri küresel, kübik veya farklı geometrilerde olabilir. Bu malzemelerde yük, takviye ve matris tarafından birlikte taşınır ve özellikler genellikle izotropiktir. Alüminyum alaşımlar, sert uçlar ve silisyum karbür partiküllerle güçlendirilmiş beton malzemeler partiküllü kompozitlere örnektir [23].



Şekil 2.7. Partikül ilaveli kompozit şeması [24].

Son yıllarda, yüksek performans, çok yönlülük ve farklı elyaf ve polimerlerin permütasyon ve kombinasyonu ile uygun maliyetlerde işleme avantajlarının benzersiz kombinasyonu nedeniyle elyaf takviyeli polimer kompozitlerine olan talepte hızlı bir

artış olmuştur. Bu kompozitler, yüksek özgül mukavemet ve sertlik, iyi yorulma performansı ve hasar toleransları, düşük termal genleşme, manyetik olmayan özellikler, korozyon direnci ve imalat sırasında düşük enerji tüketimi gibi ilginç özelliklere sahiptir. Karbon, bor, cam ve kevlar elyaflarından oluşan elyaf takviyeli kompozitler, organik ve inorganik uygulamalar için, malzeme olarak geniş çapta kabul görmüştür [25].

2.4.2. Fiber takviyeli epoksi kompozitler

Fiber-matris arayüzey alanı, kompozitlerin kritik bir parçasıdır çünkü matristen fibere yük transferleri ve bunun tersi arayüz aracılığıyla gerçekleşir. Çoğu araştırmacı kırılma tokluğunu artırmak için zayıf arayüzler kullanımı fikrini destekler. Tokluğa en büyük katkı, çatlak köprüleme ve fiber çekilmesine atfedilir. Zayıf arayüzler kompozit mukavemet için zararlıdır. Yüksek mukavemet, liflerden matrise verimli yük transferleri ile gerçekleşir. Fiber ve matris arayüzleri, kompozitlerin mekanik davranışı ve yaşam süresi üzerinde derin bir etkiye sahiptir. Zayıf elyaf kaplama bağlarının varlığında, matris çatlakları elyafların yüzeyinde tek bir uzun bağ ayrılması oluşturur. İlişkili arayüz kesme gerilmeleri düşüktür ve bağları açılmış arayüzlerden geçen yük transferleri zayıftır. Matris düşük gerilimlere maruz kalır ve daha fazla çatlamaya maruz kalabilecek matris hacmi, uzun bağların varlığı ile azalır. Matris çatlaması tercih edilen bir durum değildir [26]. Fiber takviyeli kompozitler en yaygın olarak bilinen, üretilen ve kullanılan kompozit malzeme sistemi türüdür. Sistem, mukavemet ve elastisite modülü gibi yüksek mekanik özelliklere sahip lifli malzemelerin metal, polimer veya seramik gibi bir matrisle çevrenmesiyle bir araya getirilir. Bir kompozitin elde edilen mukavemeti ve sertliği, yalnızca kurucu malzemelerin bireysel özelliklerine değil, aynı zamanda lifli fazın uzunluk-çap oranı olarak bilinen boyutsuz bir miktara da bağlıdır F_u ve Lauke (1996). Bu orana ve fiber oryantasyonlarına bağlı olarak, fiber takviyeli kompozitler Şekil 2.8’de gösterildiği gibi üç ana gruba ayrılmıştır: sürekli veya uzun ve hizalı, süreksiz veya kısa ve hizalı ve süreksiz ve rastgele yönlendirilmiş [23].



Şekil 2.8. Fiber partikül takviyeli kompozit şeması [23].

2.5. Polimer Kompozit Malzemelerin Özellikleri

Kaplamalar, yapıştırıcılar, paketlenme, mühendislik, yapı malzemeleri, giyim gibi pek çok çeşitli uygulamalarda kullanılan polimerler, yeni uygulamalar için yeni malzemeler ortaya çıkartma isteği ile yönlendirilir. Bu malzemelerin başarılı olmasının ve çeşitliliğinin büyük ölçüde katkı sağlayan önemli bir özelliği de zincirlerin oluşturulduğu organik moleküllerin farklı dizaynı ile yeni özellik oluşturmaının mümkün olmasıdır [27].

Çalışmalar incelendiğinde kaplama matrisi olarak kullanılan yaygın polimerler olarak; epoksi (EP), fenolik reçine, politetrafloroetilen (PTFE), aromatik termoset (TSP), poliimid (PI), poliüretan (PU), polifenilen sülfid (PPS), polieterketon (PEEK) yer almaktadır. Her bir polimerin özelliği farklı olup uygulama alanları farklıdır. Örnek olarak PTFE yüksek termal stabiliteye ve çok düşük sürtünme katsayısına sahipken, yüksek aşınma oranına da sahiptir. PI yüksek sıcaklık direnci, mekanik özelliklere ve yüksek sürtünme direncine sahipken yüksek sürtünme katsayısına sahip olması yağlama uygulamalarında kullanımını kısıtlamaktadır. Malzemenin tribolojik ve mekanik özellikleri iyileştirmek için eklenen dolgu malzemeleri, yumuşak metaller, mikrokapsüller, karbon bazlı malzemeler, polimerler, seramik nanopartiküller katkı veya dolgu malzemesi olarak eklenmektedir [10].

Guo ve ark. (2017) kısa karbon fiber takviyeli PEEK kompozite farklı işlevlere sahip nanopartiküller ekleyerek yüzey tabakasında koruyucu film oluşumu ve kayganlığını incelemişlerdir. Kısa karbon fiber ve nano SiO_2 (Silisyum dioksit) parçacıkları ile doldurulmuş PEEK'e nano Bi_2O_3 (Bizmut (III) oksit) ve nano-CuO (Bakır (II) oksit) gibi yumuşak oksit nanopartiküllerin eklenmesinin sürtünme ve aşınmayı azalttığı göstererek bu nanopartiküllerin sinerjistik etkisi kanıtlanmıştır. Her iki ilaveli kompozitin çelik ile sürtündüğünde yüzeyi koruyan bir film tabakasını oluşturduğu gözlemlenmektedir. WS_2 (Tungsten disülfür)-SiC (silisyum karbür) nanopartiküllerinin kısa karbon fiberli PEEK'e eklenmesi yüzeyde sürtünmeye dayanan kaygan bir film tabakası oluşmasına neden olmuştur [28]. Zhang ve ark. (2016) nano partikül ilaveli epoksi bazlı kompozitin yüzey işlevselliği ve yapısını incelemişler. Eklenen dolgu maddeleri sayesinde yüzeyde aşınmaya karşı direnç gösteren yapı oluşumunun hızlandığını, pürüzlü yüzeyde çift yapılı bir film oluşturduğunu gözlemlemiştir [29]. Sürtünme katsayısı düşük yüksek aşınma oranına sahip PTFE için Shi ve ark. (2013) PTFE filmlerin sürtünme direncini arttırmak için

epoksi bazlı nano SiO₂ ve PTFE tozunu sinterlemeden önce karıştırır. SiO₂ nanopartiküllerin eklenmesi PTFE kristal formunu arttırmış olup, PTFE ve PTFE/Nano-SiO₂ karşılaştırıldığında, SiO₂ ilavesiyle yüksek çekme mukavemeti ve sertliğin olduğu, daha düşük sürünme gerinimi ve sürtünme oranı gözlenmiştir [30].

Yukarıda da bahsedildiği gibi literatürde polimerik kompozit malzemelerin çalışmaları devam etmekte olup farklı seramik, nanopartiküller, karbon bazlı partiküller, yumuşak metaller gibi çeşitli dolgu malzemeleri ilavesiyle özellikleri iyileştirilebilmektedir. Gelişebilen özellik göstermeleri nedeniyle literatürde ve endüstride kullanıma elverişli bir malzeme özelliği vermektedir. Polimer kompozitlerin kullanım alanları havacılık, deniz, otomotiv gibi her türlü taşımacılıkta, inşaat sektöründe ve diğer endüstriyel uygulamalarında kullanılması artmaya devam etmektedir. Geleneksel malzemeler yerine polimerlerin kompozit malzemelerin kullanımındaki artışın nedeni yüksek korozyon direnci, yüksek mukavemet maliyet düşüklüğünden kaynaklanmaktadır [19].

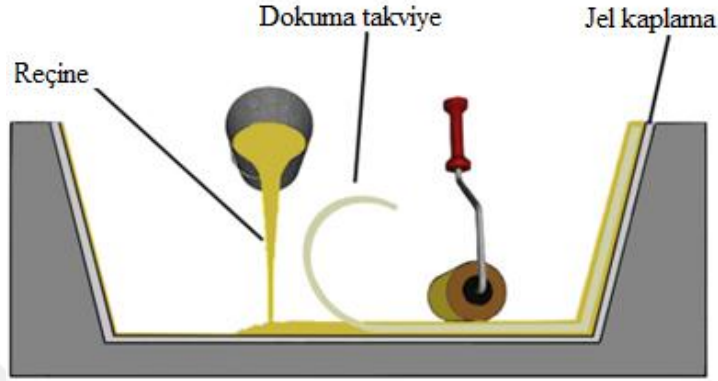
2.6. Polimer Matrisli Kompozitlerin Üretimi

Polimer malzemeler düşük yoğunluklu, hafif, ekonomik, atmosferik korozyon ve kimyasal maddeler karşı iyi direnç göstermesi gibi özellikleri nedeniyle endüstrinin her dalında kullanılan malzemeler haline gelmiştir. Yaygın olarak kullanılan polimer kompozit malzemelerin pek çok üretim yöntemleri mevcuttur. Elde edilen malzemeden yüksek verim alınabilmesi için takviye malzemesinin, matris malzemesinin uygun olması ve üretim yönteminin uygun seçilmesi gerekmektedir. Polimer kompozit malzemelerin üretim yöntemleri aşağıda verilmiştir.

2.6.1. El ile (kontakt) yatırma yöntemi

El yatırma tekniği, dokuma kompozit imalatının en eski yöntemidir. Numuneler bazı aşamalara uyularak hazırlanır. Her şeyden önce, polimerin yüzeye yapışmasını önlemek için kalıp yüzeyi serbest bırakma önleyici madde ile işlenir. Daha sonra, ürünün pürüzsüz bir yüzeyini elde etmek için kalıp plakasının üstüne ve altına ince bir plastik levha uygulanır. Dokuma takviye katmanları istenilen şekillerde kesilir ve kalıbın yüzeyine yerleştirilir. Bu nedenle, daha önce bahsedildiği gibi, reçine diğer bileşenlerle karıştırılır ve kalıba yerleştirilmiş olan takviye yüzeyine infüze edilir ve onu eşit bir şekilde yaymak için bir yardım fırçası kullanılır. Daha sonra diğer keçeler önceki polimer tabakasının üzerine yerleştirilir ve sıkışmış hava kabarcıklarını ve fazla

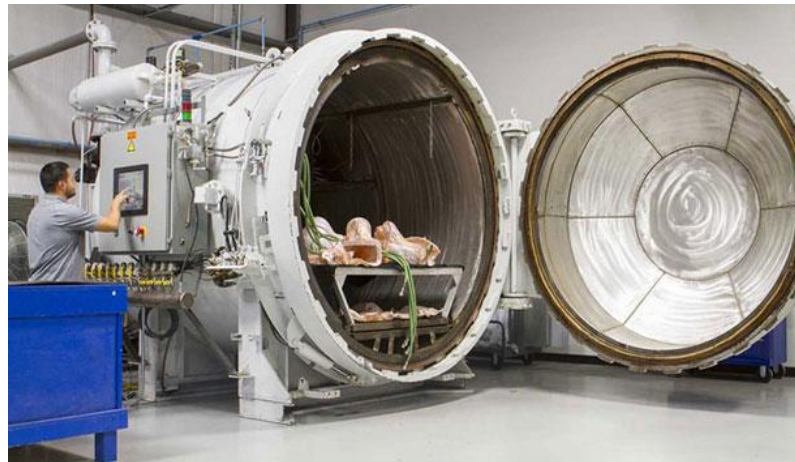
polimeri çıkarmak için bir silindir kullanılarak basınç uygulanır. Daha sonra kalıp kapatılır ve tek bir mat elde etmek için basınç bırakılır. Oda sıcaklığında kürlendikten sonra kalıp açılır ve dokuma kompozit kalıp yüzeyinden çıkarılır [31]. El yatırmasının şeması Şekil 2.9'da gösterilmiştir.



Şekil 2.9. El ile yatırma yöntemi [31].

2.6.2. Otoklav yöntemi

Dokuma kompozitlerin genel üretim yöntemi birkaç ana adımı içerir. İlk olarak, dokuma takviye katmanları serilir. Yapıştırıcı sistem ve kullanılan alüminyum alaşımı arasındaki bağı iyileştirmeyi amaçlayan takım yüzeylerinin kromik asit veya fosforik asit ile ön işleminden sonra açık bir kalıba yerleştirilir. Daha sonra malzeme bir ayırma filmi, hava alma/havalandırma kumaşı ve sızdırmazlık bandı ve bir vakum torbası ile kaplanır. Laminattan sıkışmış gazları çıkarmak için sürekli bir vakumla kürlendikten sonra kalıp açılır ve dokuma kompozit kalıp yüzeyinden çıkarılır [32]. Şekil 2.10'da gösterilmektedir.



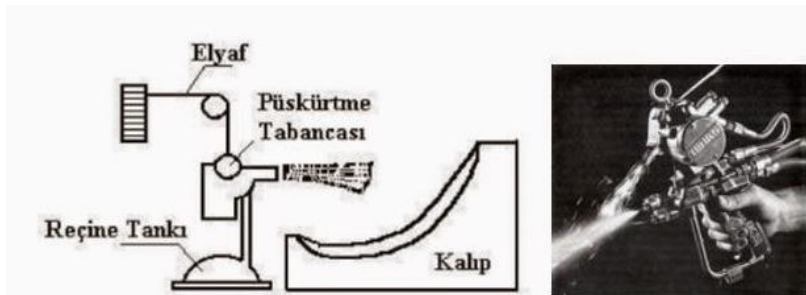
Şekil 2.10. Otoklav yöntemi [33].

2.6.3. Profil çekme (pultrüzyon) yöntemi

Pultrüzyon, sabit kesimli ve sürekli kompozit ürünlerin elde edilmesinde kullanılan, düşük maliyetli, hızlı üretime sahip ve yüksek üretim rakamlarına ulaşılabilen üretim yöntemidir. Reçine banyosundan geçen lifler ısıtılmış kalıptan geçirilerek istenilen şekilde kürlendikten sonra istenilen boylarda kesilir. Maliyet arttırıcı özellikler krom kaplı kalıplar ve besleme sistemleridir. Üretimde istenilen tipte elyaf kullanılabilir ancak cam elyafı yaygın olarak kullanılmaktadır. Polyester, vinil ester, epoksi gibi reçineler kullanılabilir [34]. Temel pultrüzyon işleminde avantajlar ve dezavantajlar tartışılarak şu şekilde bakış açısı sunulmaktadır. Avantaj olarak; termoset ve termoplastik matris malzemeleri için kullanılabilir. Neredeyse her tür takviye malzemesi işlenebilmektedir. Ekonomik açıdan hammadde, takviye malzemelerinin en ucuz olan fitil şeklinde ilave edilmektedir. Düşük ıskarta, yüksek lif hacmi genişliği, proses yönünde yönlendirilmiş liflerin düzgün hizalanması, karmaşık şekillerin gerçekleştirilmesi, otomatik süreç ile birlikte düşük işçilik maliyetidir. Dezavantaj olarak; Çekme kuvvetini taşımak için fiber yönlenmesi proses yönünde olmalıdır sonuç olarak fiber yönlenmesi ile ilgili kısıtlamalar mevcuttur. Liflerin aşındırıcı olması nedeniyle ekipmanlar maliyetli olmaktadır. Üretim hızı ürünün geometrisine bağlıdır sonuç olarak ürünün karmaşıklığı arttıkça üretim hızı yavaşlamaktadır [35].

2.6.4. Püskürtme yöntemi

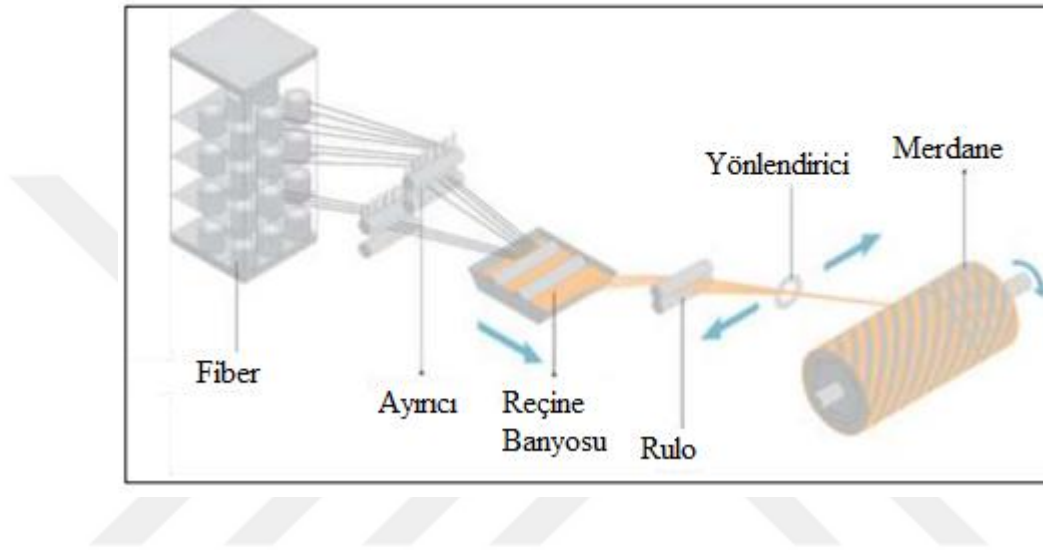
Bu yöntem az ya da orta sayıda parça üretimi gerektiren koşullarda tercih edilen, uygulaması basit kompozit yöntemlerinden biridir. Ayırıcı bir madde ile kaplanan kalıp yüzeyi sonrasında yüzeye jel kaplama uygulanır ve sertleşmesi için bekletilir. Şekil 2.11’de gösterildiği gibi el tabancası kullanılarak kısa boyutta elyaflar haline dönüştürülen fiberler, sertleştirici ile karıştırılarak kaplamak istenen parçanın kalıbına püskürtülerek üretim gerçekleştirilmektedir [36].



Şekil 2.11. Püskürtme yöntemi [37].

2.6.5. Elyaf Sarma yöntemi

Genellikle boru, direk, yakıt tankı gibi silindirik şekilli kompozitlerin üretiminde tercih edilen elyaf sarma yönteminde, Şekil 2.12’de de gösterildiği gibi sürekli elyaf lifleri reçine ve sertleştirici içeren kalıba daldırılıp ısıtıldıktan sonra dönen bir malafa yardımıyla kalıba sarılmasıyla oluşur. Islanan reçine sertleştikten sonra döner alet çıkartılarak kompozit istenen şekli alır. Bu yöntemde liflerin yönü mekanik özellikleri etkilediğinden dolayı önemlidir [38].



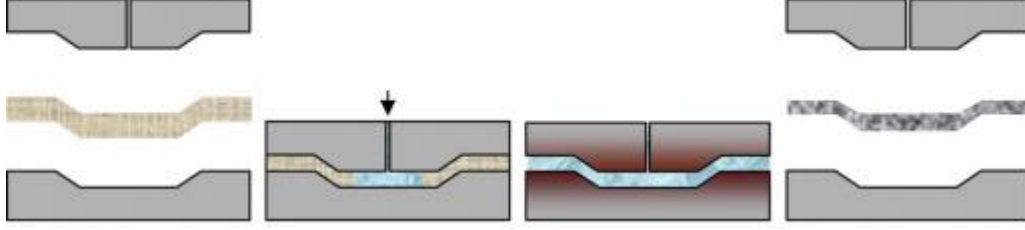
Şekil 2.12. Elyaf sarma yöntemi [38].

2.6.6. Reçine transfer kaplama yöntemi

Reçine transfer kalıplama işlemi, otomotiv ve havacılık endüstrilerinde kompozit parçalar üretmek için giderek daha fazla kullanılmaktadır. Yüksek performanslı kompozitler bu yöntem ile şu şekilde üretilir; Takviye kalıp boşluğuna yerleştirilerek kalıp kapatılıp mühürlenir. Ardından reçine enjeksiyondan verilir. Bu işlemden sonra kürlleme gerçekleşerek reçine polimerleşmeye başlar. Kalıp açılarak elde edilen parça kalıptan çıkarılır. Bu yöntemin gelişmesiyle, modelleme ve sayısal simülasyon giderek daha önemli hale gelmektedir. Kalıp doldurma esnasında reçinenin taşınması, kalıp tasarımını ve proses koşullarını optimize etmeye yönelik çeşitli araştırmaların söz konusu olmuştur. Lifli takviye, gözenekli bir ortam olarak modellenir ve basınç ve sıcaklık gibi parametreler hacim ortalaması ile tanımlanır [39].

Şekil 2.13’de de görüldüğü gibi bu yöntemde takviye malzemesi olarak çeşitli elyaflar kullanılabilen bu yöntem ile üretilen ürünler el tabakalama yöntemi ile elde edilen ürünlere göre daha mukavemetlidir. Üretim sırasında kalıp boşluğunda bulunan

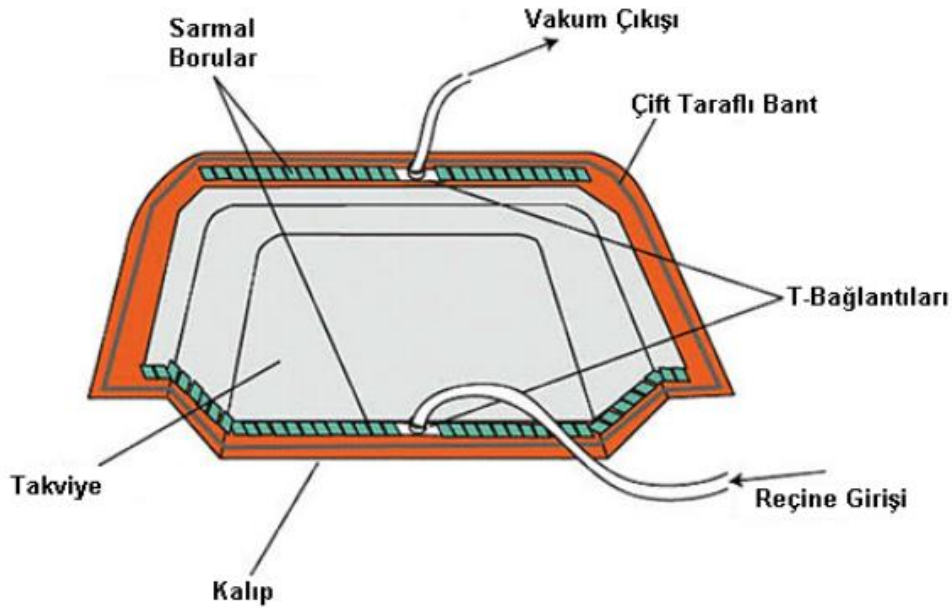
elyafların, reçinenin akışı sırasında konumunun değişmemesi önemli olup bunun için ön sabitleme yapılabilir. Karmaşık parçalar bu yöntem ile elde edilebilmektedir [40].



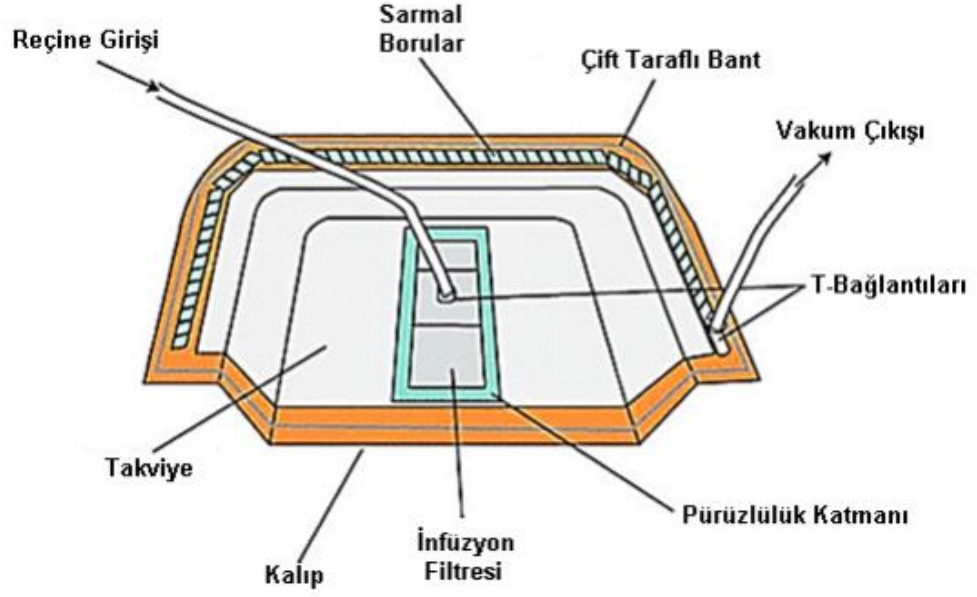
Şekil 2.13. Reçine transfer kaplama yöntemi [39].

2.6.7. Vakum infüzyon yöntemi

Bu yöntem vakumlanmış ortam içerisindeki reçinenin ilerlemesi ile gerçekleşen bu yöntem 1980’li yıllardan beri bütün dünyada çeşitli endüstri kollarında uygulanmaktadır. Bu yöntemdeki amaç el değmeden üretimi sağlamaktır. İnfüzyon, vakum pompası, vakum tankı (reçine toplama tankı), reçine kovası ve kalıp olarak dört bölümden oluşan yöntemdir. Bu yöntemde reçinenin kalıba girdiği yer değişmesi nedeniyle iki tip proses vardır. Birinci sistem; Şekil 2.14’te görüldüğü gibi kalıp etrafından vakumlanıp reçinenin ortadan verildiği, ikinci sistem Şekil 2.15’te vakum ve reçine hatlarının karşılıklı yerleştiğidir [41].



Şekil 2.14. Etrafından vakumlanıp reçinenin ortadan verildiği sistem [41].



Şekil 2.15. Karşılıklı yerleşen vakum ve reçine hattı sistemi [41].

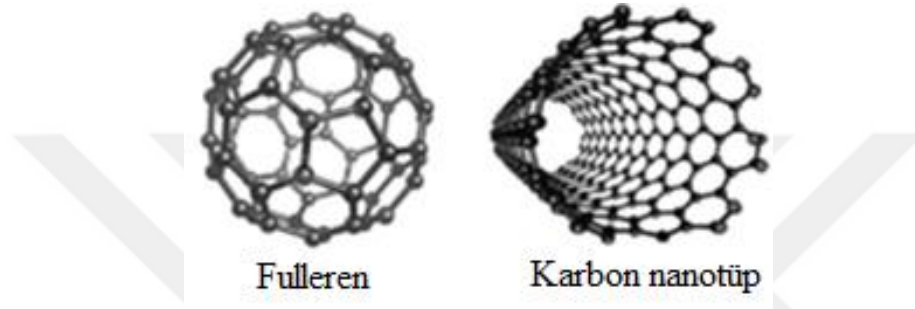
Üretim aşaması; kalıp yüzeyi kalıntılardan arındırılarak kalıp ayırıcı uygulanır. Koşullara uygun jel yüzeye uygulanır ve takviye malzemeleri konularak sabitlemek için yapıştırıcı püskürtülür. Yüzey pürüzlülüğüne yardımcı olan katman kalıp üzerine serilerek takviye malzemeleri üzerine yapıştırılır. Kalıp hatları ayarlanarak infüzyon macunu yapıştırılır ve vakum tankları hatlara bağlanır. Kumaş üzerine delikli tabaka yerleştirilir. Uygun katkı maddeleriyle hazırlanan reçine akışı sağlanır. Tüm noktalara ulaşana kadar işlem devam eder. Üretilen ürün vakum altında sertleşene kadar bekletilir ve parça kalıptan çıkartılır [41]. Bu yöntem karmaşık prosesler için tercih edilebilir. Doğru uygulandığında oldukça iyi durumda güç ve görünüm kalitesine sahip ürünler elde edilir. Maliyeti düşüktür ve çekirdek malzemeleri de kullanarak tek uygulamada istenen ürün elde edilebilir. Takviyenin, dar köşelerde köprü oluşturduğu durumda meydana çıkan hava boşlukları ve küçük hava kabarcıkları gibi kompozitleri bozabilecek bazı sorunları da ortadan kaldırır. Dezavantajları olarak; karmaşık bir proses olması, reçine viskozitesinin düşük olma gereği ve reçinenin ıslatamadığı bölgelerin pahalı atıklara yol açma olasılığıdır [42-43].

2.7. Polimer Kompozit Üretiminde Kullanılan Katkı Malzemeleri

2.7.1. Karbon nanotüpler

Karbon, yaşamın temelini oluşturan periyodik tabloda C ile gösterilen bir elementtir. İlaçlarda, sentetik malzemelerde, teknolojik alanlar da çeşitli uygulama için önemlidir.

Bu rol, karbonun kendisine ve tüm elementlere neredeyse sınırsız çeşitlilikte bağlanma kabiliyetinin bir sonucudur. Ortaya çıkan organik bileşiklerin ve moleküllerin yapısal çeşitliliğine, çok çeşitli kimyasal ve fiziksel özellikler eşlik eder. Modern sentetik kimya, yeni hedef sistemlerde yapısal ve fonksiyonel yapı taşlarının kontrollü kombinasyonu ile bu özelliklerin özel tasarımına izin verir [44]. Allotrop, maddenin farklı geometrik şekilleri olarak bilinir. Elmas, grafit, fullerener, nanotüpler karbon atomunun allotropudur [45]. Fulleren ve karbon nanotüp allotroplarının yapıları Şekil 2.16'da gösterilmektedir.



Şekil 2.16. Fulleren ve karbon nanotüp yapısı [46].

Fullerenler, grafen ve karbon nanotüpler dahil olmak üzere eşsiz elektriksel, optik, mekanik, termal, kimyasal ve diğer özellikleri nedeniyle en umut verici malzemelerden bir grubunu temsil eden karbonun nano allotropları elektronik çipler, iletken filmler, süper kapasitörler, yakıt hücreleri, bellekler, ekranlar, filtreler, güneş pilleri, sensörler, giysiler vb. gibi birçok uygulamada kullanım için tercih edilen malzemedir [47]. Karbon atomlarından oluşan fullerener, grafitte benzer yapılar halinde düzenlenmiş moleküllerdir. Bağlantılı altıgen halkaların istiflenmiş grafen tabakaları; beşgen ya da yedigen halkalar da içerebilirler. Halkalar daha sonra içi boş küreler, elipsoidler ve ayrıca silindirler gibi çeşitli şekillerde nanoparçacıklar oluşturur [48]. Bir fullerene molekülü içindeki karbon atomlarının sayısı 20 ila birkaç yüz veya bin arasında değişir. C₆₀ serisinin fullerenerleri 240, 540, 960, 1500, 2160 ve hatta daha fazla karbon atomuna sahip olabilir. En simetrik ve dolayısıyla en kararlı fullerene C₆₀'tır, ardından C₇₀ gelir ve diğerleri çok daha az karardır [49].

Kroto ve diğerleri tarafından 1985 yılında Buckminsterfullerenin (C₆₀) keşfi yeni bir karbon kimyası dalına yol açarak, 1990 yıllarının başında nanometre aralığındaki çaplara sahip karbon filamentler Sumio Iijima tarafından, geçirimli elektron mikroskobu (TEM) kullanılarak gözlenerek karbon filamentlere karbon nanotüpler adı

verilmiştir. İki yıl sonra tek duvarlı karbon nanotüpler sentezlendi. Dikey olarak sıralanmış nanotüpler ise Thess ve diğerleri tarafından 1996'da geliştirilmiştir [47].

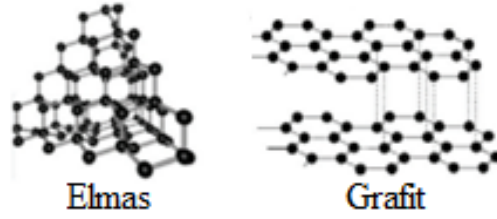
Yüksek elektrik, mekanik ve termal özellikleri nedeniyle kompozitler, kaplamalar, enerji depolama gibi çeşitli alanlarda tercih edilen karbon nanotüplerin çeşitli özellikleri incelenmiş ve aktarılmıştır; tüm nanotüplerin termal iletkenlikleri çoğunlukla iyidir. Tek duvarlı nanotüp, eksen boyunca (radyal yönde) yaklaşık $1,55 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ 'lık bir oda sıcaklığında termal iletkenliğe sahiptir ve bu termal olarak toprak kadar iletkenidir.

Karbon nanotüplerin sıcaklık stabilitesinin vakumda 2800°C 'ye kadar ve havada yaklaşık 750°C 'ye kadar olduğu tahmin edilmektedir. Eksenel yönlerinde büyük Young modülüne sahip olan nanotüpler, bir bütün olarak uzunluğu nedeniyle çok esnektirler. Çekme mukavemeti ve elastik modülü açısından en güçlü, en sert malzemelerdir. Karbon nanotüplerin kullanımı anizotropik özelliklere ihtiyaç duyan kompozit malzemelerdeki uygulamalar için uygundur. Küçük çaplı karbon nanotüpler yarı iletken veya metalik olarak iletken özellik gibi farklı niteliklere sahip olması, farklı bir bant yapısı ve buna bağlı farklı bant aralığı ile sonuçlanan moleküler yapıdan kaynaklanmaktadır [50]. Kimyasal açıdan bakıldığında karbon nanotüpleri oldukça reaktif olan uç kısımlar ve yan duvar olarak iki bölgeye ayrılır. Bu nedenle daha küçük nanotüp çapı, artan reaktivite ile sonuçlanmaktadır [51].

2.7.2. Grafit

Karbon allotropları olarak geçen diğer yapılar ise elmas ve grafitir. Elmasa bulunan karbon atomları, farklı dört karbon atomuna bağlanarak üç boyutlu kristal yapı oluştururken grafit bir AB düzleminde karbon atomlarının üst üste istiflenmesiyle oluşan ve Van der Waals bağı ile zayıf bağ oluşturarak birbirine bağlı, bulunduğu katman içerisinde kovalent ve metalik bağ ile oluşan karbon katmanlarından oluşan iki boyutlu yapıdır. Şekil 2.17'de elmas ve grafit yapıları gösterilmiştir.

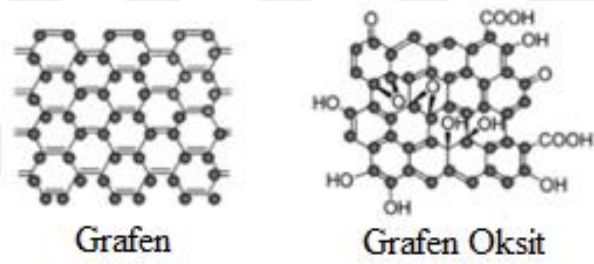
Grafit fiziksel ve mekanik özellikleri yöne bağlı olarak değişen anizotropiktir. Bunun sonucunda karbon katmanları birbirine kolayca kayma eğiliminde olurlar ve bu özellikleri grafiti iyi bir yağlayıcı haline getirir. Düzlem içerisindeki metalik bağı nedeniyle katmanlar içerisinde iyi bir elektrik ve ısı iletkenidir, katmanlara dik olarak sahip olduğu zayıf van der Waals bağı nedeniyle zayıf bir elektrik ve ısı iletkenidir [52].



Şekil 2.17. Elmas ve grafit yapısı [46].

2.7.3. Grafen

Altıgen olarak birbirine sp^2 hibrit düzeninde birbirine bağlanmış katmanlardan oluşan grafitin, tek bir katmanı grafen olarak adlandırılır [7]. Bir diğer tanımla altıgen ya da bal peteği benzeri bir yapıya sahip olan grafen, kovalent olarak aynı düzlemde birbirine bağlanan her bir karbon atomunun ve tek katmanlı grafen tabakalarının van der Waals kuvvetleri ile birbirine bağlandığı saf karbondan oluşur [53]. Şekil 2.18’de grafen ve grafen oksit yapısı gösterilmektedir.

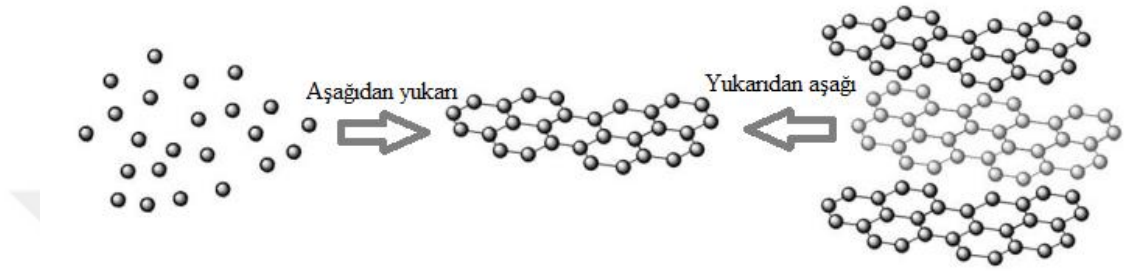


Şekil 2.18. Grafen ve grafen oksit yapısı [46].

Grafen, yüksek hareketlilik, mekanik özellikler, termal iletkenlik gibi olağanüstü özellikleri nedeniyle geniş bir uygulama alanına sahiptir [7]. Başta grafen oksit (GO) ve indirgenmiş grafen oksit (RGO) olmak üzere türevleriyle birlikte grafen malzemeler, aromatik halka, reaktif fonksiyonel grupların varlığı nedeniyle çeşitli alanlarda incelenmiştir [53]. Literatürde grafen malzemelerin dikkate değer performansları belgelenmiş kapsamlı incelemeler yapılmıştır. Grafen malzemelerinin mekanik özelliklerini iyileştirdiği Yang ve ark. (2018) çalışmasında da kanıtlanmıştır [54]. Raja ve ark. (2023) tek aşamalı daldırma kaplama işleminde epoksi reçineye, polipropilen, grafen oksit ve karbon nanotüp ilavesinin mikroyapısı ve tribolojik etkilerini incelemiştir. Bu çalışma sonucunda karbon nanotüp yapılarında tane büyümeleri gözlenmiş olup, grafen oksit ilavesiyle mekanik stres sırasında kompozit kırılması önlendiği, grafen oksit ve karbon nanotüp partiküllerinin kompozitin aşınma oranını azalttığı kanıtlanmıştır [55].

2.7.3.1 Grafen üretimi

Grafen sentezi; yukarıdan aşağıya ve aşağıdan yukarıya olarak iki farklı yöntem şekline ayrılabilir. Şekil 2.19’da gösterildiği gibi yukarıdan aşağıya yaklaşımlar, tek grafen tabakaları elde etmek için istiflenmiş grafit katmanlarını parçalamayı içerirler. Aşağıdan yukarıya yöntemler alternatif karbon içeren kaynaklardan grafen sentezlemeyi içerir [56].



Şekil 2.19. Grafen sentezinin yönteminin şematik gösterimi [56].

Kimyasal indirgenme

Grafen eldesinin en önemli ve en çok kullanılan yöntemlerinden biri indirgenmesidir. Tarihsel olarak Brodie metodu, Staudenmair metodu, Hofmann metodu ve Hummer metodudur. Nispeten diğer yöntemlere göre hızlı, potasyum permanganat (KMnO_4) ve sodyum nitrat (NaNO_3) kullanımı ile patlayıcı gazlar üretmediğinden güvenilir ve ekonomik olması nedeniyle en çok tercih edilen yöntem Hummer metodudur. Çeşitli kimyasal, termal ve elektrokimyasal süreçler ile grafen oksit (GO) indirgenmesinde karbonil, hidroksil ve karboksil gibi oksijenli fonksiyonel grupların çoğu ortadan kalkar fakat hala saf grafen elde etmek mümkün değildir. Elde edilen indirgenmiş grafen oksitin belli derecede kusur ve boyut farklılıklarının olmasına rağmen grafene yüksek derecede benzerlik gösterir. Aynı zamanda indirgenmiş grafen oksit kalitesinin indirgeyiciye, indirgeme zamanına, sıcaklık ve basınç gibi koşullara bağlıdır. Yaygın olarak hidrazin (N_2H_4) ile indirme, grafen oksit içeriğindeki oksijeni azaltmak için kullanılır. Fakat dezavantaj olarak pahalı ve toksik olması uygulamayı zorlaştırmaktadır. Çevreci bir yaklaşım için sülfür bazlı reaktifler, azot bazlı reaktifler, borohidritler, alüminyum hidritle gibi pek çok çeşitte indirgeme ajanları kullanılmaya başlanmıştır [53-55]. Dikin ve ark. (2007) grafiti hidrazin ile indirgedikleri çalışmada elektrik iletkenliği sağlayan, grafen bazlı tabakalardan oluşan ve spesifik yüzey alanına sahip malzeme elde etmiştir [57].

Eksfoliasyon

Yukarıdan aşağı sentez yöntemlerinden biri olan, grafit tabakasında bulunan zayıf bağların kırılması ile grafen katmanı eldesi amacıyla tabakanın kaydırılması yöntemi eksfoliasyon olarak adlandırılır. Karıştırma, çalkalama yoluyla istiflenmiş malzemeleri pul pul dökmek için en önemli yöntemlerden biridir. Yeni tekniklerden biri olarak, pul pul dökülecek malzeme ile olumlu bir etkileşime girerek dökülen tabakaların yeniden toplanmasını azaltan çözücüler kullanılır. Van der Waals etkileşimlerini azaltmak ve pul pul dökülen ürünleri çözelti içinde asılı tutmak için ara bağlayıcı maddeler, yüzey aktif maddeler ve kimyasal işlevselleştirme de kullanılır [58].

Sıvı faz eksfoliasyonu

Grafitin katmanlarını tek tek çıkarmak için ultrasondan faydalanılarak sıvı ortamlarda pul pul dökülmesi ile tipik işlem olarak üç adımda elde edilir. İlk olarak grafit çözücü içerisinde dağılır daha sonra pul pul dökülür ve son olarak saflaştırma işlemi uygulanır. grafen pulları, grafitin ıslak kimyasal saçılımı yoluyla yüzey aktif madde içermeyen eksfoliasyon tarafından elde edilerek organik çözücüler içinde ultrasonikasyon ile üretilir.

Ultrasonikasyon sırasında basınç dalgalanmaları nedeniyle sıvıda bulunan mikrometre boyutundaki kabarcıkların veya boşlukların büyümesi ve çökmesi, pul pul dökülmeye neden olur. Bu nedenle eksfoliasyondan sonra çözücü ve grafen arasında bulunan çekici kuvvetlerin dengelenmesi için yüzey gerilimini en aza indirmek için çözücüler kullanılmaktadır [59].

Ark deşarjı

Yukarıdan aşağı sentez üretim yöntemlerinden biri olan ark deşarjı fullenler ve karbon nanotüpler dahil olmak üzere karbon nanomalzemelerin sentezinde kullanılmaktadır. Bu yöntem bir dizi farklı tampon gazda birkaç katmanlı grafen sentezlemek için kullanılmıştır.

Tampondaki hidrojen gazının varlığının, sarkan karbon bağlarını sonlandırmak ve dolayısıyla grafitik tabakaların yuvarlanmasını ve kapanmasını engellemek için önemli olduğu düşünülmektedir ve helyum ve hidrojen gazı karışımının, incelenen bir dizi farklı tampon gazdan en yüksek kristallikte malzeme ürettiği bulunmuştur [56].

Karbon nanotüplerin eksenel açılması

Karbon nanotüplerin açılması veya fermuarının açılması, karbon tabakayı tek, iki veya birkaç katmanlı grafene düz bir şekilde yerleştirmek için silindirik yapının kesilmesini içerir. Ayrıca, bu yöntem hem tek duvarlı hem de çok duvarlı farklı sayıda grafen tabaka katmanıyla sonuçlanır ve bu ürünler grafen nanoribbon olarak adlandırılır [53].

Kimyasal buhar biriktirme

Kimyasal buhar biriktirme yöntemi aşağıdan yukarıda yöntem olup, grafen üretimi için ucuz, verimli ve tekrarlanabilir bir yöntem olup kusursuz grafen katmanları eldesi mümkündür [60]. Bu yöntem yüksek sıcaklıklarda, nikel ve bakır gibi metalik katalizörler üzerinde grafen tabakası eldesi için, metan (CH_4), asetilen (C_2H_2), etilen (C_2H_4) gibi hidrokarbon gazlarını ve diğer biyokütle malzemelerini ayrıştırır. Metal katalizör üzerinde buhar fazındaki karbon atomları birikmesi ve ayırıcı ajan ile yüzeyden alınması temeline dayanmaktadır [61].

Epitaksiyel büyüme

Grafen, vakum altında veya inert, aktif olmayan koşullarda 1200-1600°C arasında ısıtılan silisyum karbür (SiC) üzerine büyümesi ve termal olarak ayrışması işlemidir. Yüksek sıcaklık ile silisyum desorpsiyonuna neden olur ve silisyum yüzeyden ayrılır, karbonlar bir araya gelerek grafeni oluşturur. Aşağıdan yukarıya olan bu süreç silisyum karbür üzerinde grafenin epitaksiyel büyümesi olarak bilinir [62].

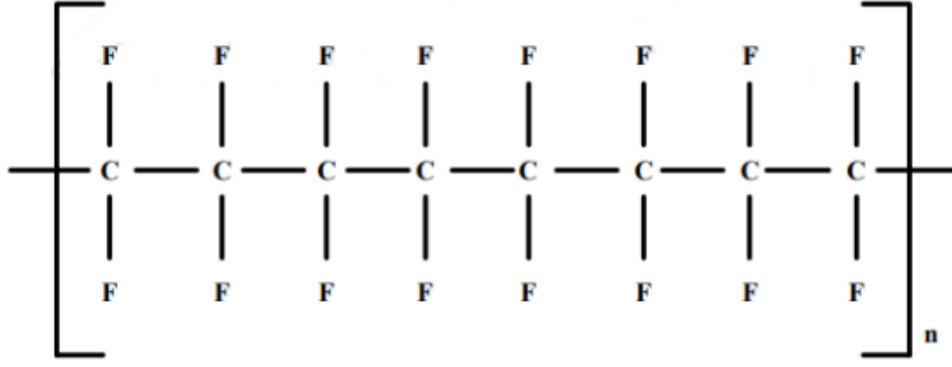
Substrat içermeyen gaz fazı

Aşağıdan yukarı olarak tanımlanan yöntemlerden biri de substrat içermeyen gaz fazıdır. Bu yöntem ile argo gazı ve sıvı etanol damlacıklarından oluşan aerosol karışım, atmosferik şartlar altında mikrodalga tarafından üretilen plazmaya doğrudan verilir. Etanol damlacıkları plazmada buharlaşarak ayrılarak düzenli ve oksijensiz bir yapıya sahip grafen elde edilir. Yeni olan bu teknik ortam basıncında yüksek kaliteli grafeni hızlı ve devamlı sentezleme imkanı tanır [63].

2.7.4. PTFE

Termoplastikler arasında politetrafloroetilen olarak bilinen PTFE floropolimerdir. DuPont endüstrisinde Dr. Roy J. Plunkett tarafından bulunan PTFE, tetrafloroetilen (TFE) monomerinden polimerize edilir.

Güçlü klor (C) ve flor(F) bağına sahip olan PTFE'nin yüksek moleküllü bağlara sahip flor atomu nedeniyle yarı-kristal yapı sergiler. Şekil 2.20'de kimyasal bağ yapısı gösterilen PTFE, güçlü C-F bağına sahip olması, diğer bileşiklerle reaksiyona girmesine neden olur [64-65].



Şekil 2.20. PTFE kimyasal bağ yapısı [66].

Kompozit formda yüksek termal iletkenlik, mekanik mukavemet, yüksek kimyasal direnç, düşük sürtünme katsayısı, aşınma direnci, hidrofobiklik gibi birçok önemli özellikleriyle bilinen PTFE'nin 325-335°C erime noktasına sahip olması nedeniyle yüksek termal direnç ve yüksek çalışma sıcaklığı gösteren bir termoplastiktir. PTFE'nin keşfinden bu yana her yönüyle gelişmekte ve uygulamalarda tercih edilmektedir. Otomotiv sektöründe düşük yüzey enerjisine sahip olması nedeniyle yağlama uygulamalarında sürtünmeden oluşacak ısıyı ve hasarı önlemede, dişli sistemlerinde ve metal bilyalarda, kullanılarak harici yağ kullanımını gerektirmez. Yüksek sıcaklıklara dayanım ve termal kararlılığa sahip koşulları nedeniyle petrokimya tesislerinde, gıda sektöründe düşük yüzey enerjisi nedeniyle diğer maddelerin yapışması özelliğinden dolayı yapışmaz tencere yüzey kaplaması gibi küçük evsel uygulamalardan fabrika seri gıda üretiminde (konveyör bantlar, contalar gibi), savunma sanayiinde, elektrik sistemleri gibi bir çok alanda tercih edilir [65].

3. POLİMER KOMPOZİT KAPLAMALARIN ÜRETİMİ

Çok eski çağlardan beri dekoratif ve koruyucu özellik sağlamaları amacıyla kullanılan yüzey kaplamaları kendi içinde organik, inorganik ve metalik olarak sınıflandırılabilir. Korozyondan korunmak için uygulanan kaplamalar, çeşitli agresif türlerin metalik ara yüzey ile erişimlerinin engellenebilmesi için fiziksel bir bariyer sağlayabilmelidir. Bu kaplamaların iyi bariyer özelliklerine ek olarak gerilme, şişme, çeşitli hava koşullarına maruz kalındığında yüzey görünümünü korumaya, yeterli esnekliğe, alt tabaka ile iyi yapışma özelliğine, tokluğa, darbeler ile oluşan çatlamaya karşı içsel dayanıklılığa sahip olmalıdır [67].

3.1. Sol-Jel Yöntemi İle Kaplama İşlemi

Solüsyon ve jelleşme kelimelerinin kısaltılışı olarak kullanılan, sol jel yönteminde bir veya birkaç bileşenin jel yapıcı özelliğinin olması gerekmektedir. Metal alkoksit, alkol, su gibi çeşitli solüsyonlarla çalışan, düşük sıcaklıklarda jelleşebilen kimyasal bir yöntemdir. Polimer, cam, seramik ve metal üzerine uygulanan kaplama işlemlerinin elektriksel, kimyasal, mekanik ve optik gibi çeşitli özelliklerini iyileştirmek için kullanılan tercih edilen uygulamadır. Homojen olması, düşük sıcaklıkta çalışılabilmesi, kalınlığın kontrol edilebilmesi, diğer kaplama yöntemlerine göre kolay uygulanması sol-jel yönteminin avantajlarıdır [68-69].

3.2. Sol-Jel Kaplamaların Hazırlama Yöntemleri

Solventli veya solventsiz çeşitli yöntemlerle hazırlanan polimerik kaplamaların, fırçayla kaplama, rulo ile kaplama, daldırarak kaplama, akış ile kaplama, döndürme ile kaplama, spreyle kaplama (hava, termal, soğuk, elokstrostatik), sıcak pres sinterleme ve lazer bırakıntısı gibi çeşitli kaplama yöntemleri mevcuttur. Fırçayla, silindire, daldırarak, döndürmeyle ve püskürtme ile kaplama yöntemlerinde polimerlerin uygun uçucu çözücüler içerisinde çözünmesinin ardından polimer çözeltisi malzeme alt yüzeyine uygulanır. Solventlerin buharlaşmasının ardından kaplama işlemi tamamlan-

miş olur. Tablo 3.1’de polimer kaplama yöntemlerinin özellikleri belirtilmiştir [10].

Tablo 3.1. Polimer kaplama yöntemlerinin, güçlü ve zayıf yönleri [10].

Yöntem	Altlık Malzeme / Hammadde	Kaplama Kalitesinin Etkileyen Faktörler	Güçlü Özellikleri	Zayıf Özellikleri
Fırça/Rulo Kaplama	Hepsi/Çözelti	Yüzey kalitesi, el becerisi	Daha iyi ıslatma, küçük alan için uygun, daha az atık ve kirlilik	Düşük verimlilik, eşit olmayan kaplama kalınlığı ve zayıf tekrarlanabilirlik
Daldırma	Hepsi/Çözelti	Viskozite, yoğunluk, yüzey gerilimi, konsantrasyon, daldırma süresi, ekstraksiyon hızı, döngü sayısı, substrat özellikleri	Basit, ölçeklenebilir, hızlı, düşük maliyetli, uygun tek tip kaplamaların büyük ölçekli hazırlanması	Zayıf Yapışma
Döndürmeli Kaplama	Hepsi	Molekül ağırlığı, konsantrasyon, viskozite, solvent buharlaşma hızı, çözücü yayılımı, uçuculuk, dönme açısal hızı	Kısa hazırlık süresi, tek tip kalınlık ve düşük ekipman maliyeti	Yüzey boyutu ekipmanla sınırlıdır ve yalnızca düz yüzeyler için uygun
Sprey(Hava)	Hepsi/Çözelti	Çözelti viskozitesi, püskürtme tabancası basıncı, püskürtme mesafesi ve açısı	Geniş alan alt tabakası için uygun, tek tip kaplama	Yüksek ekipman gereksinimleri ve düşük kaplama verimliliği
Elektrostatik Sprey	Hepsi/ Toz Çözelti	Sprey voltajı ve akımı, geri kalanı hava spreyi ile aynıdır	Düzgün kaplama, güçlü yapışma, yüksek kaplama biriktirme verimliliği ve yüksek kapsama alanı	Boyalar iyi iletkenliğe ihtiyaç duyar, pahalıdır ekipman, yüksek voltaj tehlikesi
Termal Sprey	Polimer olmayan/Çözelti	Püskürtme parçacık sıcaklığı, parçacık hızı, püskürtme açısı ve mesafesi, parçacık boyutu, doldurma yöntemi, yüzey sıcaklığı, yüzey kalitesi, pürüzlülük, yüzey soğutma hızı	Boya tozdur, uçucu kirlilik yoktur, pahalı solvent ihtiyacını ortadan kaldırmak işlem, eriyik viskozitesi ile sınırlı değildir ve substratın termal iletkenliği, yüksek biriktirme verimliliği	Gürültülü, polimer yüzeyler için uygun değil, oksidasyon, buharlaşma gibi problemler, gam giderme, artık gerilim, gaz salınımı malzemeler kaçınılmazdır
Soğuk Püskürtme	Hepsi/Çözelti	Parçacık hızı (kritikten büyük hız)	Çeşitli alt tabakalar için uygundur, iyi kaplama yapışması	Büyük ekipman, kararsız proses ve düşük toz Kullanım oranı
Sıcak Presleme Sinterlemesi	Polimer olmayan/Çözelti	Sinterleme sıcaklığı, basıncı, zamanı	Basit ve düşük ekipman maliyeti	Geniş alan kaplamaları için uygun değildir

3.2.1. Fırça ve rulo yöntemi

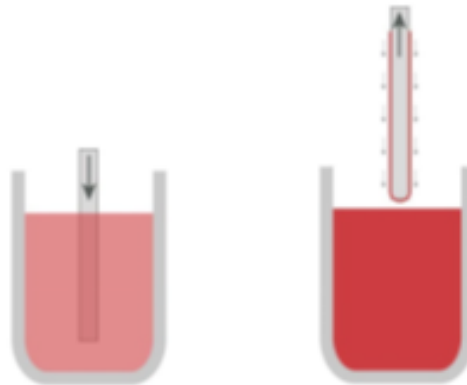
Rulo ya da fırça ile kaplama yönteminde tüm çözeltiler ve çeşitli altlık malzemeler kullanılabilir. İyi ıslatma özelliği, küçük alanlar için daha uygun olması ve yüzeyde daha az kirlilik oluşturması gibi avantajlara sahipken, Şekil 3.1’de gösterildiği gibi el becerisine bağlı olması düşük verimlilik, eşit olmayan kaplama kalınlığı gibi dezavantajlar getirmektedir [10].



Şekil 3.1. Rulo ve fırça ile sol-jel kaplama yöntemi [10].

3.2.2. Daldırma yöntemi

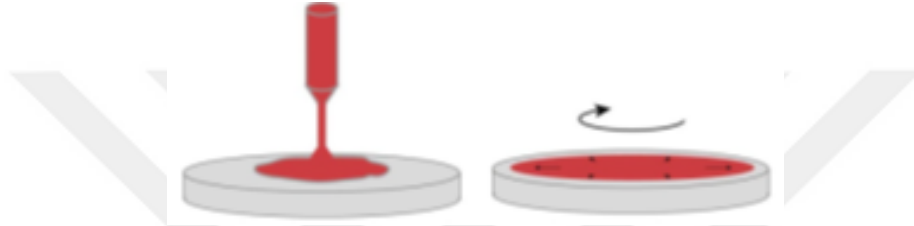
Bu yöntemde, kontrollü bir sıcaklık ve atmosfer koşulları altında, kaplama yapılacak numunenin sole daldırılması ve sabit hızla yukarı çekilmesi olarak tanımlanmaktadır. Akışkan ile çözelti içerisindeki numune arasında mekanik bir sınır tabakası oluşarak, numunenin Şekil 3.2’de gösterildiği gibi yukarı yöne hareket ederken dış kısımda bulunan akıştan ise çözeltiye geri dönme eğilimi oluşturarak yüzey film tabakasını etkilemektedir. Altlık üzerindeki katmana; viskoz sürtünme, yüzey gerilim gradyanı, kopma basıncı, yerçekimi kuvveti etki etmektedir. Yöntemin dezavantajları daldırma işleminde uygulanan aşağı-yukarı hareketi nedeniyle çözelti yüzeyinden ilk çıkan kısmın kalınlığının alt yüzeye göre daha ince olması yöntemin dezavantajıdır. Kalan çözeltinin tekrar kullanılabilmesi ve geniş yüzeylerin kaplanabilmesi endüstriyel ölçekli üretime uygun olması yöntemin en iyi avantajlarındandır [70-71].



Şekil 3.2. Daldırma yöntemi [10].

3.2.3. Döndürme yöntemi

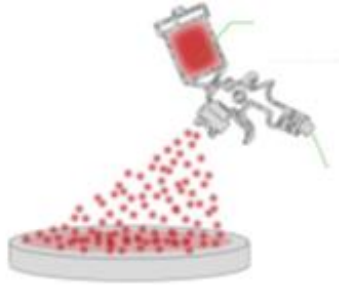
Döndürme yönteminde, altlık malzeme belirli bir eksen etrafında yatay olarak döndürülürken jelin yüzeyi kaplaması işlemidir. Şekil 3.3'te gösterilen bu işlem; sabit altlık malzemeye jelin damlatılması, malzemenin döndürülmesi ve en kısa sürede sabit dönme hızına ulaşması ve jelin merkezkaç kuvveti ile altlık yüzeyine kaplaması ile fırınlanması olarak aşamalandırılır. Bu yöntemde döndürülme hızı kaplamayı etkilemektedir [72]. Han ve ark. (2016) yaptığı çalışmada çözelti konsantrasyonu, alt tabaka yüzey gerilimi ve döndürme hızının faz ayrımının morfolojilerini etkileyebildiği görülmüştür [73].



Şekil 3.3. Döndürme yöntemi [10].

3.2.4. Sprey yöntemi

Sprey yöntemi, önceden ayarlanmış ince çözelti, Şekil 3.4'te gösterildiği gibi sprej tabancası ile ısıtılmış yüzeye püskürtülerek uygulanan kaplama yöntemidir. Fakat bu yöntemin homojen kaplama kalınlığına ulaşılmasının zor olması nedeniyle verimli bir yöntem değildir [74].



Şekil 3.4. Sprey yöntemi [10].

3.2.5. Elektrostatik sprej yöntemi

Bu yöntemde önemli olan sprej voltajı ve akımıdır, geri kalan özellikler hava spreji ile aynıdır. Düzgün kaplama yüzeyi, alt yüzeye güçlü yapışması, biriktirme verimliliğinin yüksek olması avantajlarıdır. Bu yöntemde boyaların iletkenliği, ekipman maliyet bakımından dezavantajdır. Aynı zaman yüksek voltaj olması nedeniyle tehlikelidir [10].

3.2.6. Termal sprey yöntemi

Hazırlanan jel, ısıtılarak eriyik forma dönüştürülmesinin ardından partiküllerin kaplanacak yüzey üzerine çarptırılmasıdır [75-76].

3.2.7. Soğuk püskürtme yöntemi

Bu yöntemde malzemenin ergime noktasından düşük bir sıcaklıkta olacak şekilde, toz parçacıklarının gaz jeti ile hızlı bir şekilde kaplama oluşturmalarıdır. Buharlaşma, kristalleşme, oksidasyon gibi negatif etkiler minimum düzeye indirilir [77].

3.3. Polimer Kompozit Kaplamanın Tribolojik Özellikleri

Sürtünme, günlük hayatımızda ve endüstride kullanılan cisimlerin yüzey katmanlarında gerçekleşen bir olgudur. Polimerler dahil tüm malzemeler için sürtünme çalışmalarındaki ana fikir yapışma ve deformasyon bileşenleridir. Polimerlerin tribolojisinin ana konsepti sürtünme ile ilgili yapışkan bağlantılar, türleri ve güçleri; temas halindeki malzemelerin kesilmesi ve kopması, gerçek temas alanları olarak üç temel unsurdan oluşmaktadır. Sürtünmenin deformasyon bileşeni polimere karşı daha sert olan yüzeyin pürüzleri tarafından oluşan sürme direncinden kaynaklanır. Polimer yüzey pürüzleri malzeme özelliklerine bağlı olarak plastik, elastik ve viskoelastik deformasyona uğramaktadır. Yapışma bileşeni, temas eden yüzeylerin arasındaki temas noktalarında oluşan yapışkan bağlantılardan kaynaklanmaktadır. Polimerlerin ve polimer kompozitlerin tribolojik davranışını belirleyen ana faktör olan transfer filmleri için özel dikkat gerekmektedir [78].

Polimerlerin bir diğer özelliği de, güçlü kimyasal kuvvetlerin bir polimer zincirindeki atomları ve daha zayıf olan moleküller arasın kuvvetlerin zincirlerini birbirine bağlamasıdır. Farklı dolgu maddelerinin uygulanması ile polimerlerin tribolojik davranışının iyileştirilmesi, polimerlerin yapısal özelliklerini geniş bir aralıkta değiştirme imkanı polimerlerin ve polimer kompozitlerin tribolojik uygulamalarının çeşitliliğini sağlamaktadır. Örneğin çok sık tercih edilen cam veya karbon kısa elyafı takviyeler polimer kompozitlerin mekanik mukavemetine etki ederek yük taşıma kapasitelerini arttırmak için kullanılmaktadır. Polimerlere ilave edilen politetrafloroetilen (PTFE), grafit, molibden disülfür gibi katı yağlayıcılar karşı yüzeydeki transfer filmlerin oluşumunu büyük ölçüde etkileyecek sürtünme katsayılarını azaltmaktadır [78].

Litetatürde çeşitli dolgu malzemelerinin ilavesinin polimer matrisli kompozitlerin tribolojik özelliklerine etkisini incelemek amacıyla çeşitli uygulamalar gerçekleştirilmiştir.

Harris ve ark. (2015) standart bir çalışma yüzeyi olarak kullanılan 304 paslanmaz çelik ile PTFE/alümina kompozit bir levha kullanarak belirli çevrim aralıklarında şerit testi gerçekleştirmişlerdir. Polimer numunesi 6,3 MPa'lık bir temas basıncı için 250 N'da paslanmaz çelik numuneye karşı yüklenmiştir. Çok daha yüksek temas basıncı altındaki ilk pürüzler hızla aşınır. Çelik numune 50,8 mm/s'de ileri geri hareket etti ve pistonlu strok uzunluğu 88,9 mm'de başlayarak 27,9mm uzunluğundaki son teste kadar her deneyden sonra 10,2 mm azalmıştır. İlk 10.000 döngüde yüksek aşınma periyodu gözlemlendi, ardından sonraki 100.000 döngüde aşınma hızında 10^{-6} mm³/(N-m)'nin altında bir düşüş gözlemlenmiştir. Kayma ilerledikçe diferansiyel aşınma oranlarının ve sürtünme katsayısının azaldığı gözlemlenmiştir. Fourier transform kızılötesi spektroskopisi (FT-IR), 1, 100 bin ve 1 milyon döngü testleri sırasında oluşturulan transfer filminin açıkta kalan alanlarında ve aşınma sisteminin gelişiminin kimyasal analizi için birikmiş aşınma döküntüsü üzerinde gerçekleştirildi. 1 döngü transfer filminin FTIR analizi, floropolimerin metale aktarıldığını doğruladı. 1203 ve 1149 cm⁻¹'deki tipik PTFE tepelerinden ve 1253 cm⁻¹'deki yeni bir tepe noktasından oluşan C-F bölgesinde alışılmadık bir tepe kümesi ortaya çıktığı gözlemlendi. Döngü sayısı arttıkça, daha fazla zincir kırıldıkça metal veya Al₂O₃ yüzeyleri reaksiyona girerek karboksilat şelatlarının oluşumunu arttırdığı gözlemlenmiştir. PTFE metal bir yüzey üzerinde kolayca homojen ve güçlü bir transfer filmi oluşturur ve moleküler yapısı kolay kaymaya yol açtığı, politetrafloretillen ilavesinin düşük sürtünme katsayısına sahip olduğu gözlemlenmiştir [79].

Politetrafloretillen (PTFE), metalik mühendislik yüzeylerine sürtüldüğünde düşük bir sürtünme katsayısı özelliği sağladığı için tercih edilen bir kaplama malzemesidir. Bu sürtünme katsayısı, yüksek yoğunluklu polietilen (HDPE), düşük yoğunluklu polietilen (LDPE), naylon ve polietereketon (PEEK) gibi diğer mühendislik polimerleri için kaydedilenden daha düşük bir derecedir. Bununla birlikte, PTFE'nin aşınma direnci oldukça düşüktür ve bu da bir mühendislik malzemesi olarak kullanılabilirliğini bir şekilde bozar [80]. Bu nedenle literatür araştırmalarında da aşınma direncini iyileştirmek için epoksi reçine, karbon fiber, grafen oksit, karbon nanotüpler, grafit vb. gibi çeşitli dolgu maddeleri eklenmektedir.

Emmay ve ark. (2016), PTFE'e ek olarak, daha önce de literatürde üstün elektriksel ve mekanik özelliklere, hidrojen depolama ve aşınma azaltma, kendi kendini yağlayan bir malzeme olan aynı zamanda sürtünme ve aşınma azaltıcı özelliğine sahip, çeşitli mekanik ve elektriksel uygulamalarda ilgi gören grafen oksiti (GO) kullanarak, paslanmaz çelik numune yüzeyinde düşük sürtünmeli ve aşınmalı kompozit kaplama geliştirmeyi amaçlamışlar, 400°C'e kadar mikro ve makro ölçekte tribolojik testler yaparak performansını değerlendirmişlerdir. Normal yükün 50 mN olduğu mikro ölçekli test koşulunda, saf PTFE'nin aşınma oranı, kaplamaya hacimce %15 GO ilave edilerek büyük ölçüde $5,6 \times 10^{-8}$ 'den $1,9 \times 10^{-9} \text{ mm}^3 \text{N}^{-1} \text{m}^{-1}$ 'e düşürülebilirliği gözlemlenmiştir. PTFE/GO kompozit kaplamaların düşük sürtünme ve aşınma özellikleri, normal yükün 5 N olduğu makro ölçekli testlerde de doğrulanmıştır. 250°C'de saf PTFE kaplama için 400°C'ye kadar yükseltilmiş sıcaklık testlerinde aşınma katsayısı yaklaşık 625 döngüye kadar 0.1μ 'dan 0.22μ 'ye kadar arttığı ve bu döngü itibariyle aşınma katsayısının aniden 0.4μ 'a yükseldiği görüşmüştür. Diğer taraftan, %15 GO ilavesi ile aşınma katsayısının 0.025μ 'a kadar düştüğü ve 400 döngüye kadar 0.05μ altında düşük bir değeri koruduğu gözlemlenmiştir. PTFE/GO kompozit kaplamanın üstün tribolojik özellikleri, aşınma yolu boyunca kendi kendini yağlayan bir filmin üretilmesine izin veren düşük sürtünmeli matrisinde, yüksek mukavemetli GO'in oldukça homojen dağılımına bağlanmıştır. Deney sonuçlarının analizi, PTFE/GO kompozit kaplamaların geniş bir yük ve sıcaklık aralığında katı bir yağlayıcı olarak kullanımı için büyük bir potansiyele sahip olduğunu göstermiştir [81].

Literatürde yapılan çeşitli araştırmalar grafen oksit, epoksi, PTFE katkılı kompozit malzemelerin aşınma dayanıklılığını ve tribolojik özelliklerini geliştirdiği saptanmıştır.



4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

4.1. Giriş

Bu çalışmada martenzitik paslanmaz çelik altlık malzeme üzerinde grafitten indirgenerek üretilen grafen oksit ve PTFE+RGO katkılı epoksi esaslı polimerik kompozit kaplamaların özellikleri incelenmiştir. Bu amaçla çelik altlıklar üzerinde grafen oksit ve PTFE katkılarının sinerjitik etkisiyle kompozit kaplama üretimi gerçekleştirilmiş ve oluşan yüzeylerin mikroyapı, faz analizi, FT-IR analizi, temas açısı ve yapışma mukavemeti ve tribolojik özellikleri incelenmiştir.

4.2. Kullanılan Altlık Malzeme ve Hammaddeler

Çalışmada altlık malzemesi olarak Tablo 4.1’de bileşimi ve şekli verilen 43 mm çap, 5 mm kalınlık boyutlarında AISI 420-B martenzitik paslanmaz çelik kullanılmıştır. Kaplama işlemleri öncesinde çelik altlıkların yüzeyleri 60, 180, 400, 800, 1000 gridlik zımpara kağıtları ile zımparalanmış ve ardından 0.3 µm Al₂O₃ ile parlatılarak metalografik olarak hazırlanmıştır. Yüzey hazırlama işlemi sonrasında altlık malzemeler saf suda yıkanmıştır ve sıcak hava ile kurutulmuştur.

Tablo 4.1. Altlık malzeme martenzitik paslanmaz çelik kimyasal bileşimi.

Kalite		C	Mn	P	S	Si	Cr
420 (1.4028)		0.30	1.0 max	0.04 max	0.03 max	1.0 max	13.0

Çelik altlık malzemeler üzerinde oluşturulacak kaplama tabakasının içeriği epoksi esaslı polimer olup, Epakem epoksi reçine EP-100 ve sertleştirici A-80 şeklindedir. Kaplama içeriğinde bulunan katkı maddeleri ise 1 mm toz boyutuna sahip Aldrich marka politetrafloroetilen (PTFE) tozu ve aşağıda detaylı olarak üretimi verilen grafen oksittir. Grafen oksit üretiminde ve kaplama çözeltisinin hazırlanmasında kullanılan hammaddeler ise pulcuklu grafit, aseton, 1,4-Dimetil Benzen, etanol (C₂H₆O), H₂O₂

(Hidrojen Peroksit), N,N-Dimetilformamid (DMF), NaNO₃ (Sodyum Nitrat), KMnO₄ (potasyum permanganat), HCl (Hidroklorik asit), CMC (Karboksimetilselüloz)'dir.

4.3. Grafitten Grafen Oksit Üretimi

Grafen oksit eldesi için pulcuklu grafit, saf su, etanol, H₂O₂ (hidrojen peroksit), H₂SO₄(sülfirik asit), NaNO₃ (Sodyum Nitrat) ve KMnO₄ (potasyum permanganat), HCl (Hidroklorik asit) kullanılmıştır.

Grafen oksit eldesi için; pulcuklu grafit, NaNO₃(sodyum nitrat) ve H₂SO₄(sülfirik asit) ilave edilerek oluşturulan çözelti 12 saat boyunca banyoda karıştırılmıştır. Karışımı tamamlanan çözelti sıcaklığı 0-3°C'ye düşmesi için 1-2 saat boyunca soğutucuya bırakılmıştır. Soğuma işleminin ardından buz banyosuna alınan çözeltiye KMnO₄ (potasyum permanganat) ilavesi yapılmıştır. Bu ilave sırasında çözelti sıcaklığının 3°C'yi geçmemesi gerekmektedir. KMnO₄ ilavesinin ardından çözelti 1-2 saat boyunca buz banyosuna alınıp karıştırılmıştır. Buz banyosundan çıkarılan karışım 12 saat boyunca 35°C'de 600 rpm'de karıştırılarak mor, eflatun rengine sahip çamur kıvamında bir çözelti elde edilmiştir. Elde edilen çözeltinin sıcaklığının 3°C'yi geçmemesi için çözelti buz banyosuna alınıp saf su damla damla ilave edilip, 1 saat boyunca buz banyosunda karıştırılmıştır. 1 saat sonunda çözelti 98°C olan ısıtıcıya alınıp 30 dakika boyunca karıştırma işlemine tabi tutulmuştur. Sıcaklık yükseldikçe çözelti rengi mordan koyu sarıya dönmüştür. Elde edilen koyu sarı renkli çözelti oda sıcaklığında 3 saat boyunca karıştırılmış, damla damla saf su eklemiş ve tekrar 2 saat boyunca karıştırılmıştır. Bir sonraki aşamada çözeltiye damla damla olarak H₂O₂ ilavesi yapılmış ve 2 saat boyunca çözelti karıştırılmıştır.

Çözelti yıkama aşamasında ise; HCl ve saf su karışımı oluşturularak hazırlanan çözeltiye ilave edilmiş ve 2 saat boyunca karıştırılmıştır. İlaveleri tamamlanan çözelti tüplere alınarak santrifüj ve pH=5 olana kadar yıkama işlemi yapılmıştır. Son aşamada ise çözelti beher içine dökülerek 60°C'de 12 saat boyunca kurutmanın ardından elde edilen ürün grafen oksittir ve kazınarak alınmıştır. Şekil 4.1'de pulcuklu grafitten grafen oksit üretim aşamaları gösterilmiştir.

4.4. Kompozit Kaplamaların Hazırlanması

Çalışmada martenzitik paslanmaz çelik altlıklar üzerine üç farklı bileşimde kaplama işlemi uygulanmıştır. Bunlardan ilki epoksi esaslı kaplamadır. Diğer bir kaplama ise

%1 oranında redüklenmiş grafen oksit (RGO) ilaveli epoksi esaslı kaplamadır. Üçüncü kaplama türü ise %1 RGO ilaveli çözeltiye %10 PTFE katkısının yapıldığı epoksi esaslı kaplamadır.



Şekil 4.1. Pulcuklu grafitten grafen oksit üretim aşamaları.

4.4.1. Epoksi kaplama

Kaplamanın ana gövdesini oluşturan epoksi esaslı çözelti, RGO ve RGO+PTFE katkılarının yapılmadığı temel kaplama çözeltisidir. Katkısız epoksi esaslı kaplama için öncelikle bir beher içerisine ağırlıkça 6:1:3 oranında DMF, dimetilbenzen ve aseton konularak karıştırılmak suretiyle bir çözelti hazırlanmış, daha sonra bu çözeltiye 3:1:0,5 (çözelti: epoksi: bağlayıcı) oranında epoksi ve bağlayıcı amacıyla karboksimetil selüloz (CMC) katılarak karıştırma işlemine devam edilmiştir. Elde edilen çözeltiye epoksi oranının yarısı kadar sertleştirici ilave edilerek 30 dakika boyunca manyetik karıştırıcıda karıştırılmıştır. Hazırlanan çözelti oda sıcaklığında 2 saat süreyle ultrasonik karıştırıcıda 150 w ve 50 kHz şartlarında karıştırılarak ve 6 saat boyunca zirkonyum bilyeler kullanılarak öğütme işlemine tabii tutulmuştur. Elde edilen çözelti metalografik olarak yüzeyi hazırlanan, etanol ve aseton ile temizlenerek kurutulan martenzitik paslanmaz çelik altlık yüzeylerine kaplama tabakası oluşturulmak üzere Doctor Blade yöntemi kullanılarak uygulanmıştır. Yüzeyi kaplanan numune 80°C’de 2 saat boyunca etüvde kurutulmuştur. Şekil 4.2’de yüzeye uygulanan epoksi kaplama işlem aşamaları ve kaplanan çelik yüzeyi görülmektedir.

4.4.2. Redüklenmiş grafen oksit katkılı epoksi kompozit kaplama

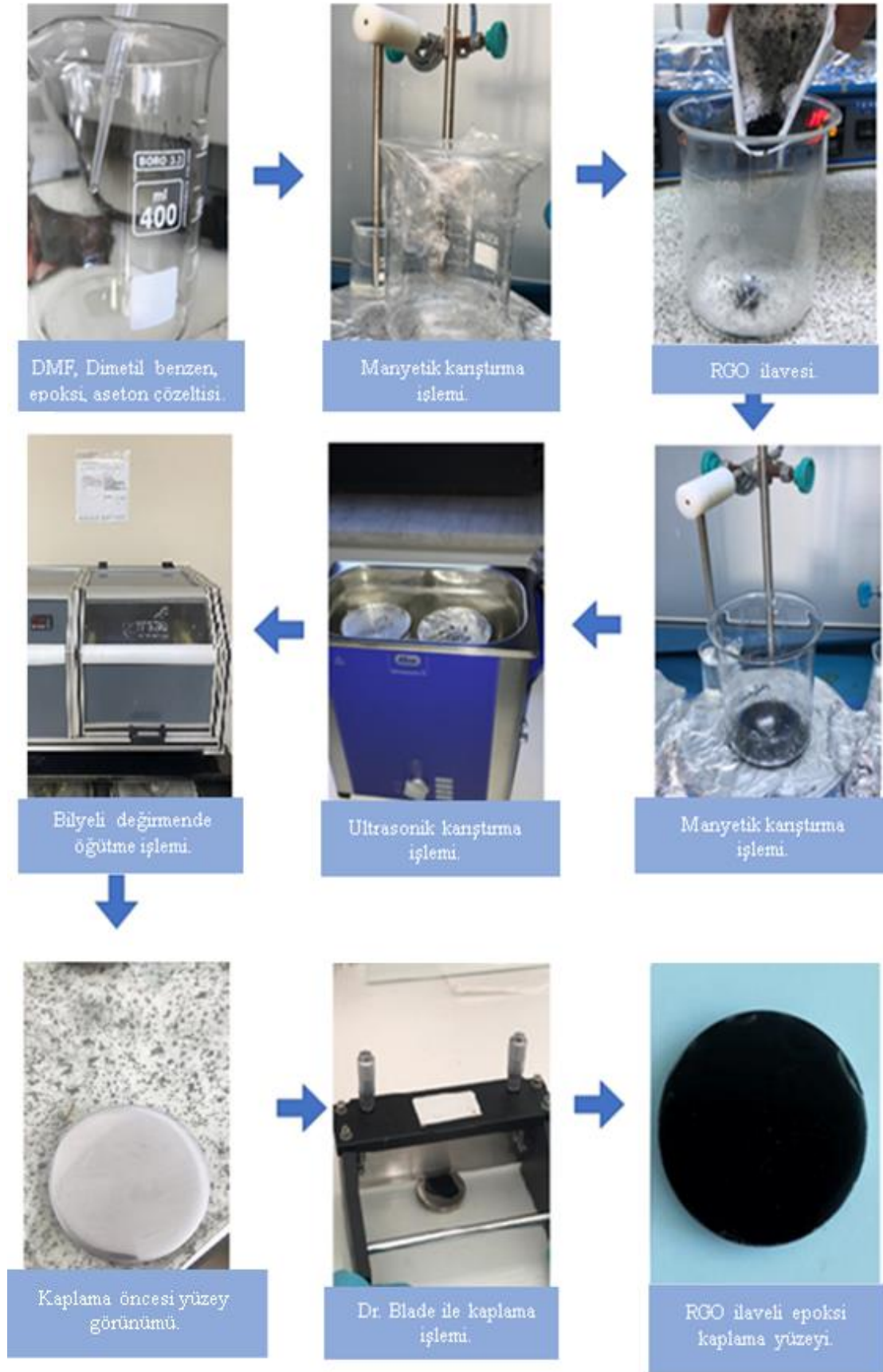
Redüklenmiş grafen oksit ilaveli epoksi kompozit kaplama hazırlamak için öncelikle çözeltinin ana gövdesi olan epoksi kaplama çözeltisi hazırlanmıştır. İlk olarak DMF, dimetil benzen ve aseton bir beher içerisine konulup karıştırılmıştır. Bu çözelti içerisine 3:1:0,5 (çözelti:epoksi:bağlayıcı) oranlarında epoksi ve bağlayıcı niteliğinde CMC eklenerek 30 dakika boyunca manyetik karıştırıcı da karıştırılmıştır. Hazırlanan bu çözelti içerisine çözeltinin %1’i oranında redüklenmiş grafen oksit çözeltiye ilave edilmiştir.

Son olarak katkı ilavesi tamamlanan epoksi kaplama çözeltisine sertleştirici eklenerek 30 dakika boyunca manyetik karıştırıcıda karıştırılmasının ardından hazırlanan çözelti 2 saat boyunca ultrasonik olarak karıştırılmıştır. Bu işlem sonrasında çözeltiye, bilyeli değirmende zirkonyum bilyeler kullanılarak 6 saat süreyle öğütme işlemi uygulanmıştır. İşlemleri tamamlanmış RGO ilaveli epoksi kompozit kaplama çözeltisi, yüzeyi hazırlanmış martenzitik paslanmaz altlık yüzeylerine Doctor Blade yöntemi kullanılarak uygulanarak elde edilen kaplanmış çelik 80°C’de 2 saat boyunca etüvde

kurutulmuştur. %1 RGO katkılı epoksi kompozit kaplama işlem aşamaları Şekil 4.3'te gösterilmiştir.



Şekil 4.2. Epoksi kaplama işlem aşamaları.



Şekil 4.3. Redüklenmiş grafen oksit katkılı epoksi kaplama işlem aşamaları.

4.4.3. Redüklenmiş grafen oksit ve PTFE katkıli kompozit kaplama

PTFE ilaveli epoksi kompozit kaplama, yukarıda bahsedilen her iki kaplama işlemini içermektedir. Bu kısımda RGO ve PTFE farklı ilavelerin yardımıyla çözülmesinin ardından birleştirilmiştir. İlk aşamada yukarıda da bahsedildiği gibi çözeltinin %1'i oranında hazırlanan RGO bir beher içerisine alınarak üzerine dimetilformamid ilave edilerek manyetik karıştırıcı yardımıyla 5 dakika karıştırıldıktan sonra ultrasonik karıştırıcıda 30 dakika boyunca çözünmesi sağlanmıştır. Farklı bir beherde çözeltinin %10'u oranında ilave edilecek PTFE üzerine etanol eklenerek 15 dakika manyetik karıştırıcıda yardımıyla çözünmesi sağlanmıştır. RGO ve PTFE malzemelerini çözeltiye karıştırmadan önce çözündürmemizin amacı, epoksi kaplama içerisinde her ikisinin de kolay çözünmesini sağlayıp homojen bir kaplama eldesidir. Katkı malzemelerinin çözündürme işlemleri ardından ana gövde olan epoksi kaplama çözeltimizi hazırlamak için bir beher içerisine dimetilbenzen, aseton ve epoksi kürlleme malzemesi 3:1:0,5 (çözelti:epoksi:bağlayıcı) ilaveleri ardından, 5 dakika manyetik karıştırıcıda karıştırıldıktan sonra epoksi sertleştiricisi eklenerek yukarıda çözündürme işlemleri gerçekleştirdiğimiz RGO ve PTFE ilaveleri eklenmiştir. Manyetik karıştırıcıda karıştırıldıktan sonra oda sıcaklığında, 150w, 50 kHz şartlarında 2 saat boyunca ultrasonik olarak karıştırılarak 6 saat süreyle öğütülmüştür. İşlemleri tamamlanmış RGO+PTFE ilaveli epoksi kompozit kaplama çözeltisi, metalografik olarak yüzeyi hazırlanmış AISI 420-B martenzitik paslanmaz altlık yüzeylerine Doctor Blade yöntemi kullanılarak kaplanarak 80°C'de 2 saat boyunca etüvde kurutulmuştur. Şekil 4.4'te %1 RGO ve %10 PTFE katkıli epoksi kompozit kaplama işlem aşamaları gösterilmiştir.

4.5. Kaplamaların Karakterizasyonu

4.5.1. Kaplamanın görünüm ve kontrolü

Deneyisel çalışmalar sonucunda herhangi bir büyütme işlemi yapılmadan çıplak göz ile kontrol edildiğinde, kaplaması yapılan ürünlerin yüzeyinde herhangi bir çukur, çatlak, kabarma benzeri diğer kusurlar olmamalı altlık ile yapışmış olması gerekmektedir.

4.5.2. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) incelemeleri ve EDS analizi

Taramalı elektron mikroskobu (SEM), heterojen organik ve inorganik malzemelerin nanometreden mikrometre ölçeğe kadar gözlemlenmesine ve karakterizasyonuna izin

vermektedir.



Şekil 4.4. RGO+PTFE katkılı epoksi kaplama işlem aşamaları.

Çeşitli malzeme yüzeylerinde üç boyutlu benzer görüntülerini elde etme başarısından dolayı SEM tercih edilen önemli inceleme yöntemlerinden biridir.

Enerji saçınımlı spektrum açılımıyla bilinen EDS, belirli bir numunede hangi elementlerin, kimyasal bileşiklerin var olduğunu ortaya çıkarmak için kullanılan güçlü ve kolay bir yöntemdir. Temel olarak EDS, bir numune yüzeyini elektron mikroskopunda yüksek enerjili elektronlar ile bombardıman ettikten sonra her bir element tarafından üretilen karakteristik X-ışınlarının saptanmasından oluşur [83].

Kaplama yüzeylerini incelemek için SEM görüntüsü alınmış ve EDS analizi düşük vakumda yapılmıştır. İncelemeler için Şekil 4.5'te gösterilen JEOL JSM-6060LV marka taramalı elektron mikroskobu kullanılmıştır.



Şekil 4.5. Taramalı elektron mikroskobu.

4.5.3. X-Işınlari difraksiyon analizi (XRD)

X-Işınlari Difraktometresi malzemelerin kristalografik özelliklerinin ve içerdikleri fazların belirlenmesini sağlayan hasarsız analiz yöntemi olan XRD her kristalin fazın kendine ait atomik dizilimlerine bağılı olarak, yüksek enerjili elektromanyetik radyasyonlar olan X-ışınlarını karakteristik bir düzen içerisinde kırmasıdır. X-ışınları kısa dalga boyuna sahip elektromanyetik ışıma olarak bilinmektedir. İlk defa 1912 yılında Max Von Laue kristal yapı ve yapı içerisindeki atomların dizilişleri X-ışını kırınım desenleri kullanılarak incelemiştir. X-Işınlari kristalin üzerine geldiğinde elektronlar tarafından soğurulmakta ve elektron salınımı yapmaya başlamaktadır. Salınan bu elektronlar bir X-ışını kaynağı gibi davranarak her yöne X-ışınları fotonları yaymaktadır. Kristalin farklı bölümlerinden saçılan bu fotonlar, toplanarak ölçülebilmekte bir X ışını şiddeti oluşturmaktadır. Kristal üzerine gönderilen sürekli bir X-ışını demeti kristal içinde difrakte olmaktadır. Difrakte olan ışıma belirli doğrultularda yoğunlaşmaktadır. Bu doğrultular kristalin tabakalarından yansıyan dalgalar arasındaki yapıcı girişime karşılık gelmektedir. Difraksiyon paterni (kırınım deseni) bir fotoğraf filmi üzerine kaydedilmektedir. X-ışını kırınımı hem kristalli hem de kristalsiz (amorf) malzemelerden atomik ölçekte bilgi elde etmek için malzeme karakterizasyonu alanında son derece önemli bir tekniktir [84].

Epoksi ilaveli, RGO ilaveli ve RGO+PTFE ilaveli kaplamaların analizi için Şekil 4.6'da gösterilen Rigaku Dimaks 2200 marka X-ışınları difraktometresi ($\text{CuK}\alpha$ $\lambda=1,5408 \text{ \AA}$) kullanılmıştır.



Şekil 4.6. Analiz yönteminde kullanılan X-ışınları difraktometresi.

4.5.4. FT-IR analizi

FT-IR analiz prosedüründe, numuneler kızılötesi (IR) radyasyon ile temasa tabi tutulur. IR radyasyonları daha sonra numunedeki bir molekülün atomik titreşimlerini etkileyerek enerjinin spesifik absorpsiyonu ve iletimi ile sonuçlanır.

FTIR büyük ölçüde organik moleküllerin incelenmesi için kullanılır ve bu da moleküllerde temel olarak iki tür değişiklik getirir: gerilme titreşimi bağ uzunluğundaki değişikliğe neden olur ve eğilme titreşimi bağ açısındaki değişikliğe neden olur. Bağ uzunluğundaki değişiklik genellikle daha yüksek frekansta ya da enerjide meydana gelir çünkü esneme, bükülme titreşimlerine kıyasla daha yüksek enerji gerektirir.

Hooke yasasına göre, atomların kütesini artırmak, atomları daha düşük frekansta veya daha düşük enerjide titreştirecektir. Örneğin, organik moleküllerde moleküldeki en yaygın bağlar C-C, C-H, C-X, C-O, C-N, vs.'dir. C-H, C-D ve C-C bağlarını içeren bileşiklerin FTIR spektrumu ele alınırken, C-H (2900 cm^{-1})'in gerilme titreşimi, (1200 cm^{-1})'de C-D (2100 cm^{-1}) ve C-C'ye kıyasla daha yüksek frekansta görülür. Aynı sıra eğilme titreşimleri için de geçerlidir. Molekülde C-F, C-Cl, C-Br ve CI varsa, gerilme titreşimi $\text{C-F} > \text{C-Cl} > \text{C-Br} > \text{CI}$ (azalan enerji sırası) olarak görünecektir. Birden fazla farklı bağ içeren molekül, örneğin C-C, C=C ve C≡C, emilim, bağların gücüne göre gerçekleşir. Örneğin, üçlü bağ, ikili ve tekli ile karşılaştırıldığında daha güçlüdür, bu nedenle C≡C esnemesi titreşim sırasıyla 2200 cm^{-1} 'de, C=C at 1600 cm^{-1} 'de ve C-C bağı 1200 cm^{-1} 'de görünecektir [85]. Perkin Elmer Spectrum two N FT-NIR cihazında analizler yapılmıştır. FT-IR analizinde değerlendirilmesi için Tablo 4.2'de çeşitli organik grupların frekans aralıkları paylaşılmaktadır.

Tablo 4.2. Bazı organik grupların frekans aralıkları [85].

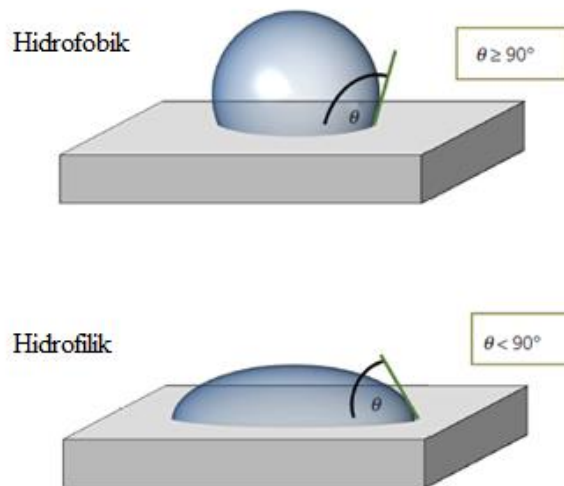
Dalga sayısı, cm^{-1}	Fonksiyonel Grup
3200–3550	O-H
2500–3000	O-H Karboksil
3300–3500	N-H Amin,amid
3500–3500	O=C-N-H
2260–2220	Nitril (CN)

Tablo 4.2. (Devamı): Bazı organik grupların frekans aralıkları [85].

Dalga sayısı, cm^{-1}	Fonksiyonel Grup
2950–2850	C-H
3010–3100	=C-H
1620–1680	C=C
1740–1690	Aldehit C=O
1750–1680	Keton C=O
1750–1735	Ester C=O
1780–1710	Karboksil Asit C=O
1690–1630	Amid C=O
2800–2700	Aldehit C-H

4.5.5. Temas açısı

Kontak açısı veya temas açısı ölçümünde, katı ve sıvı yüzeyler arasındaki etkileşimler ile malzemenin ıslanabilirliği gözlemlenebilmektedir. Cihazın şırıngasına saf su doldurulur, ölçülmesi istenen yüzey şırınganın altına yerleştirilir ve bir su damlası numune üzerine bırakılır. Şekil 4.7’te sıvı damlasının yüzey üzerinde oluşturduğu açıya göre malzemenin hidrofobik veya hidrofilik özelliği anlaşılmaktadır.



Şekil 4.7. Hidrofobik bir yüzey ve hidrofilik bir yüzey üzerindeki sıvı damlası [86].

Herhangi bir sıvı teması ölçümler için kullanılabilir. Katı ile sıvı yüzey arasındaki açının sahip olduğu değere göre ıslanabilirliği gözlemlenir. Eğer açı 90° ’den büyük ise

sıvı uygulanan katı yüzeyi ıslatabilmektedir bu durumu hidrofilik olarak adlandırılır. Bu açı 0° olduğundan yüzey tüm haliyle ıslanır fakat 90° 'den büyük olduğu durumlarda sıvı, katı yüzeyi ıslatamaz ve hidrofobik olarak adlandırılır. Bulunan temas açısı 5° 'den az olduğu durumlarda süperhidrofilik, 150° 'den fazla ise süper hidrofobik, 160° 'den de fazla olduğu durumlar da ultrafobik yüzey olarak adlandırılmıştır [86].

Temas açısı (kontak açısı) ölçümleri, Şekil 4.8'de gösterilen DataPhysics marka cihazda $5\ \mu\text{l}$ saf su kullanımı ve kaplamaların 5 farklı bölgesinden ölçüm yapılarak ortalaması alınmıştır. Numune olarak 420-B martenzik paslanmaz çelik altlığına epoksi kaplama, RGO (redüklenmiş grafen oksit) ilaveli kaplama ve RGO+PTFE (politetrafloroetilen) ilaveli kaplama kullanılmıştır.



Şekil 4.8. Temas açısı ölçüm cihazı.

4.5.6. Cross-cut incelemeleri

Yapışma, gözle görülebilir bir şekilde iki madenin birbirlerine uyguladıkları çekim kuvvetine veya birleşimine denilmektedir. İyi bir yapışma sağlanabilmesi için yüzeyin kir, pas ve tozlardan arınması, temizlenmesi gerekmektedir.

Kaplamanın uygulandığı yüzeyden, boyanın yapışma kuvvetini test edebilmek için cross-cut deneyi uygulanmaktadır. Deney için özel bir metalden yapılmış 11 bıçaklı olan, her bir yuvası 1 mm aralıklı adezyon ölçme cihazı (cross-cut cihazı), 1,5 cm genişliğinde adezyon yapışma bandı ve özel yumuşak fırça kullanılmıştır. Cross-cut yapışma test kiti Şekil 4.9’da gösterilmiştir. Değerlendirme için epoksi ilaveli, RGO ilaveli epoksi ve RGO+PTFE ilaveli epoksi kaplamaların yüzeyine Şekil 4.10’da gösterilen cross-cut cihazı 90° açı oluşturulacak şekilde iki kere uygulanmıştır. Uygulanan kaplama yüzeylerine cross-cut bandı yapıştırılıp kaldırılmıştır.



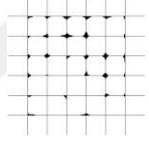
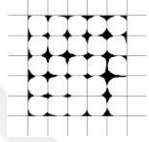
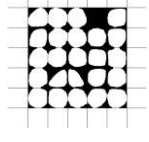
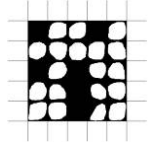
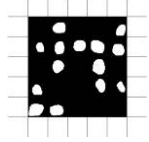
Şekil 4.9. Cross-cut yapışma test kiti.



Şekil 4.10. Kullanılan cross-cut cihazı ve malzeme yüzeyine uygulama işlemi.

ASTM D3359 standardına göre yapılan deneyin test sonuçlarının değerlendirilmesinde kullanılacak olan yüzeye yapışma sınıfları Tablo 4.3’de paylaşılmış olup sonuçlar bu tabloya göre değerlendirilecektir.

Tablo 4.3. ASTM D3359 standardı.

Sınıflandırma		Tanım	Pullanma Görünümleri
ISO	ASTM		
0	5B	Tamamen pürüzsüz, kafesindekiler ayrılmaz	
1	4B	Kafes kesik yerlerinde küçük pullanma, %5’inden fazlasını etkilemez.	
2	3B	Kesişme noktalarında veya kenarlar boyunca pullanma olur. Etkilenme %5’den fazla, %15’den azdır.	
3	2B	Kaplama kesikler boyunca pullanmış veya büyük şerit halde pullanma var. %15’den büyük, %35’den küçük	
4	1B	Kesik kenarları boyunca pullanmış, bazı kareler tamamen ayrılmıştır. %35’den büyük, %65’den küçük.	
5	0B	Aşırı derecede pullanma, %65’den fazla.	

4.5.7. Aşınma testi

Aşınma testi metaller, seramikler, kompozitler gibi malzemelerin ve kaplamaların laboratuvar ortamında kontrollü çizilme aşınmasına karşı direnci test etmek için kullanılır. Sürtünme, aşınma ve aşınma direnci testleri farklı iki malzeme birbiri ile

temas halindeyken, malzeme ve kaplama performansı hakkında değerli bilgiler sağlayabilir.

Bu özellikleri anlayabilmek malzemenin performans ve kullanım ömrünü tahmin etmemize yardımcı olur. Şekil 4.11’de aşınma test cihazı gösterilmektedir. Aşınma testi oda sıcaklığında, 50 mm/s hız, %45 nem koşullarında altında AISI 52100 çelik bilye kullanılarak, 10 mm git-gel mesafesinde, 10N yük altında, 250m mesafede uygulanmıştır. Test sonrasında denklem 4.1’de gösterilen V iz hacmi hesabı (mm^3); A iz alanı (mm^2) ve l iz uzunluğuna göre yapılmıştır. Denklem 4.2’ye göre de WR, aşınma oranı hesaplanmıştır. V iz hacmini ve S kayma mesafesini temsil etmektedir [87].

$$V = A.l \quad (4.1)$$

$$WR = \frac{V}{S} \quad (4.2)$$

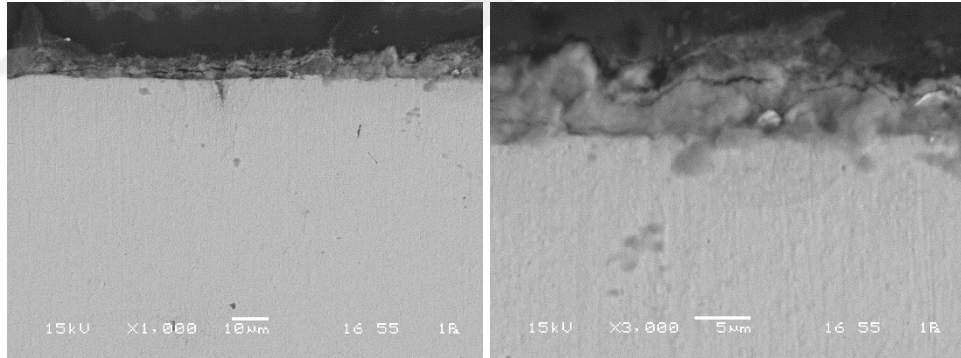


Şekil 4.11. Aşınma test cihazı.

5. DENEYSEL SONUÇLAR

5.1. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) İncelemeleri ve EDS Analizi

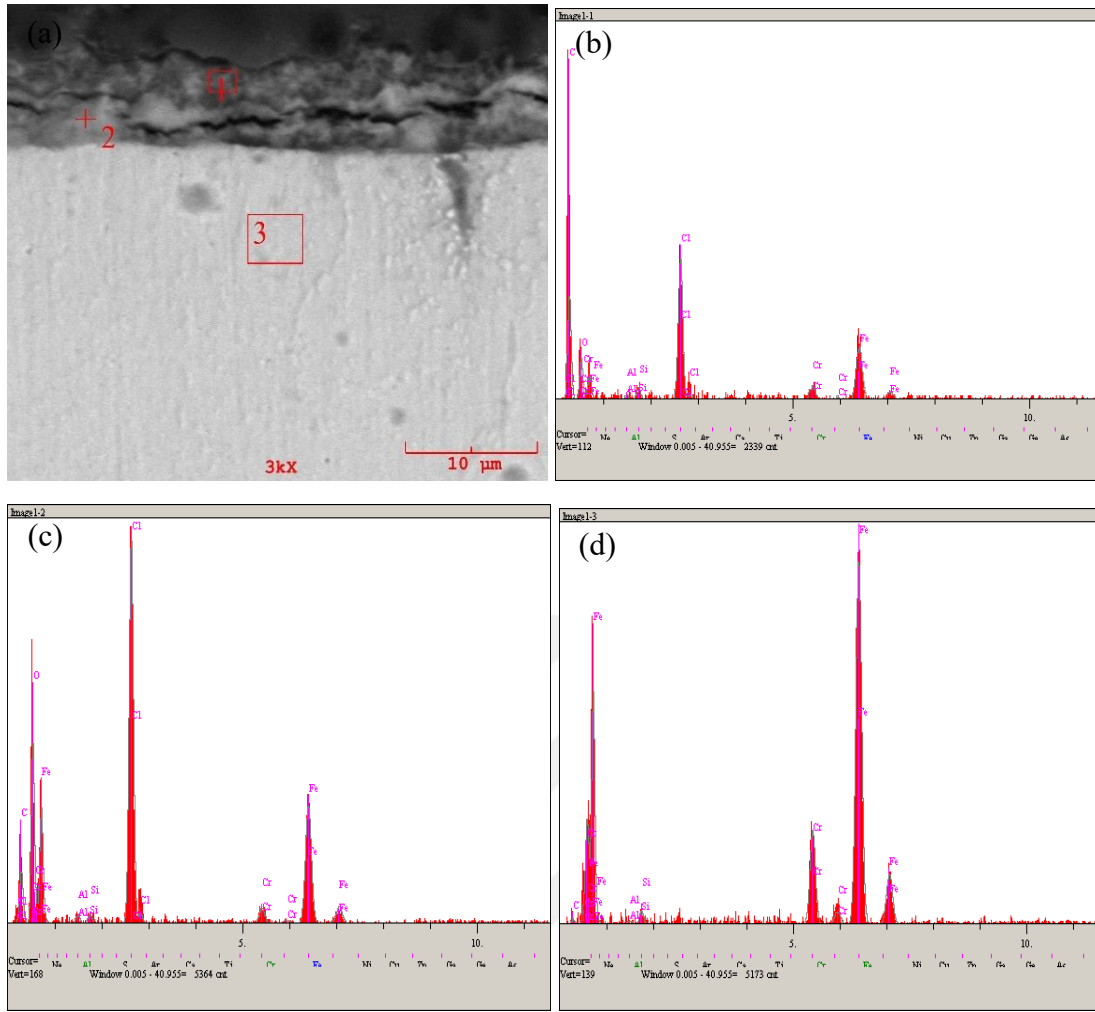
Kaplamaların karakteristiğini incelemek için hazırlanan epoksi, %1 RGO ilaveli epoksi, %1 RGO + %10 PTFE ilaveli epoksi kaplamaların ve kaplama öncesi hazırlanan tozların SEM incelemeleri gerçekleştirilmiştir. Ayrıca kaplanmış yüzeylerin taramalı elektron mikroskobu bünyesinde bulunan EDS yardımıyla kimyasal bileşimleri elementel olarak analiz edilmiştir. Şekil 5.1’de çelik yüzeyinde oluşan epoksi esaslı kaplamanın farklı büyütmelerde mikroyapıları görülmektedir. Mikroyapı incelemelerinde çelik yüzeyinde yaklaşık olarak 8µm kalınlığında epoksi kaplamanın olduğu altlık/kaplama ara yüzeyinde kontrast farkından görülmektedir. Yüzeyde oluşan kaplamanın altlıkla uyumlu kompakt, porozitesiz ve homojen olduğu ancak dış kısmının biraz pürüzlü olduğu gözlemlenmiştir.



Şekil 5.1. Epoksi kaplanmış çeliğin mikroyapısı.

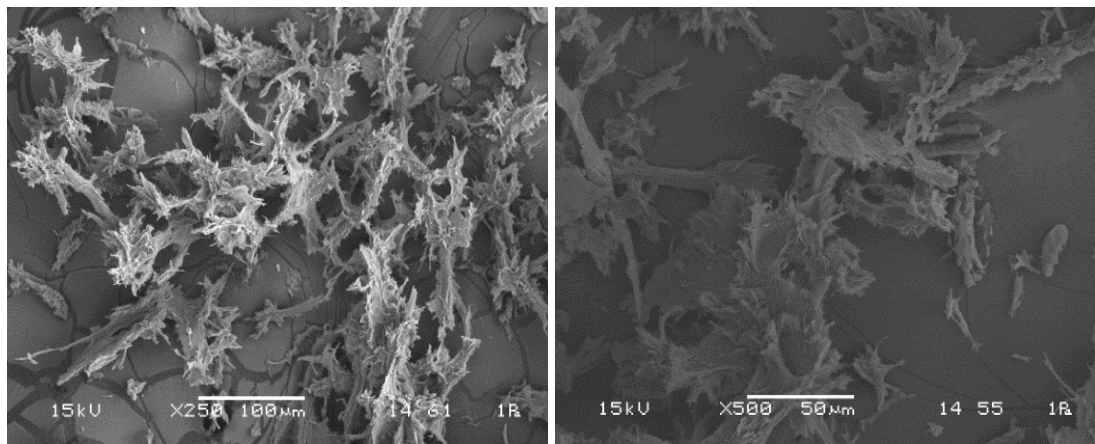
Epoksi kaplama numunesi Şekil 5.2 (a)’da işaretlenmiş 1,2,3 numaralı bölgelerin detaylı EDS analizi incelenmiştir. Şekil 5.2 (b)’de gösterilen 1 numaralı bölgede epoksi ve sertleştiricisinden geldiği düşünülen Cl ve O varlığı, Şekil 5.2 (c)’de 2 numaralı noktada yapılan analizde Cl ve O elementlerinin varlığı EDS analizlerinde tespit edilmiştir.

Oksijen elementine ait piklerin çelik malzeme altlık yüzeyinde oksit tabakası oluşturduğu gözlemlenmektedir. Şekil 5.2 (d)’de 3 numaralı bölge altlık malzemeye ait olup Fe, Cr elementlerinin yoğun olduğu tespit edilmiştir.

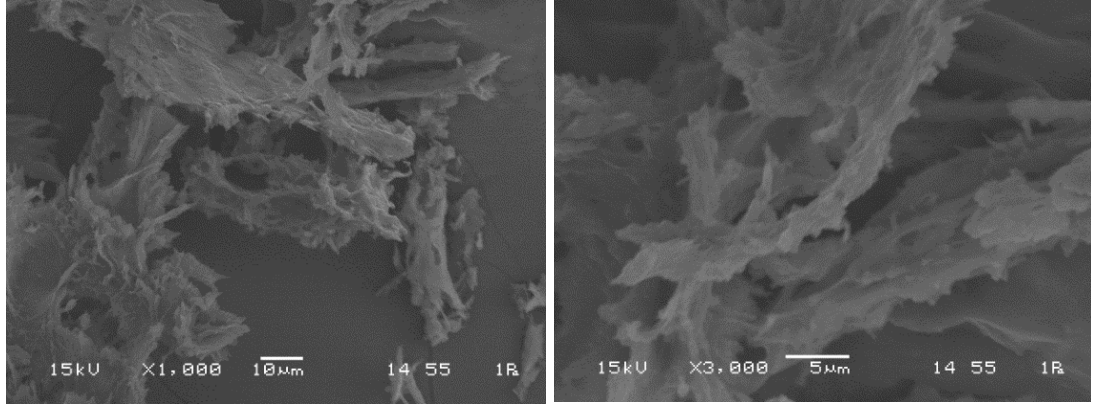


Şekil 5.2. (a) Epoksi kaplama mikroyapı görüntüsü, (b) 1 numaralı bölge, (c) 2 numaralı bölge, (d) 3 numaralı bölge.

Şekil 5.3’de İndirgenmiş grafen oksit ilaveli çözelti tozunun farklı büyütmelelerdeki SEM görüntüleri görülmektedir.

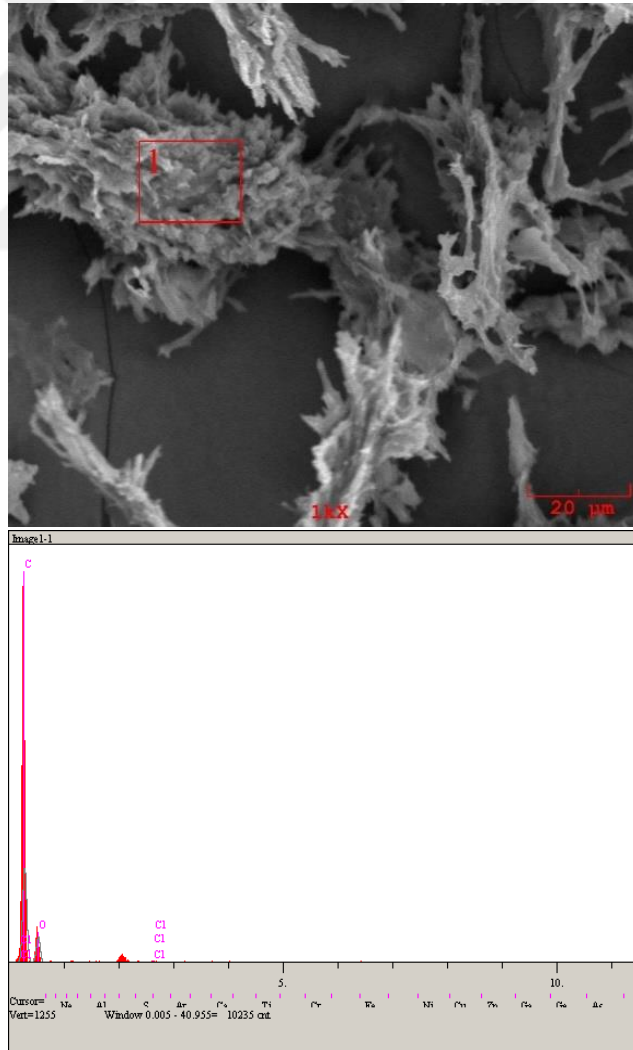


Şekil 5.3. RGO ilaveli epoksi kaplama çözelti tozunun mikroyapısı.



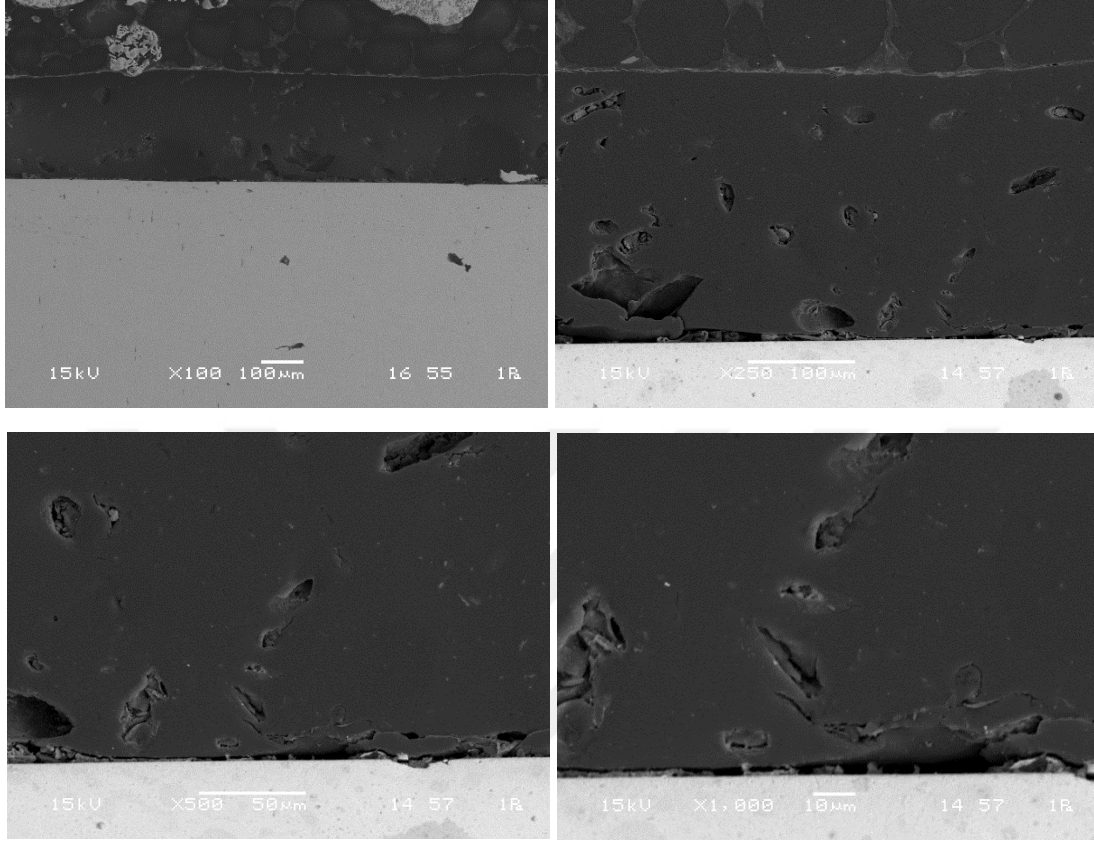
Şekil 5.3. (Devamı): RGO ilaveli epoksi kaplama çözelti tozunun mikroyapısı.

Şekil 5.4’da hazırlanan RGO ilaveli epoksi kaplama çözeltisi tozu için seçilen bölgede elementel analiz sonuçları gösterilmektedir. Şekil 5.4 ’da gösterilen EDS analizindeki verilere göre redüklenmiş grafen oksit ilaveli tozun, grafen oksitten gelen C elementinin varlığı, ardından O elementinin varlığı gözlemlenmiştir.



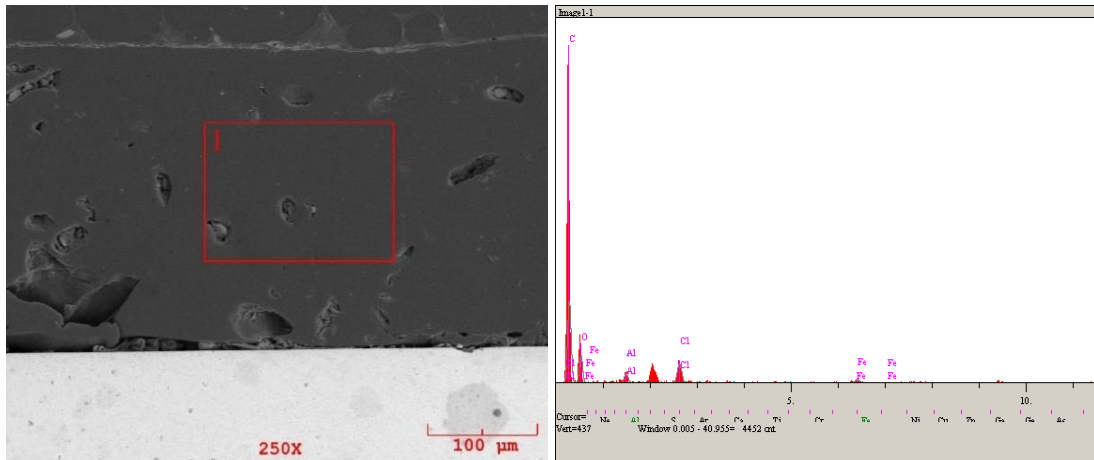
Şekil 5.4. RGO ilaveli epoksi kaplama tozunun elementel analizi.

Şekil 5.5’de RGO ilaveli epoksi kaplama numunesinin farklı büyütmelerde SEM görüntüsü paylaşılmıştır. RGO ilavesinin, martenzitik paslanmaz çelik altlığına yapılan kaplamanın başarılı olduğu tespit edilmiştir.



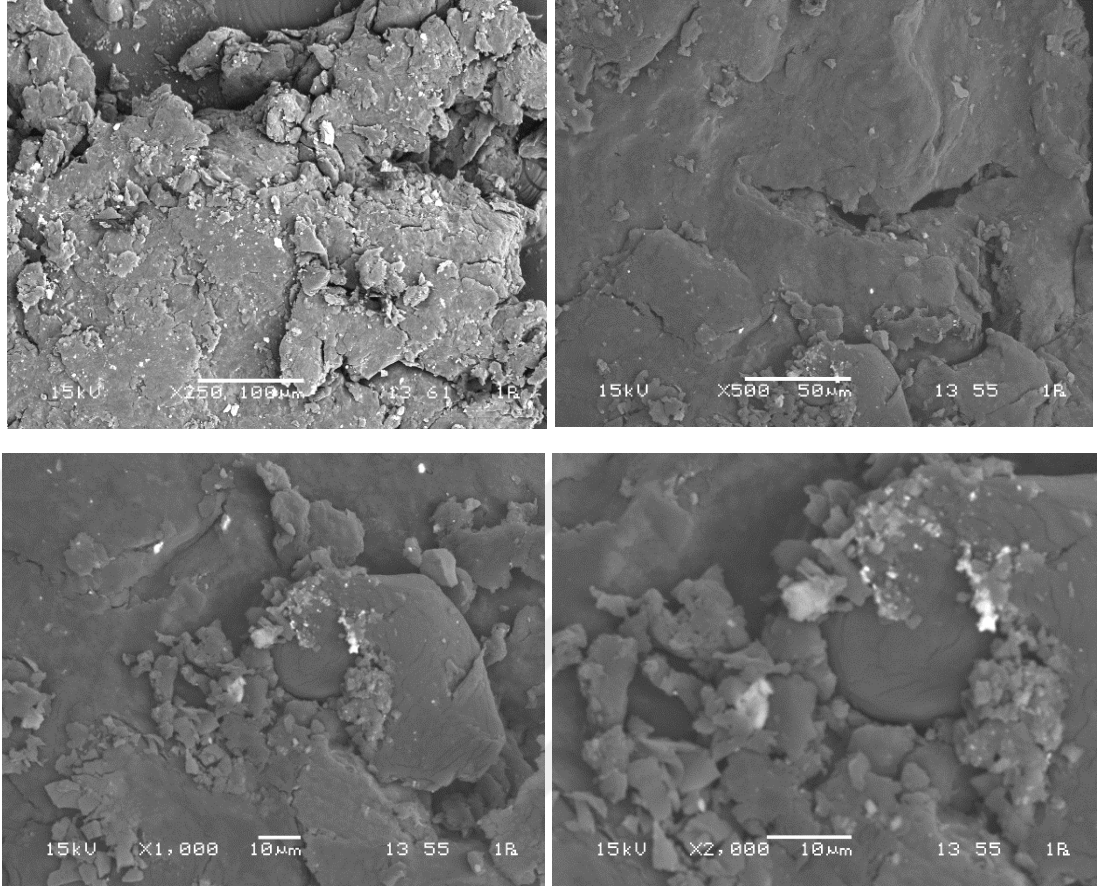
Şekil 5.5. RGO ilaveli epoksi kaplanmış çeliğin mikroyapısı.

Şekil 5.6’de 1 numaralı seçili bölgede RGO ilaveli epoksi kaplamanın elementel analizi görülmektedir. C elementinin ve O elementinin varlığı EDS analizinde görülmektedir.



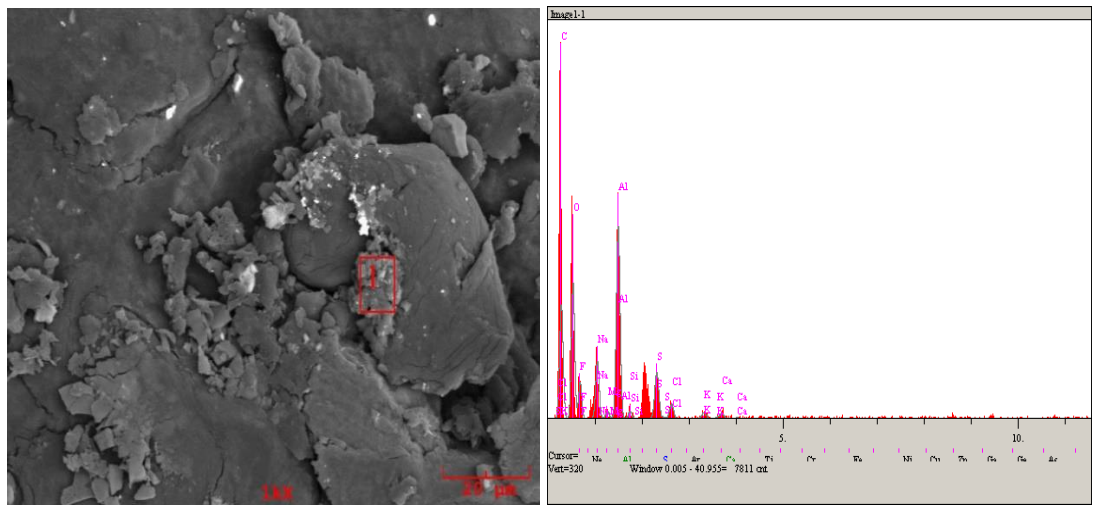
Şekil 5.6. %1 RGO ilaveli epoksi kaplama elementel analizi.

Şekil 5.7’de paylaşılan RGO+PTFE ilavesiyle epoksi kaplama çözeltisi tozunun farklı büyütmelerde SEM görüntüleri paylaşılmıştır.



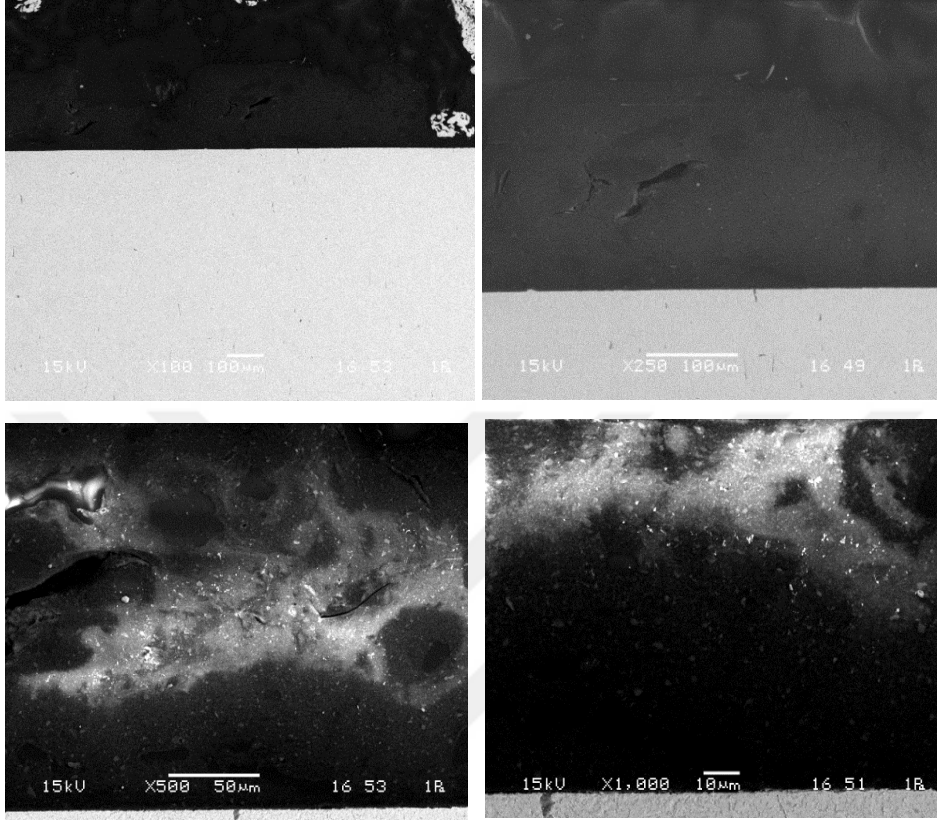
Şekil 5.7. RGO+PTFE ilaveli epoksi kaplama tozunun mikroyapısı.

Karbon ve flor elementlerine sahip PTFE ilavesinin olduğu, Şekil 5.8’de belirtilen bölge EDS analizinde incelenip C, O ve F elementinin varlığı tespit edilmiştir.



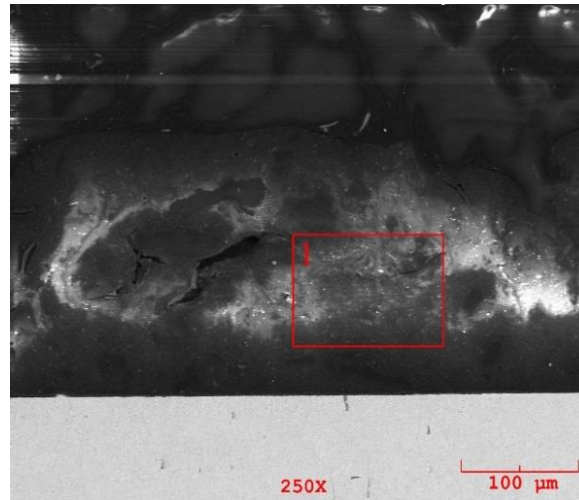
Şekil 5.8. RGO+PTFE ilaveli epoksi çözeltisi tozunun mikroyapısı ve EDS analizi.

Şekil 5.9’de RGO+PTFE katkılı epoksi kaplama numunesinin farklı büyütme ölçeklerindeki mikroyapı görüntüleri ve bu görüntülerde altlık malzemeye başarılı bir şekilde kaplamanın olduğu gözlemlenmektedir.

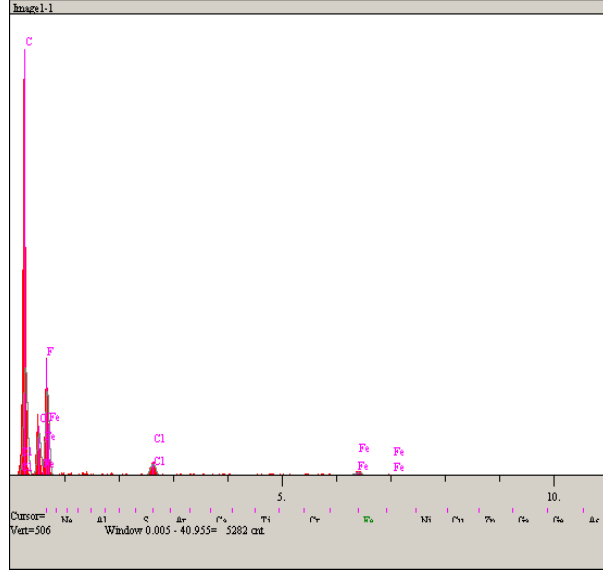


Şekil 5.9. RGO+PTFE ilaveli epoksi kaplama mikroyapısı.

Bu verilere göre C ve F elementlerinden oluşan PTFE ilavesiyle Şekil 5.10’da C ve F elementinin varlığı EDS analizi ile görülmektedir. RGO+PTFE ilaveli kaplamanın EDS analizinde C, O, F elementlerinin varlığı görülmektedir.



Şekil 5.10. RGO+PTFE ilaveli epoksi kaplama mikroyapısı ve elementel analizi



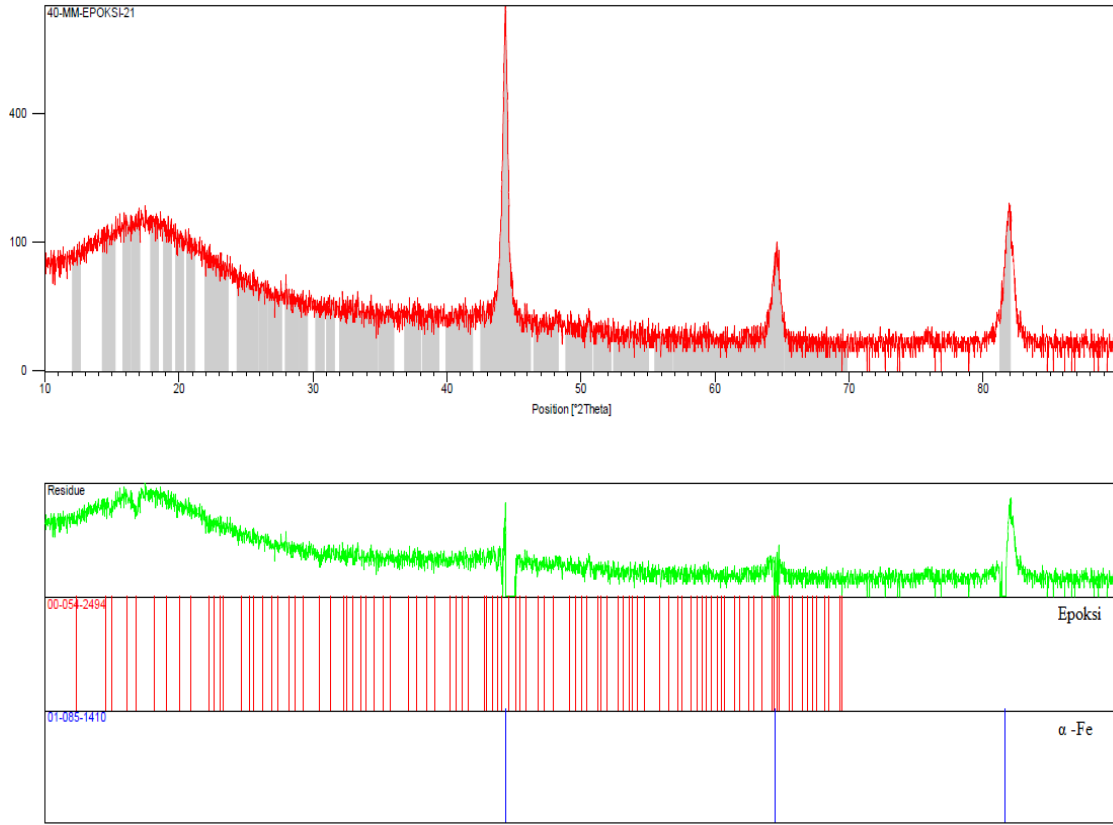
Şekil 5.10. (Devamı) RGO+PTFE ilaveli epoksi kaplama mikroyapısı ve elementel analizi.

5.2. Faz Analizi (XRD)

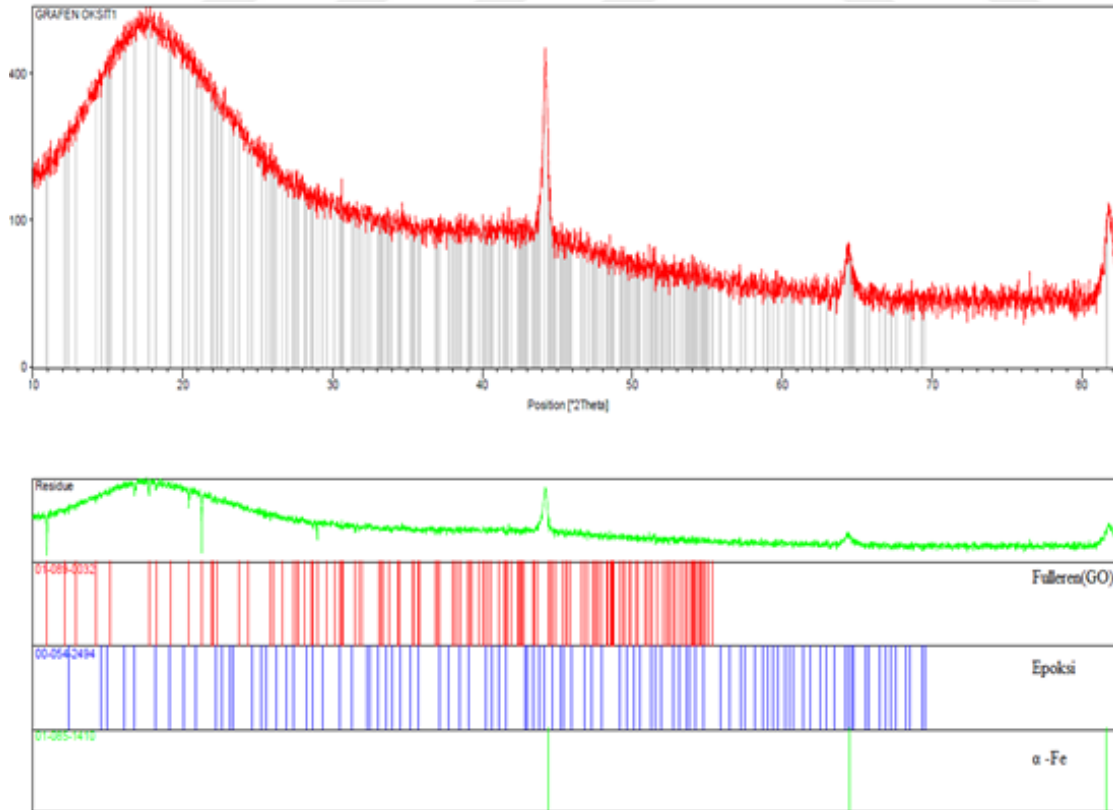
420-B martenzitik paslanmaz çelik yüzeyinde epoksi, RGO katkılı epoksi, RGO+PTFE katkılı kaplamaların içerdiği fazların tespitinde X-Işını Difraksiyon analizleri gerçekleştirilmiştir. Elde edilen XRD paternleri sırasıyla Şekil 5.11-5.12-5.13’de görülmektedir. Yapılan incelemeler sonucunda epoksi esaslı kaplamada epoksi ve α -Fe fazının, RGO katkılı epoksi kaplamada fulleren, α -Fe, epoksi fazlarının ve RGO+PTFE katkılı epoksi kaplamada ise PTFE, epoksi, fulleren fazlarının varlığı tespit edilmiş olup kaplamaların başarıyla gerçekleştirildiği görülmüştür. Bo Zhao ve ark. (2018) yapmış oldukları çalışmada benzer fazlar elde edildiği görülmektedir. Bu durum yapılan çalışmaların literatürle uyumlu olduğunu göstermektedir [88].

5.3. Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi Analizi (FT-IR)

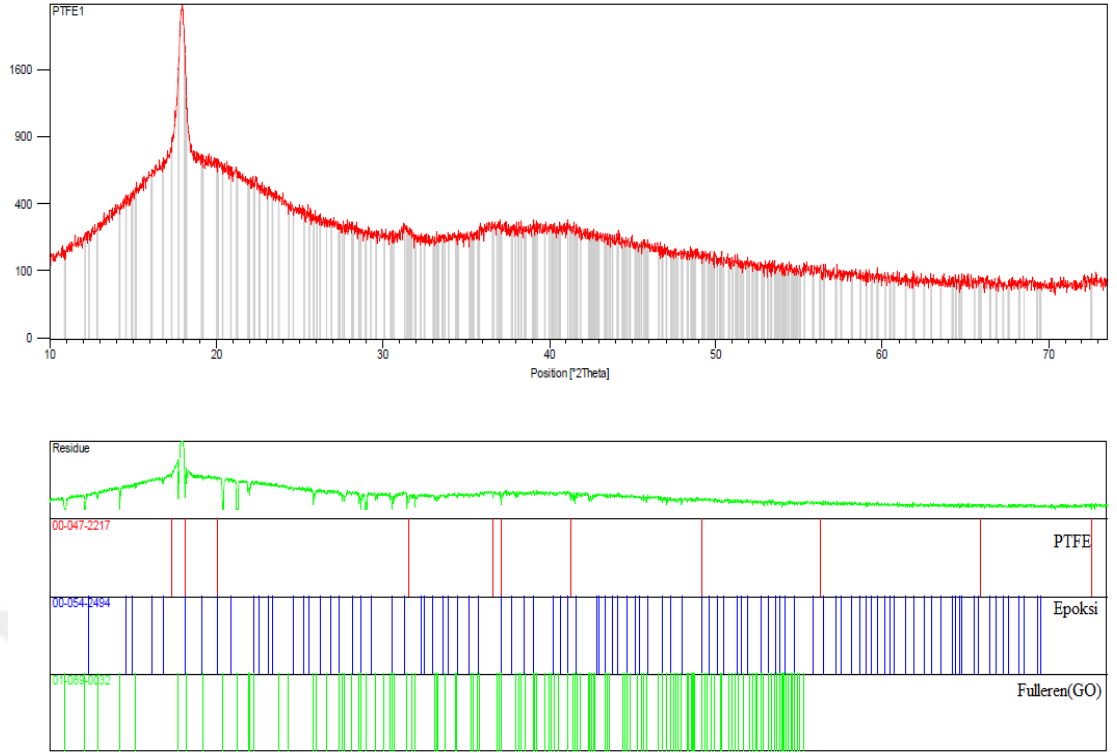
FT-IR analizi yapılan RGO ve RGO+PTFE ilaveli epoksi polimer kompozitlerin sonuçları incelenmiştir. Şekil 5.14’te RGO ilaveli epoksi kaplamanın FT-IR analiz grafiği görülmektedir. 1620 cm^{-1} - 1680 cm^{-1} dalga boyuna sahip en yakın bant 1658 cm^{-1} olan pik noktası redüklenmiş grafen oksit C=C bağlarının gerilme titreşimine dayandırılmaktadır. $1711,4\text{ cm}^{-1}$ dalga boyundaki ve $1196,2\text{ cm}^{-1}$ dalga boyundaki pikler ise karboksil C=O ve karbonil C-O fonksiyonel gruplarına sahip olması RGO’nun yüksek oksidasyonunu göstermektedir. $2654,3\text{ cm}^{-1}$ ve dalga boyuna sahip pik O-H karboksil grubunun titreşimlerini göstermektedir.



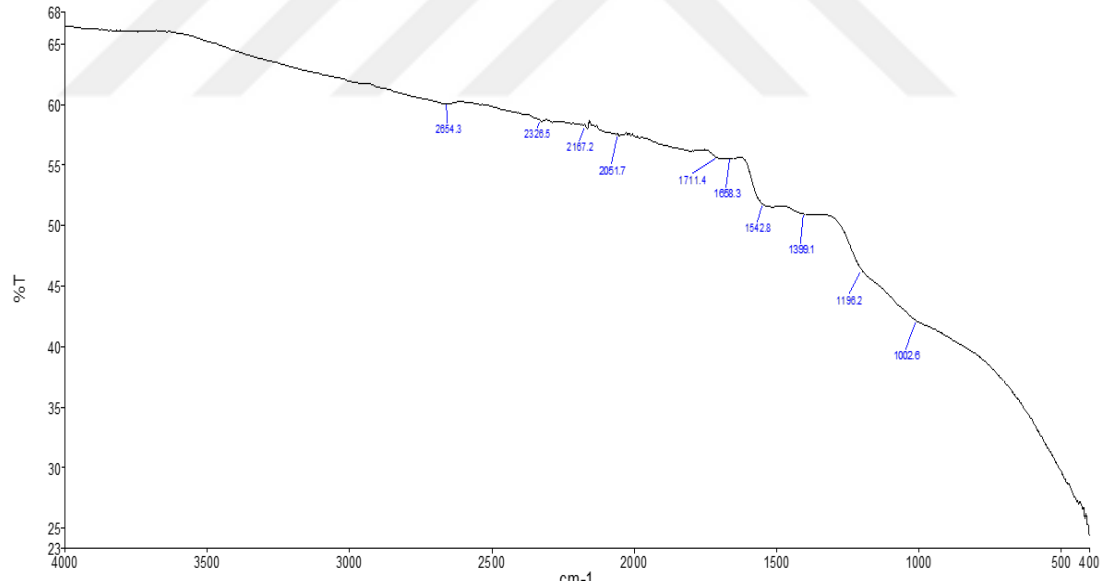
Şekil 5.11. Epoksi kompozit kaplama numunesinin XRD analizi.



Şekil 5.12. RGO katkılı epoksi kompozit kaplamanın XRD analizi.

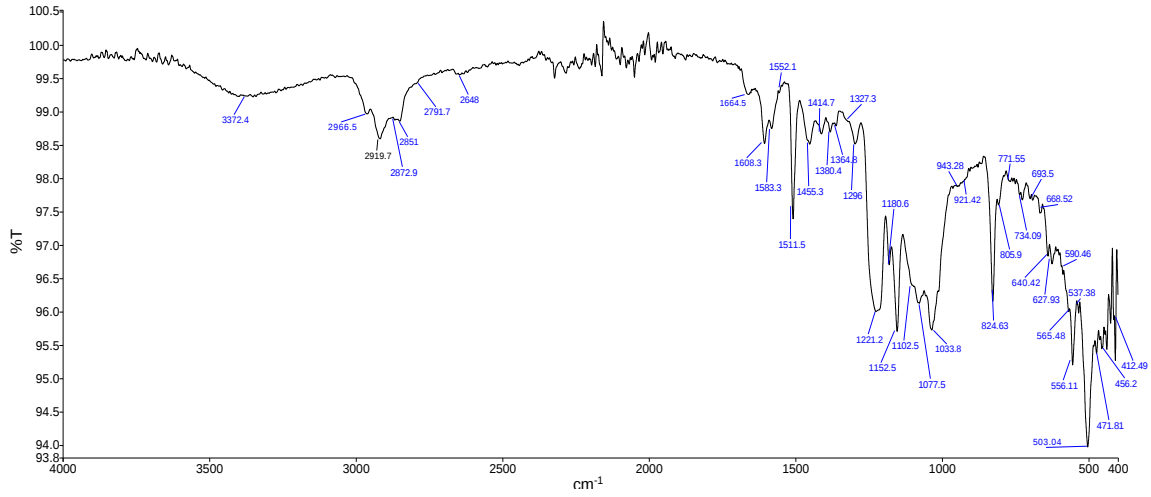


Şekil 5.13. RGO+PTFE epoksi kompozit kaplama numunesinin XRD analizi.



Şekil 5.14. RGO ilaveli epoksi FT-IR analizi.

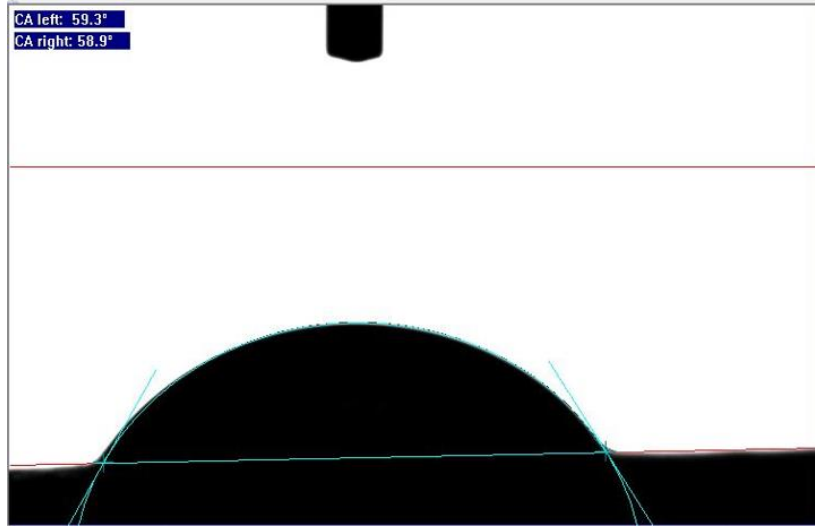
Şekil 5.15'te RGO+PTFE ilaveli epoksi kaplamanın FT-IR analiz sonuçları gösterilmektedir. 1552,1 cm^{-1} dalga boyuna sahip pik O-H fonksiyonel gruplarını göstermektedir. 2966,5 cm^{-1} ve 2851 cm^{-1} dalga boyuna ve bu değerlere arasındaki verilere sahip piklere göre C-H fonksiyonel grubun titreşimlerine dayanmaktadır. 1664 cm^{-1} dalga boyu piki C=C fonksiyonel grubuna sahiptir.



Şekil 5.15. %1 RGO ilavesine %10 PTFE katkılı epoksi FT-IR analizi.

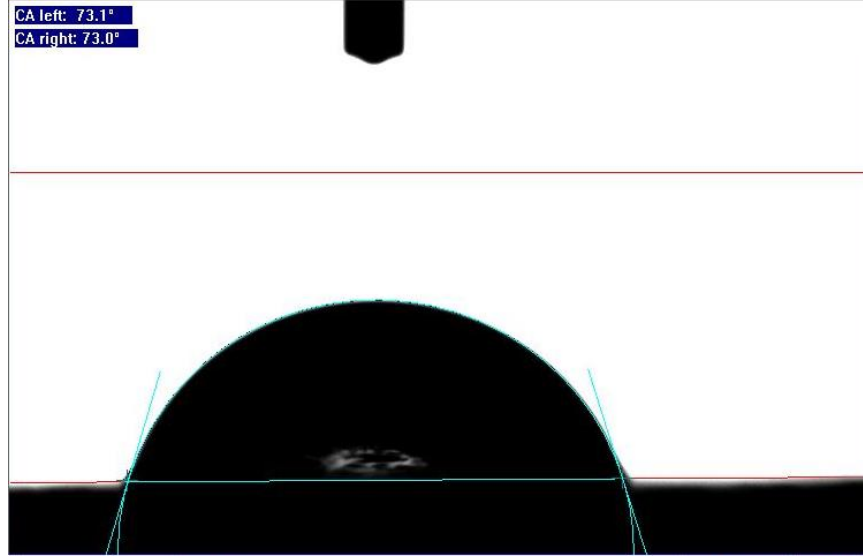
5.4. Temas Açısı Tespiti

Hidrofilik özelliğini gözlemlediğimiz temas açısı yöntemi sonucunda, yüzeyi ıslatmayan olarak tanımlanan hidrofobik, yüzeyi ıslatmanın gerçekleştiği hidrofilik tanımlanır. Kaplanan numune yüzeylerinin ıslanabilirlik derecesi için bulunan temas açısı sonuçları değerlendirilmiştir. Şekil 5.16’da martenzitik paslanmaz çelik altlığa epoksi kaplama uygulanmış numune görülmektedir. Temas açısı ölçümü 59° olarak ölçülmüştür. Islatma gerçekleşen hidrofilik yüzeye sahiptir.



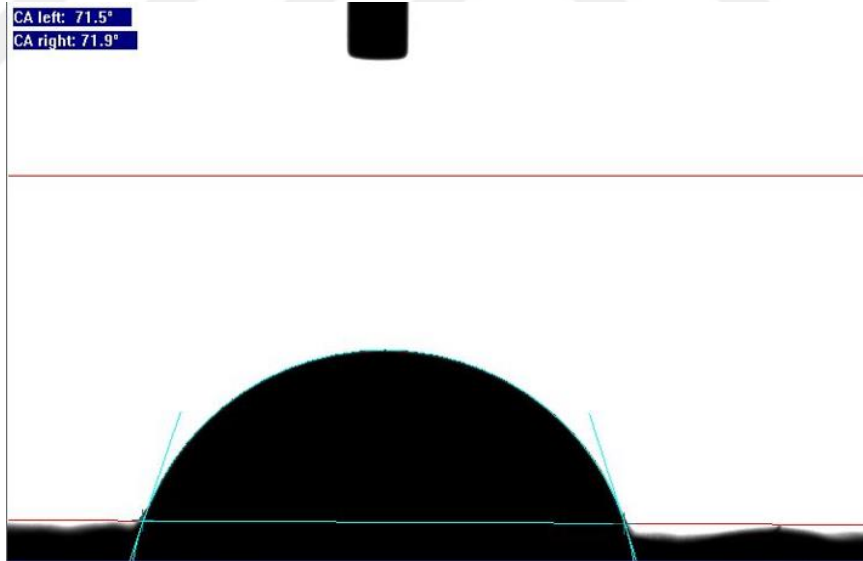
Şekil 5.16. Epoksi kaplama temas açısı

Şekil 5.17’de martenzitik paslanmaz çelik altlığa RGO ilaveli epoksi polimer kompozit kaplama yüzeyine uygulanan temas açısı 73° olarak ölçülmüştür. 90 dereceden küçük açı olması nedeniyle ıslatma gerçekleşen hidrofilik yüzeye sahiptir.



Şekil 5.17. RGO ilaveli epoksi kaplama temas açısı.

Şekil 5.18’de gösterilen RGO+PTFE ilaveli epoksi polimer kompozit kaplamanın temas açısı 71° olarak ölçülmüştür. Bunun sonucunda RGO+PTFE ilaveli kaplama, ıslatma gerçekleşen hidrofilik yüzeye sahiptir.



Şekil 5.18. RGO+PTFE ilaveli epoksi kaplama temas açısı.

Bu kısımda epoksi kaplama, %1 RGO ilaveli kaplama ve %1 RGO ilavesine %10 PTFE ilavesi ile yapılan epoksi kaplamalardan örneklenen numunelerin 5 farklı yüzeyine temas açısı ölçümü uygulanmış ve sonuçların ortalama açı değerleri hesaplanmış olup Tablo 5.5’te paylaşılmıştır. Bu sonuçlara göre tüm kaplama numuneleri ıslatmanın gerçekleştiği hidrofilik özellik göstermektedir.

Tablo 5.1. Temas açısı ölçüm sonuçları.

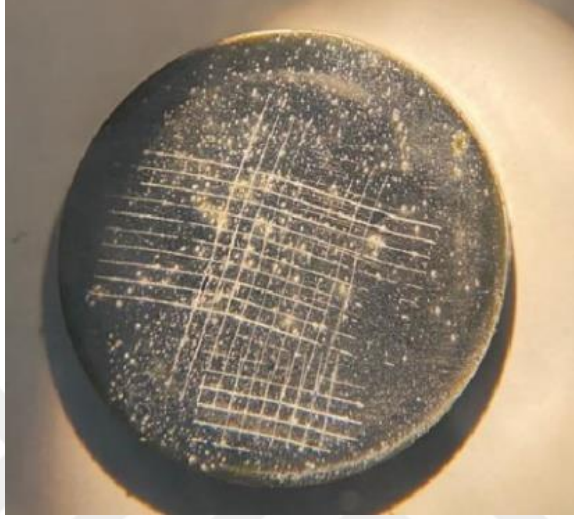
Numune	Epoksi		RGO ilaveli epoksi		RGO+PTFE ilaveli epoksi	
Yüzey Bölgeleri	Sol Temas Açısı (°)	Sağ Temas Açısı (°)	Sol Temas Açısı (°)	Sağ Temas Açısı (°)	Sol Temas Açısı (°)	Sağ Temas Açısı (°)
1	58,4	56,6	74,8	73,9	71,5	71,9
2	53,2	51,9	72,5	74,3	74,2	75,7
3	59,3	58,9	73,1	73	73	75,6
4	52,8	51,9	72,4	71,7	71	68,9
5	53,2	54	73,5	72	69,8	68,8
Ortalama Temas Açısı	55,38	54,66	73,26	72,98	71,9	72,18

5.5. Cross-Cut Deneyi

Kaplama ile altlık malzeme olan martenzitik paslanmaz çelik arasındaki adezyonun uygun ve yeterli olup olmadığını kararlaştırmak için cross-cut deneyi uygulanmıştır. Deney için özel metalden yapılmış uç kısmında 10 bıçak yuvası, yuvaları arası 1 mm olan Adezyon Ölçme Cihazı kullanılmıştır. Uygulanan bu deney için özel niteliğe sahip 1,5 cm eninde saydam ve yapışkan bir bant yumuşak bir fırça kullanılmıştır. Her bir numune için uygulanan bu deney ASTM D-3359 numaralı standarda göre değerlendirilmiştir. Epoksi kaplamalı numunenin cross-cut deneyi için yapışkan bant uygulamadan önce ki hali Şekil 5.19’da gösterilmiştir.

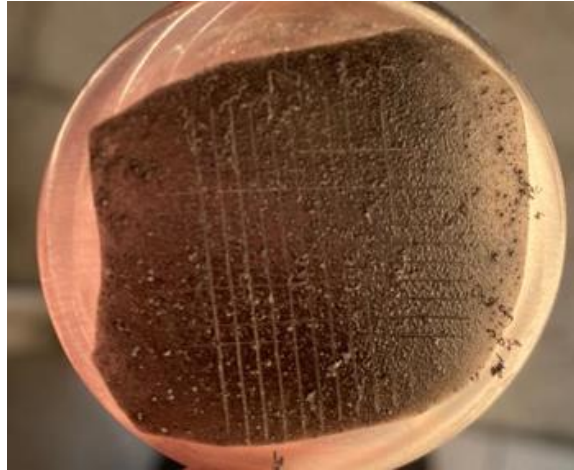
**Şekil 5.19.** Epoksi kaplamalı numune için yapışkan bant uygulama öncesi.

Şekil 5.20’de yapışkan bant uygulamasından sonraki hali gösterilmiştir. Kaplama tamamen pürüzsüz, kafesindekiler ayrılmaz ve pullanmalar yoktur. Kesişme noktalarında ve kenarlar boyunca pullanmalar ve ayrılmalar yoktur. Etkilenme derecesi yoktur. Epoksi kaplama sonucu ASTM D-3359 numaralı standarda göre değerlendirildiğinde 5B özelliğini göstermektedir.



Şekil 5.20. Epoksi kaplamalı yüzeyin yapışkan bant sonrası görüntüsü.

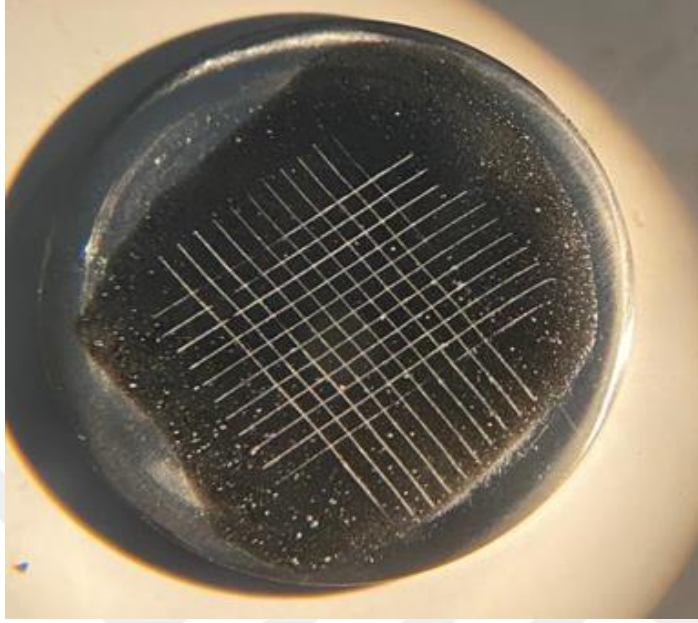
Şekil 5.21’de epoksi kaplamaya %1 oranında ilave edilen RGO ile hazırlanan kaplamanın yapışkan bant öncesi gösterilmiştir.



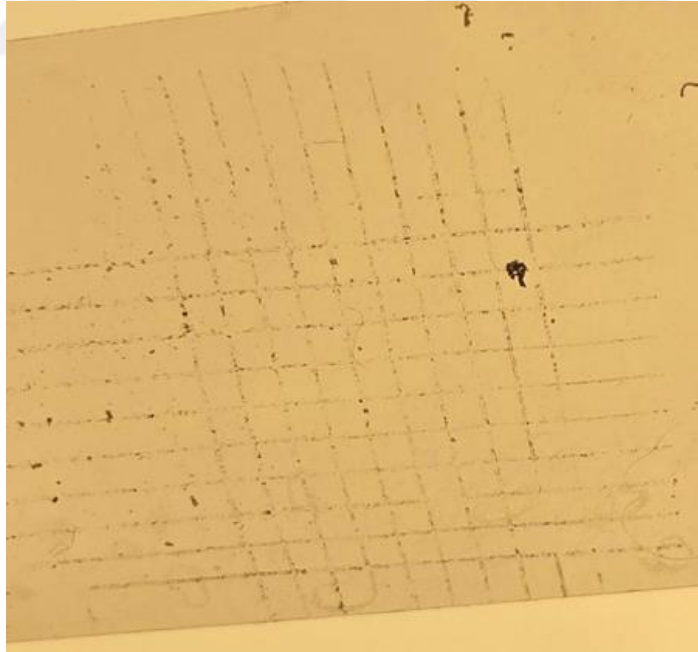
Şekil 5.21. RGO ilaveli kaplama yüzeyinin yapışkan bant öncesi görüntüsü.

Şekil 5.22’de RGO ilaveli kaplama numunesine yapışkan bant işlemi uygulaması sonrası ve Şekil 5.23’te RGO ilaveli kaplama numunesinin yapışkan bandı gösterilmiştir.

Deney sonrası çizik görünümü ASTM D 3359 yüzeye yapışma sınıflarına göre değerlendirildiğinde, kaplamanın pullanması kesimin %5'inden fazlasını etkilememiştir bu nedenle 4B özelliğini göstermektedir.



Şekil 5.22. RGO ilaveli yüzeyin yapışkan bant sonrası görüntüsü.



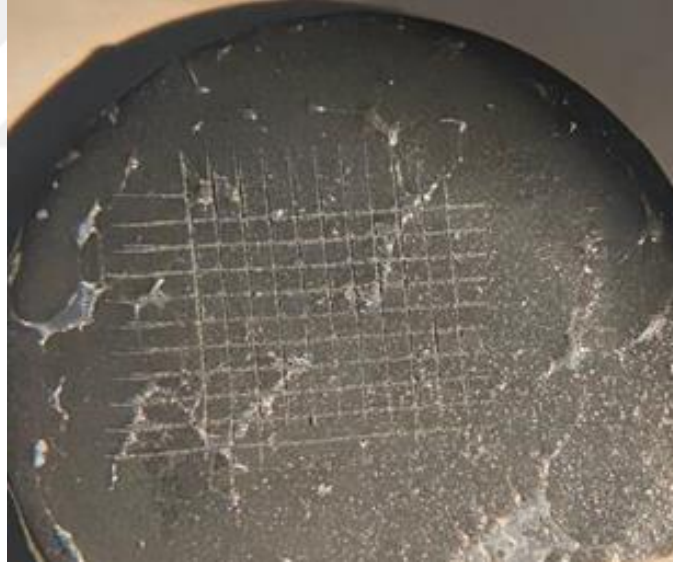
Şekil 5.23. RGO ilaveli epoksi kaplamanın yapışkan bandı

Şekil 5.24'te RGO+PTFE ilaveli epoksi kaplama yüzeyine cross-cut cihazı ile 90°'lik açı yapacak şekilde uygulanmış ve özel yapışkanlı bant yüzeye yapıştırılmadan önceki görüntüsü gözlemlenmektedir.



Şekil 5.24. RGO+PTFE ilaveli yüzeye yapışkan bant uygulama öncesi.

Yapışkan bant işlemi uygulanan, Şekil 5.25'te RGO+ PTFE ilaveli epoksi kaplamada, deney sonrası yüzeyden herhangi bir alan da kaplamanın koptuğu görülmemiştir. ASTM D 3359 standardına göre değerlendirildiğinde 5B sınıfı özelliğini göstermektedir.



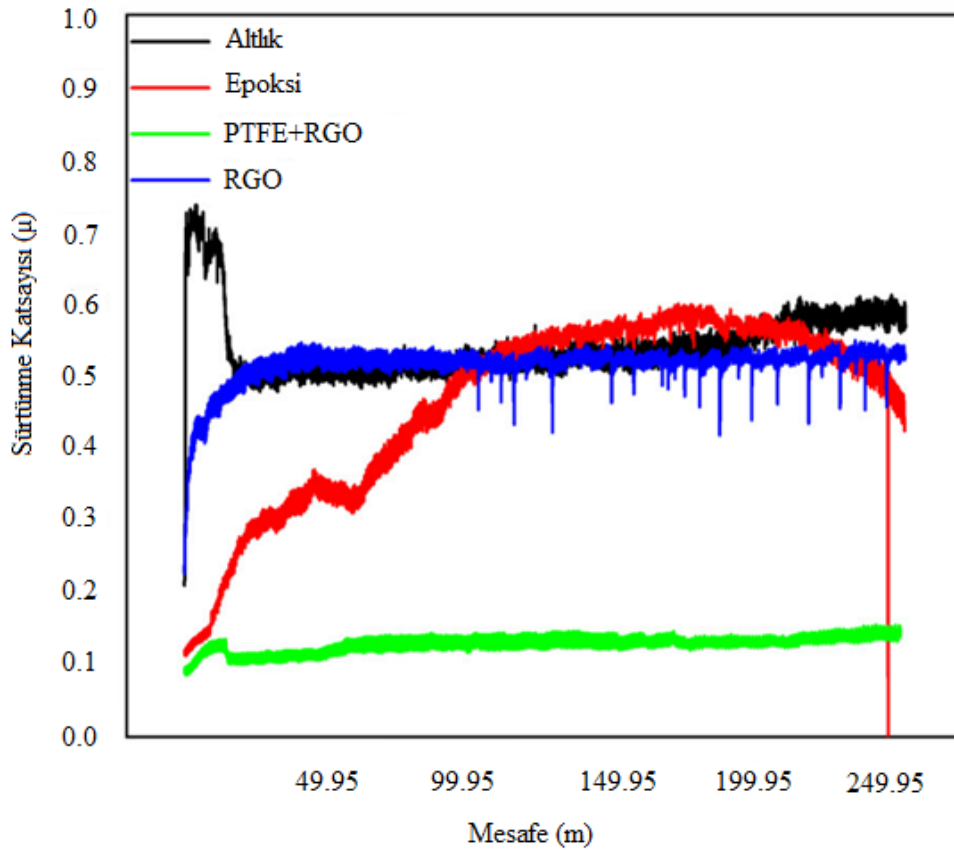
Şekil 5.25. RGO+PTFE ilaveli yüzeyin yapışkan bant sonrası görüntüsü.

5.6. Aşınma Testi

Bu bölümde kaplanan numune yüzeylerini sürtünme katsayılarını incelemek için oda sıcaklığında, %45 nem oranı ortamında, 10N sabit yük altında, 50 mm/s hızında, yağlayıcı kullanılmadan ve AISI 52100 çelik bilyenin ileri-geri hareketi esasına dayalı kayma usulüne göre, 250m alanda, 5000 saniye uygulanan aşınma testi sonuçları değerlendirilmiştir.

Şekil 5.26’da gösterilen altlık yüzey, epoksi, RGO ilaveli epoksi, RGO+PTFE ilaveli epoksi yüzeylerine ait sürtünme katsayıları gösterilmektedir. Sürtünme katsayısı ortalama $0,6\mu$ olan kaplanmamış altlık malzeme ile takviyeli kaplama yüzeylerine ait sürtünme katsayısı karşılaştırıldığında; epoksi kaplamada ortalama sürtünme katsayısı $0,46\mu$ oranına, %1 RGO ilaveli epoksi kaplamada sürtünme katsayısı $0,51\mu$ oranına, RGO+PTFE ilaveli epoksi kaplama sürtünme katsayısı $0,12\mu$ oranına düşmüştür.

Pedro ve ark. (2015), yaptığı çalışmada epoksi ve PTFE bazlı değiştiriciler kullanılarak elde edilen kaplamanın, tribolojik özellikleri açısından sinerjistik etki oluşturarak aşındırıcı davranışların azalmasını sağlamıştır [89]. Bu sonuçlara göre özellikle PTFE ilavesi sürtünme katsayısını azalttığının kanıtıdır. Çıkarılabilecek bir diğer sonuç ise RGO ilaveli epoksi kaplama, kayma mesafesi ile birlikte çok daha kararlı bir sürtünme katsayısı ile sonuçlanmıştır. RGO+PTFE ilaveli epoksi kaplamada ise kayma mesafesi ile beraber çok daha kararlı sürtünme katsayısı elde edilmiştir.



Şekil 5.26. Altlık, epoksi, RGO, RGO+PTFE ilaveli yüzeylerin sürtünme katsayıları.

Bilyenin kaplanan numune yüzeyine, 10 mm’lik alanda git -gel hareketleri yapmasıyla üç farklı noktadan iz ölçümü değerleri alınmış olup her bir bölgenin iz ölçümleri ve ortalama iz ölçümleri hesaplanmıştır.

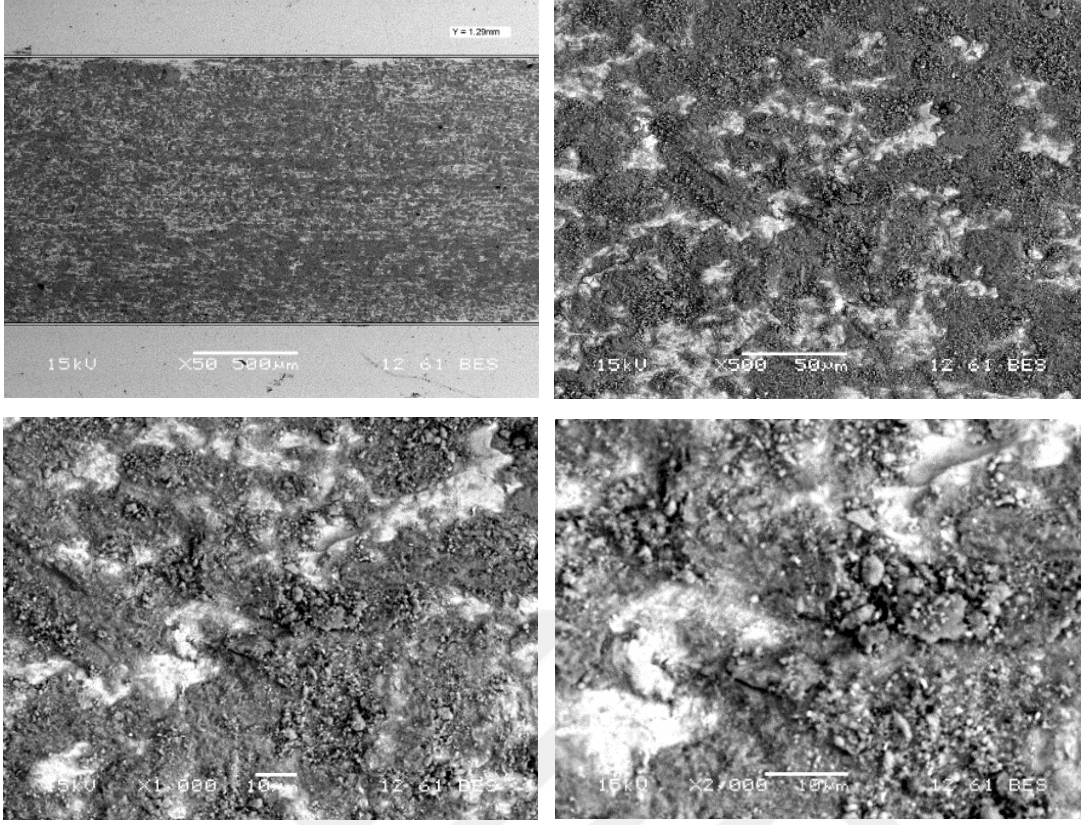
Ortalama iz ölçümleri oranına istinaden 250 m’lik mesafede yapılan testte, Tablo 5.7’de verildiği gibi aşınma oranı hesaplanmıştır. Aşınma oranı en düşük altlık malzemededir. Kaplamalı yüzeyler arasında, RGO ilaveli epoksi kaplamada aşınma oranının düşük olduğu görülmüştür.

Tablo 5.2. Altlık, epoksi, RGO ilaveli, RGO+PTFE ilaveli aşınma oranları.

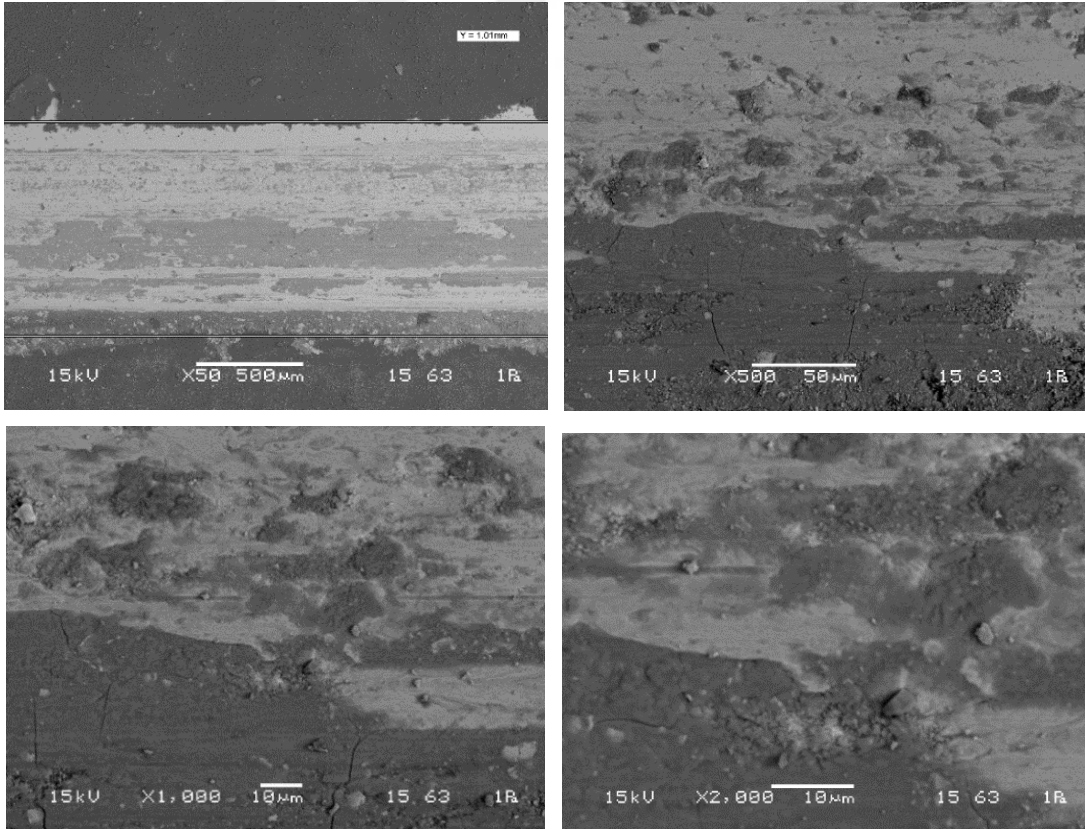
Kaplamalar	Ortalama İz Ölçümü A, μm^2	Aşınma Oranı WR, mm^3/m
Altlık	2864	$1,146 \times 10^{-4}$
Epoksi	45999,33	$1,840 \times 10^{-3}$
RGO+Epoksi	27449,66	$1,098 \times 10^{-3}$
RGO+PTFE+Epoksi	54023,33	$2,161 \times 10^{-3}$

Altlık, epoksi kaplama, RGO ilaveli epoksi kaplama ve RGO+PTFE ilaveli epoksi polimer kompozit kaplama yüzeylerinin aşınma sonrası SEM mikroyapıları sırasıyla Şekil 5.27, Şekil 5.28, Şekil 5.29, Şekil 5.30’da görülmektedir. Altlık malzeme yüzeyinin aşınma kalınlığı 1,29 mm olarak ölçülmüştür, malzeme yüzeyinde aşınma sonrası korozyon tabakası da şekilde görülmektedir.

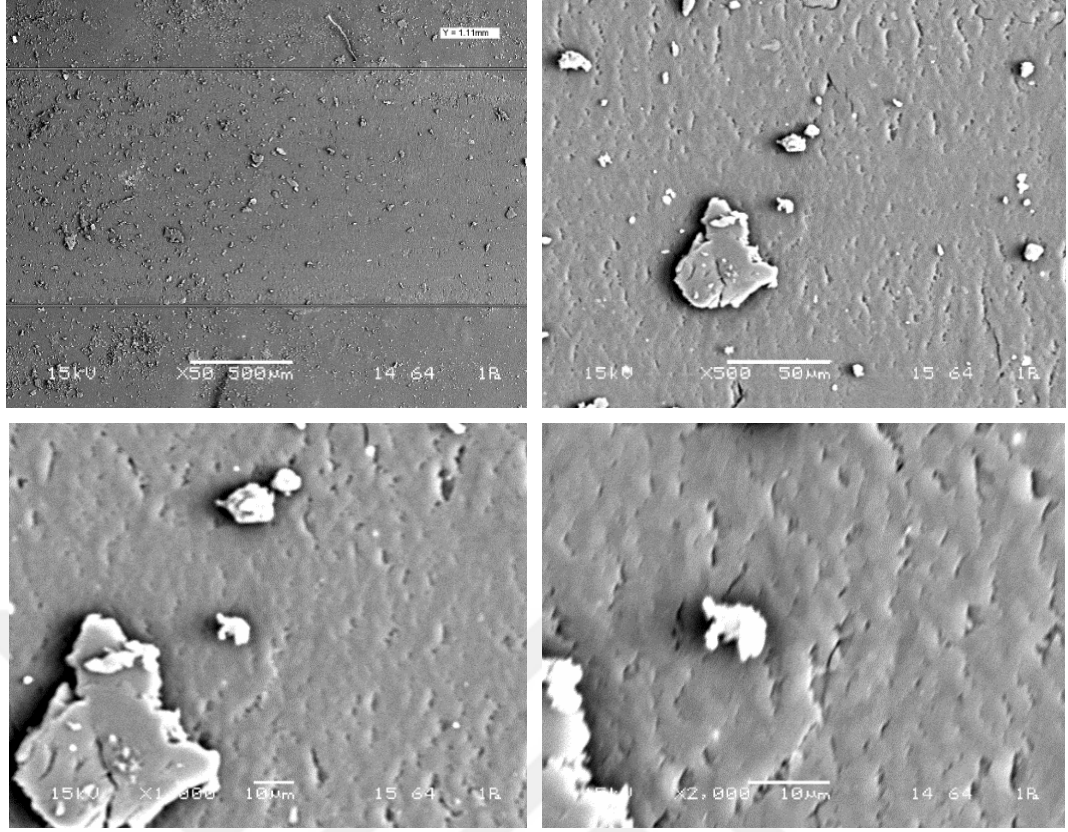
Epoksi kaplamalı SEM görüntüsünde aşınma kalınlığı 1,01 mm olarak ölçülmüş olup, kaplamada sıvanma aşınması ve lokal mikro çatlaklar gözlemlenmiştir. RGO ilaveli epoksi kompozit kaplamanın 1,11 mm genişliğinde aşınma kalınlığı görülmüştür, kaplanan malzemeler ile kıyasladığımızda aşınma oranının en düşük olduğu kaplamadır. Bilyenin git-gel hareketi ezme kuvveti oluşturmuş olup yüzeyde ovma aşınması ve pürüz tepecikleri nedeniyle mikron mertebesinde abrazif aşınma görülmektedir. RGO+PTFE ilaveli epoksi polimer kompozit kaplama 1,1 mm iz görülmektedir. Anacak oluşan iz parlatma şeklindedir. Abraziv aşınma izleri şeklinde değildir. Aşınma deneyleri düşük yüklerde yapılmış olup herhangi bir ize rastlanmamıştır. Bazı bölgelerin yumuşak, bazı bölgelerin sert olmasından kaynaklı olarak, bilyenin gidiş geliş hareketi sırasında yumuşak olan bölgelerde lokal olarak çukurlaşmaların olduğu, hareketli bilyenin etkisiyle yüzeye yapışan asperit malzemelerin yüzey üzerinde aşındırıcı etki yaptığı gözlemlenmiştir.



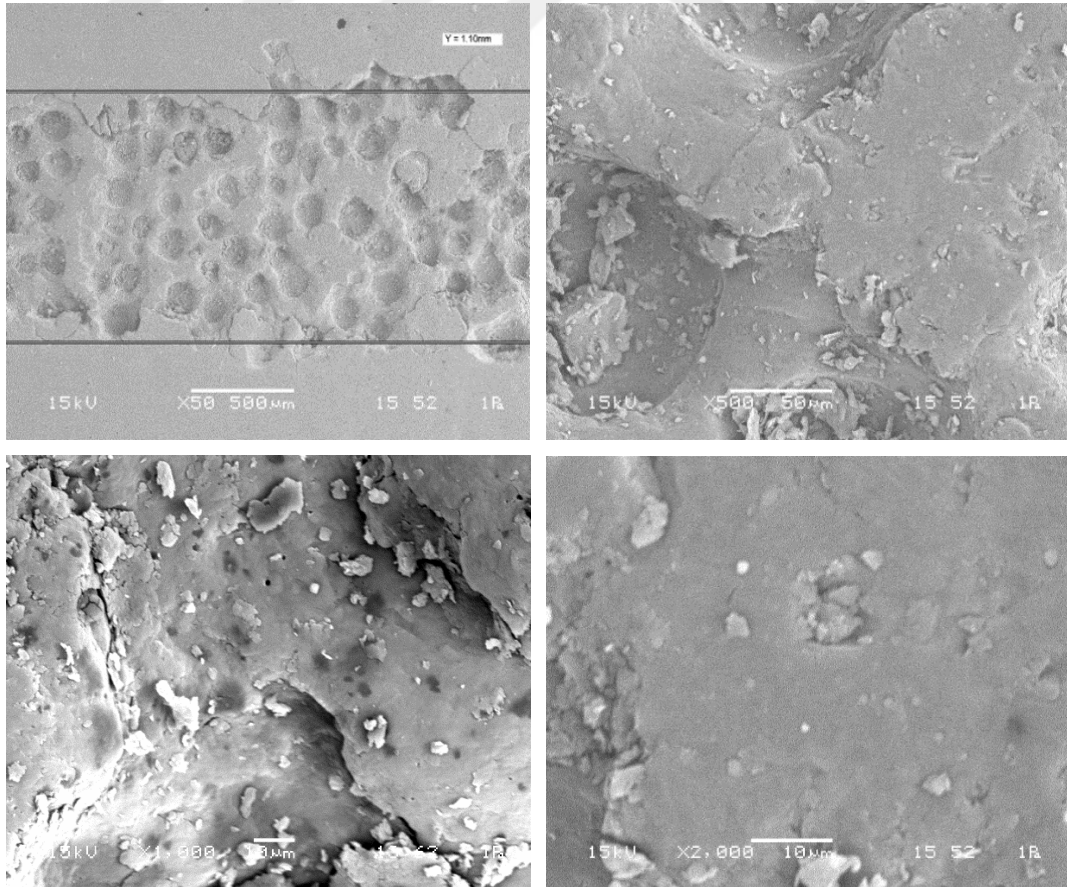
Şekil 5.27. Altlık malzemenin aşınma sonrası yüzey mikroyapısı.



Şekil 5.28. Epoksi kaplamalı polimer kompozitin aşınma sonrası yüzey mikroyapısı.



Şekil 5.29. RGO ilaveli epoksi polimer kompozitin aşınma sonrası yüzey mikroyapısı.



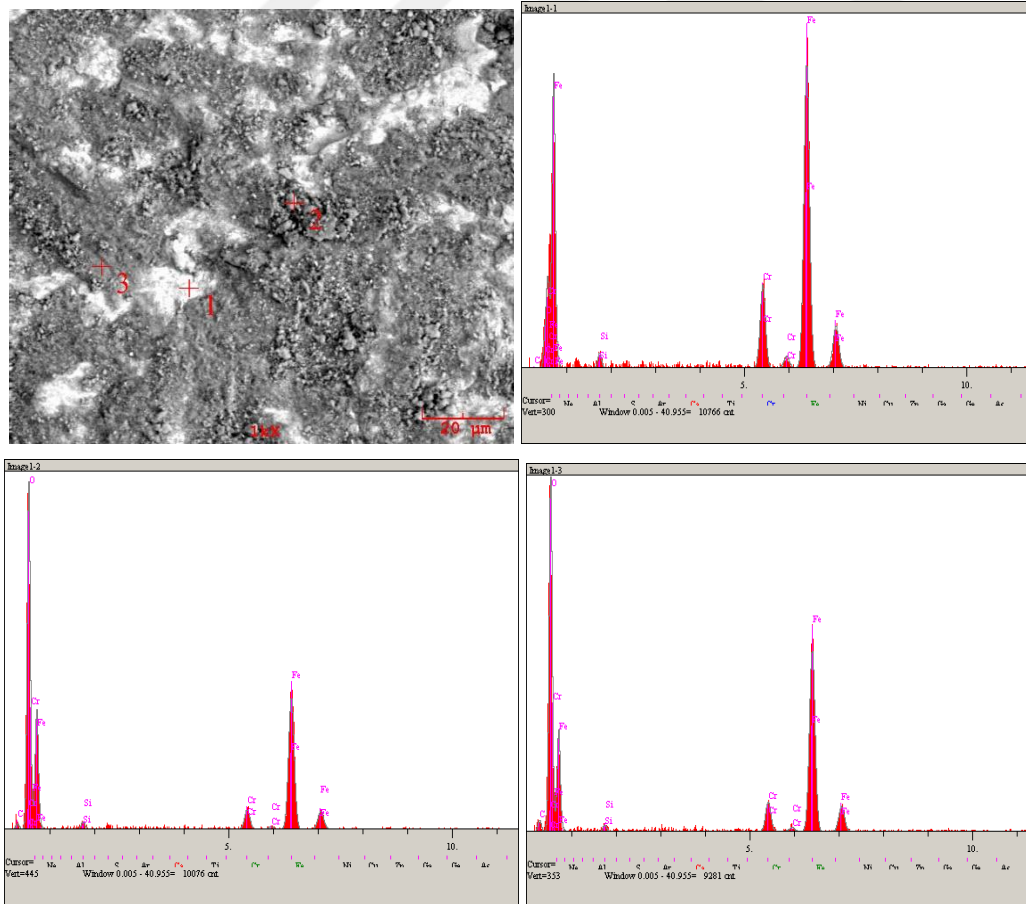
Şekil 5.30. RGO+PTFE epoksi polimer kompozitin aşınma sonrası mikroyapısı.

Sırasıyla Şekil 5.31’de kaplamasız numunenin, Şekil 5.32’de epoksi kaplamalı numunenin, Şekil 5.33’te RGO ilaveli epoksi polimer kompozit kaplamalı numunenin, Şekil 5.34’te RGO+PTFE ilaveli epoksi polimer kompozit kaplamalı numunenin bölgesel EDS görüntüleri verilmiştir.

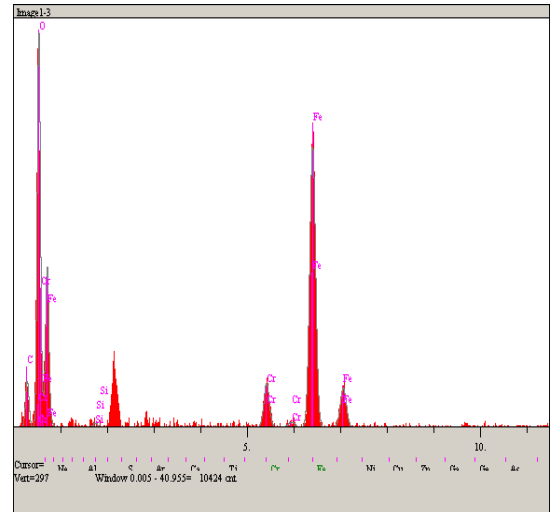
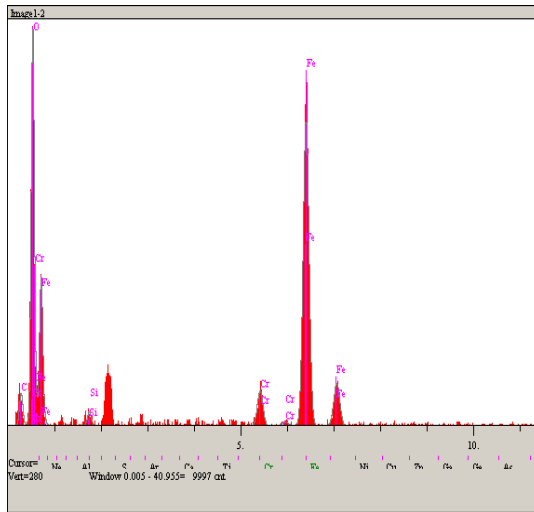
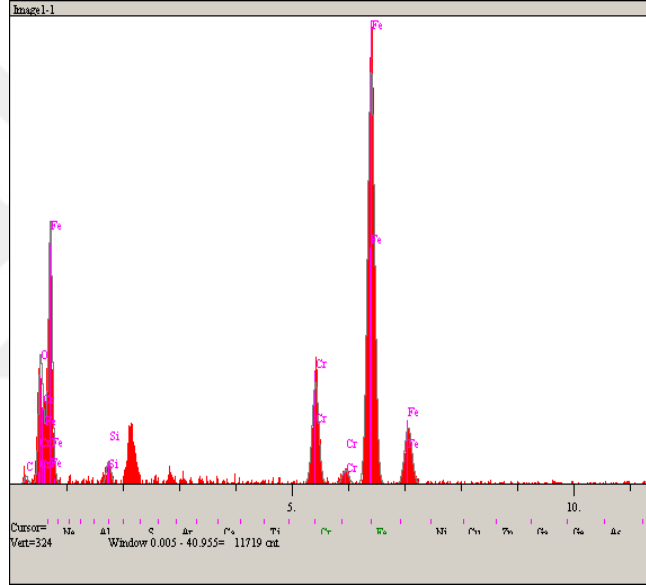
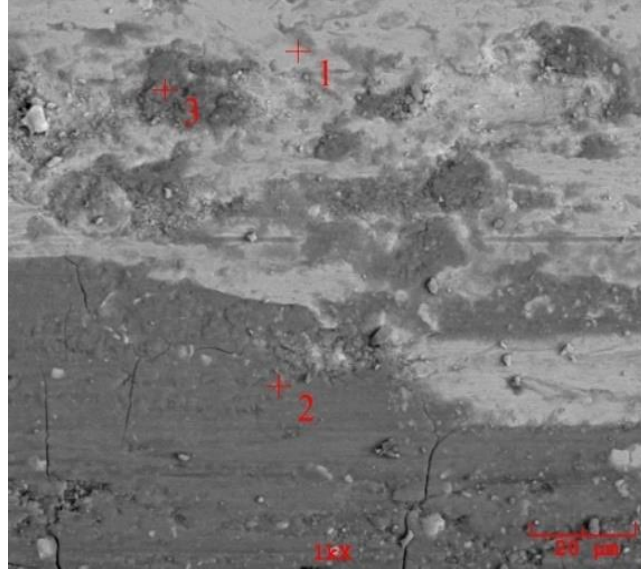
Kaplamasız yüzeyde yoğunluk olarak Fe ve O elementleri görünürken, epoksi kaplamalı yüzeyde O ve Fe elementlerinin varlığı epoksi kaplama numunesinin aşınma direncinin düşük olduğu saptanmıştır.

RGO ilaveli epoksi polimer kompozit kaplama çıkan diğer sonuçları desteklemiş olup C ve O elementlerinin varlığı görülmektedir, yüzey kaplaması, altlık malzemeden ayrılmamıştır ve bu başarılı bir kaplama olduğunu göstermektedir.

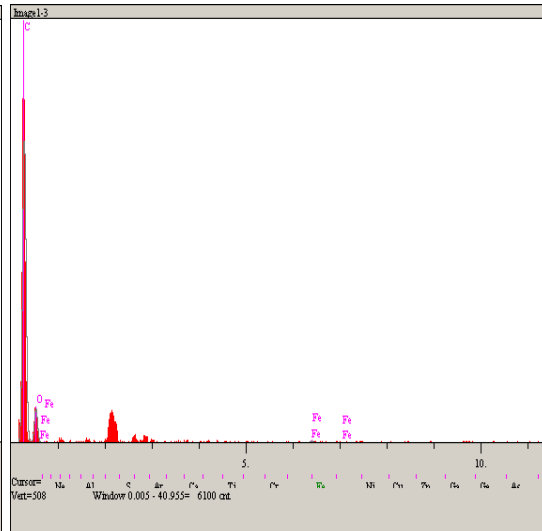
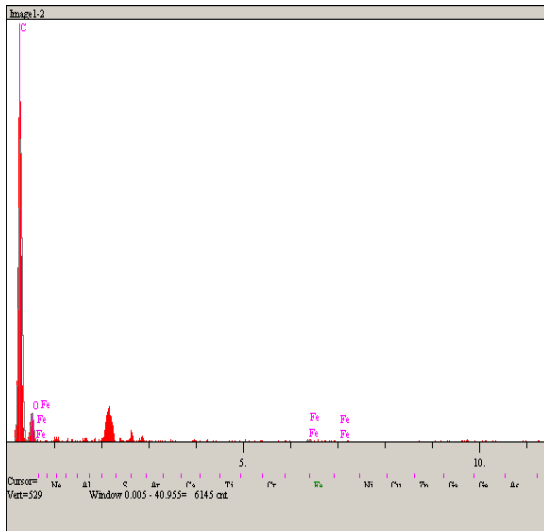
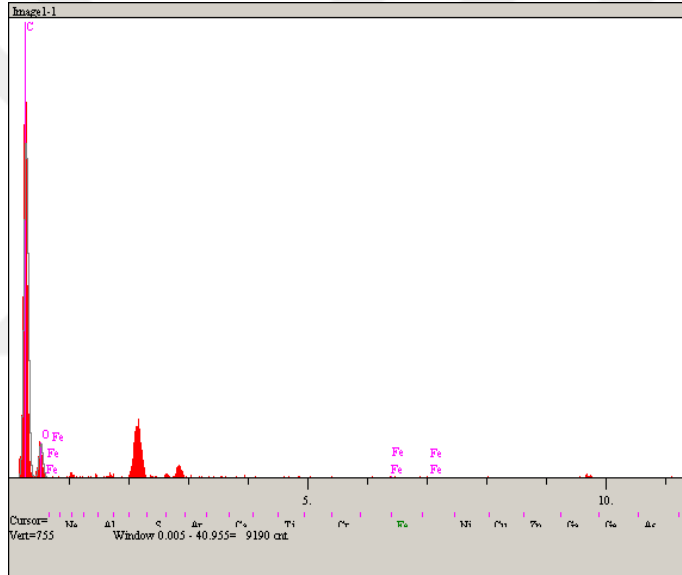
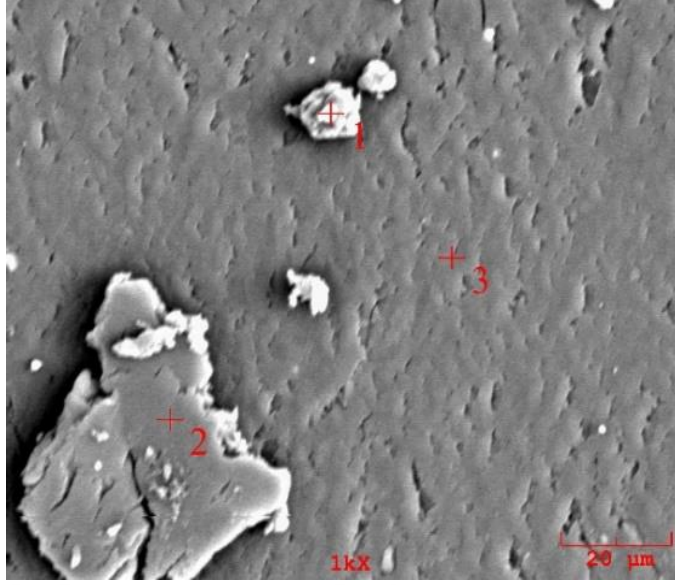
PTFE+RGO ilaveli epoksi polimer kompozit kaplamada yaklaşık olarak C, O ve F elementlerinin varlığı görülmektedir ve bu kaplamanın da altlık malzeme ile uyumlu olduğu, aşınma testi sonucunda kaplamanın altlık malzemeden ayrılmadığı tespit edilmiştir.



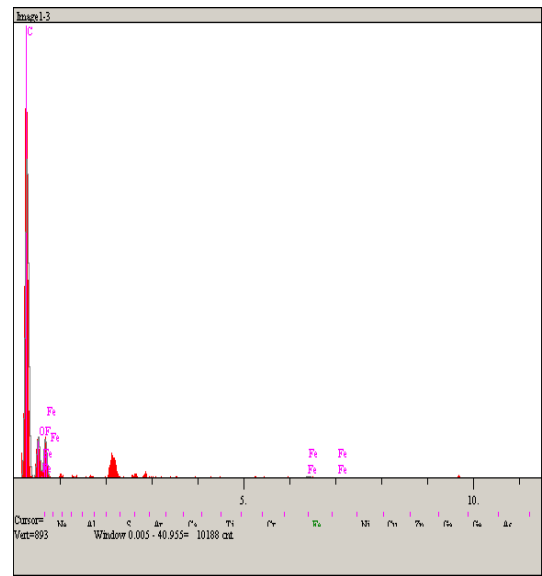
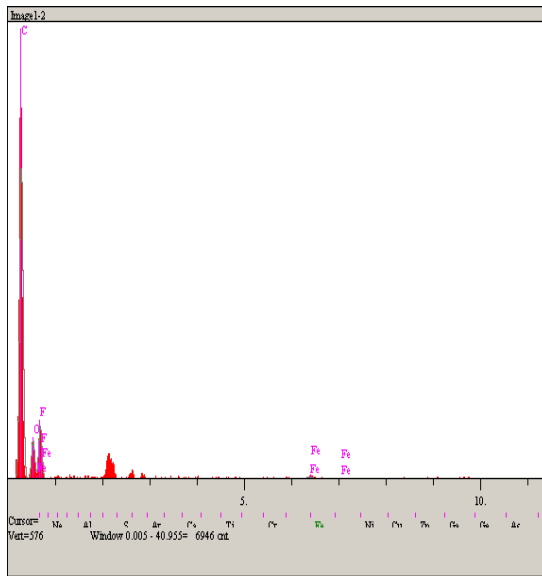
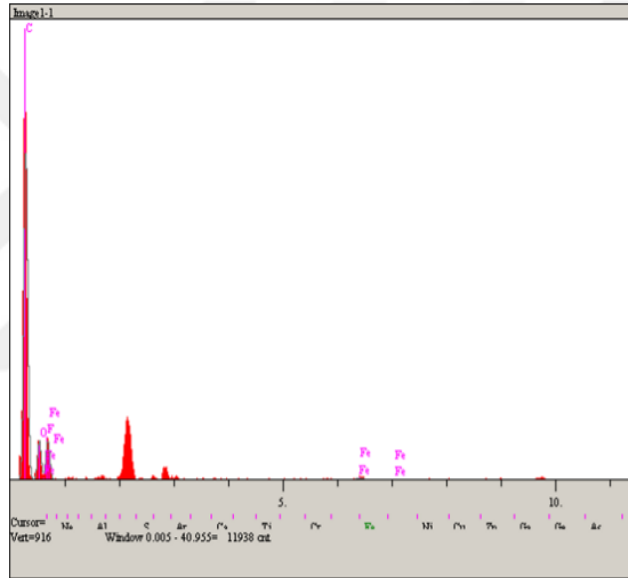
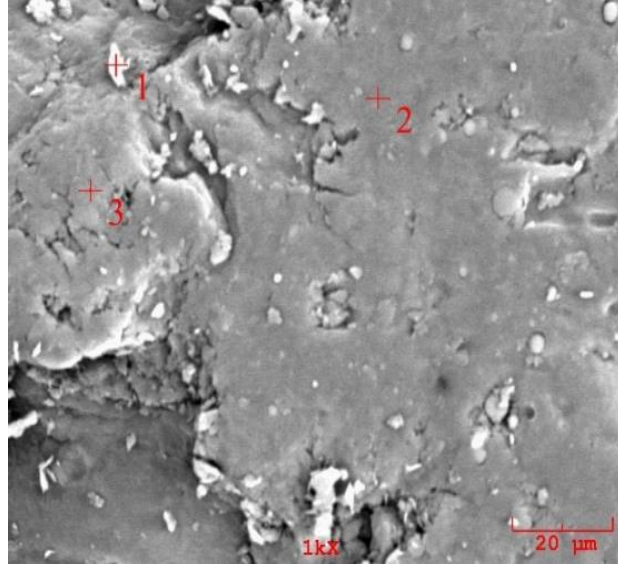
Şekil 5.31. Kaplamasız numunede aşınan bölgelerin EDS analizi.



Şekil 5.32. Epoksi kaplamalı numunede aşınan bölgelerin EDS analizi.



Şekil 5.33. RGO ilaveli epoksi kaplamada aşınan bölgelerin EDS analizi.



Şekil 5.34. RGO+PTFE epoksi kaplamada aşınan bölgelerin EDS analizi.



6. SONUÇ VE ÖNERİLER

6.1. Deneysel Sonuçlar

Bu çalışmada martenzitik paslanmaz çelik altlık malzeme yüzeyinde uygulanan pulcuklu grafitten indirgenerek elde edilmiş grafen oksit ve PTFE+RGO katkılı epoksi esaslı polimer kompozit kaplamaya sahip yüzeylerin; mikroyapı, faz analizi, FT-IR analizi, yapışma mukavemeti, temas açısı ve tribolojik özellikleri incelenmiştir.

Epoksi kaplama, RGO ilaveli epoksi polimer kompozit kaplama ve RGO+PTFE ilaveli epoksi polimer kompozit kaplamalar için SEM ve EDS analizleri incelendiğinde; epoksi kaplamanın altlık ile uyumlu, porozitesiz ve homojen yapıya sahip olduğu fakat dış kısmın hafif pürüzlü olduğu, oksijen elementlerinin yüzeyde bulunduğu gözlenmiştir. RGO ilaveli epoksi martenzitik paslanmaz çelik yüzeyine başarılı bir şekilde kaplanmış ve homojen yapıdadır. Karbon atomuna sahip olan grafen oksit içeriğinin olduğu bu bileşimde elementel olarak yüzeyde C ve O elementlerinin olduğu tespit edilmiştir. RGO+PTFE ilaveli epoksi kaplamanın altlık ile uyumlu olduğu ve altlık malzeme ile başarılı bir şekilde kaplandığı gözlemlenmiştir. Yüzeyde RGO'nun sahip olduğu C ve O elementleri ile PTFE'nin sahip olduğu C ve F elementlerinin varlığı sebebiyle elementel analizinde C, F ve O elementlerinin varlığı tespit edilmiştir.

RGO ve RGO+PTFE ilaveli epoksi polimer kompozit kaplama tozları için SEM ve EDS analizleri yapılmıştır. RGO ilaveli epoksi tozunun elementel analizinde grafen oksitten gelen C ve O atomunun varlığı gözlemlenmiştir. RGO+PTFE ilaveli tozunun elementel analizlerinde C, F ve O elementlerinin varlığı tespit edilmiştir.

XRD sonuçları incelendiğinde; epoksi esaslı kaplamada epoksi ve α -Fe fazının, RGO katkılı epoksi kaplamada fullerene, α -Fe, epoksi fazlarının ve RGO+PTFE katkılı epoksi kaplamada ise PTFE, epoksi, fullerene fazlarının varlığı tespit edilmiş olup kaplamaların başarıyla gerçekleştirildiği görülmüştür.

FT-IR sonuçları incelendiğinde RGO ilaveli epoksi C=C, C=O, C-O fonksiyonel gruplarına sahip olması RGO'nun yüksek oksidasyonunu göstermektedir. RGO+PTFE ilaveli epoksi O-H, C-H, C=C fonksiyonel gruplarını içerdiği tespit edilmiştir.

Temas açısı sonuçları incelendiğinde; RGO ve RGO+PTFE ilaveli epoksi kaplamanın, epoksi kaplamadan daha hidrofobik özellik gösterdiği tespit edilmiştir.

Yapışma mukavemeti sonuçları ASTM D-3359 numaralı standarda göre incelendiğinde; epoksi kaplama ve RGO+PTFE kaplama yüzeylerinde pullanma olmaması nedeniyle 5B özelliğini gösterirken RGO ilaveli kaplamada hafif pullanma kesiminin varlığı %5 'in altında olması nedeniyle 4B olarak değerlendirilmiştir.

Aşınma testi sonucu incelendiğinde; RGO ilaveli kaplama kayma mesafesiyle birlikte değerlendirildiğinde kararlı bir sürtünme katsayısı ve düşük aşınma oranı ile sonuçlanırken, sürtünme önleyici etkisi olan PTFE ilavesiyle sürtünme katsayısını azalttığı ispatlanmıştır.

6.2. Öneriler

Bu çalışmada redüklenmiş grafen oksit oranı sabit tutulmuştur, çeşitli oranlarda RGO katkısı ile PTFE ilaveli kaplamalar üretilerek mikroyapıları, aşınma oranları, yapışma mukavemeti incelenebilir.

Farklı altlıklar üzerine kaplama yapılabilir. Aşındırıcı bilgi türü değiştirilebilir. RGO sürtünme katsayısını arttırmak için literatürde de tercih edilen SiO_2 , Al_2O_3 gibi sert nanopartikül ilavesiyle sürtünme özellikleri incelenebilir.

KAYNAKÇA

- [1] Gresham, R. M. (2018). Volume 18: Friction, Lubrication, and Wear Technology. *Tribology & Lubrication Technology*, 74(4).
- [2] Bhushan, B. (2013), *Introduction to Tribology* (2. Baskı). Wiley.
- [3] Cain, M. L. (2016). *Epoxy Resins: Synthesis, Applications and Recent Developments*. Novinka.
- [4] Chang, L., Zhang, Z., Ye, L., & Friedrich, K. (2013). Chapter 3 – Synergistic effects of nanoparticles and traditional tribofillers on sliding wear of polymeric hybrid composites. *Tribology of Polymeric Nanocomposites* (2.Baskı, ss. 49-89). Elsevier.
- [5] J. Jóźwik, K. Dziedzic, M. Paszczko and M. Barszcz (2019), Comparative Assessment of Tribological Properties of Selected Polymers and Polymer Composites, *IEEE 5th International Workshop on Metrology for AeroSpace (MetroAeroSpace)*, 638-643, doi: 10.1109/MetroAeroSpace.2019.8869670.
- [6] Liu, Z., Cai X., Ke X., You F., Zhang O., Gao X. (2018). Influence of CaCO₃/glass fiber hybrid fillers on the mechanical and thermal properties of polytetrafluoroethylene. *Advances in Polymer Technology*, 37(8), 2811–2819. <https://doi.org/10.1002/adv.21953>
- [7] Mishra A.K., ve Pathania D., (Eds.). *Graphene Oxide: Advances in research and applications* (2018). Nova Science.
- [8] Banderia, P., Monterio, J., Baptista A.M., Magalhães F.D. (2016). Influence of oxidized graphene nanoplatelets and [DMIM][NTf₂] ionic liquid on the tribological performance of an epoxy-PTFE coating, *Tribology International*, 97, 478-489. <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2016.02.005>
- [9] Yan, Y., Dowson, D., Neville, A. (2013). In-situ electrochemical study of interaction of tribology and corrosion in artificial hip prosthesis simulators. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 18, 191-199, <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2012.08.009>
- [10] Ren, Y., Zhang, L., Xie, G., Li, Z., Chen, H., Gong, H., Xu, W., Guo, D., Luo, J. (2021). A review on tribology of polymer composite coatings. *Friction*, 9(3), 429–470. <https://doi.org/10.1007/s40544-020-0446-4>
- [11] Bashandeh, K., Lan, P., Meyer, J.L., Polycarpou A.A. (2019). Tribological Performance of Graphene and PTFE Solid Lubricants for Polymer Coatings at Elevated Temperatures. *Tribol Letters* 67:99., 1-14. <https://doi.org/10.1007/s11249-019-1212-5>
- [12] Gedde, U. L. F. (1995). *Polymer physics* (1. Baskı). Springer Science & Business Media.

- [13] Webster, D. C., Meier, M. A. R. (2010). Polymer libraries: Preparation and applications. *Advances in Polymer Science*, 225, 1-15. <https://doi.org/10.1007/12-2009-15>
- [14] Callister, W.D., Rethwisch D.G. (2015). Malzeme Bilimi ve Mühendisliği (8), (Çev. K. Genel, C. Bindal, M. Demirkol, R. Artır, M. Bakkal, S. Parasız) Nobel Akademik Yayıncılık (2011)
- [15] Mortas, N. (2013). Effect of corrosive solutions on composites laminates subjected to low velocity impact loading [Yüksek lisans tezi]. Beira University
- [16] Kim, B.C., Park, S.W. and Lee, D.G. (2008) Fracture Toughness of the Nano-Particle Reinforced Epoxy Composite. *Composite Structures*, 86, 69-77. <http://dx.doi.org/10.1016/j.compstruct.2008.03.005>
- [17] Pham, H.Q., Marks, M.J., (2012). Epoxy Resins. *Encyclopedia of Polymer Science and Technology*, 13, 156-244 <https://doi.org/10.1002/0471440264.pst119>
- [18] Suzuki, A.H., Lage, F. C., Oliveira, L. S., Franca, A.S. (2016). Biological Materials As Precursors For The Production Of Resins. *Advances in Environmental Research* (49, ss. 1-38). Nova Science Publishers.
- [19] Ebewele, R. O., (2000). Polymer Science and Technology. CRC Press LLC.
- [20] Gay, D., Hoa, S.V., Tsai, S.W. (2002). Composite Materials : Design and Applications (1). CRC Press. <https://doi.org/10.1201/9781420031683>
- [21] Ngo, T.D. (2020). Introduction to Composite Materials. *Fiber Composites*. IntechOpen. : <http://dx.doi.org/10.5772/intechopen.91285>
- [22] Ratna, D. (2007). Epoxy Composites: Impact Resistance And Flame Retardancy. iSmithers Rapra Publishing.
- [23] Egbo, M.K. (2021). A Fundamental Review On Composite Materials And Some Of Their Applications In Biomedical Engineering. *Journal of King Saud University - Engineering Sciences*, 13(8), 557-568. <https://doi.org/10.1016/j.jksues.2020.07.007>
- [24] Staab, G. H. (1999). Introduction To Composite Materials. *Laminar Composites*, (1. Baskı, ss. 1-16) içinde. Butterworth-Heinemann <https://doi.org/10.1016/B978-075067124-8/50001-1>
- [25] Mishra, V., Biswas, S. (2013). Physical and Mechanical Properties of Bi-directional Jute Fiber Epoxy Composites. *Procedia Engineering*, 51, 561-566. <https://doi.org/10.1016/j.proeng.2013.01.079>
- [26] Bansal, N.P. (2005). *Handbook of Ceramic Composites* (1. Baskı). Springer New York. <https://doi.org/10.1007/b104068>
- [27] Davis, F.J. (2004). *Polymer Chemistry: A Practical Approach* (1. Baskı). Oxford University Press.

- [28] Guo, I., Zhang, G., Wang, D., Zhao, F., Wang, T., Wang, Q. (2017). Significance Of Combined Functional Nanoparticles For Enhancing Tribological Performance of PEEK Reinforced With Carbon Fibers. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 12, 400-413. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2017.09.002>
- [29] Zhang, G., Österle, W., Jim, B., Häusler, I., Hesse, R., Wetzels, B. (2016). The Role Of Surface Topography In The Evolving Microstructure And Functionality Of Tribofilms Of An Epoxy-Based Nanocomposite, *Wear*, 364–365, 48-56. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2016.06.012>
- [30] Shi, Xb., Wu, Cl., Rong, M., Czigany, T., Ruan, W., Zhang, Q. (2013). Improvement of creep resistance of polytetrafluoroethylene films by nano-inclusions. *Chinese Journal of Polymer Science*, 31, 377–387. <https://doi.org/10.1007/s10118-013-1225-8>
- [31] Raji, M., Abdellaoui, H., Essabir, H., Kakou C.A., Bouhfid, R., Qaiss, A.E.K. (2019). Prediction Of The Cyclic Durability Of Woven-Hybrid Composites. *Durability and Life Prediction in Biocomposites, Fibre-Reinforced Composites and Hybrid Composites* (27-62). Woodhead Publishing. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-102290-0.00003-9>
- [32] Boisse, P. (2015). *Advances In Composites Manufacturing and Process Design*. Woodhead Publishing. <https://doi.org/10.1016/C2014-0-02644-5>
- [33] Composites One. Autoclave. <https://www.compositesone.com/process/autoclave/> adresinden 5 Mayıs 2023 tarihinde alınmıştır.
- [34] Strong, A. B.. (2008). *Fundamentals of Composites Manufacturing: Materials, Methods and Applications* (2. Baskı), Society Of Manufacturing Engineers.
- [35] Advani, S.G., Hsiao, K.T. (2012). *Manufacturing Techniques for Polymer Matrix Composites (PMCs)* (1.Baskı). Woodhead Publishing.
- [36] Bardakçı, R. (2020). *Ortasında Eliptik Yarık Bulunan Cam-Karbon/Epoksi Hibrit Kompozit Plakların Burkulma Davranışının İncelenmesi* [Yüksek Lisans Tezi]. Batman Üniversitesi.
- [37] Teknik Tekstil. Kompozit Üretim Yöntemleri. <http://teknikteknik.blogspot.com/p/kompozit-uretim-yontemleri.html> adresinden 5 Mayıs 2023 tarihinde alınmıştır.
- [38] Alsbaaie, Y.A.Y. (2022). *Investigation Of Mechanical And Tribological Behaviors Of Carbon/Glass Fiber Reinforced Hybrid Epoxy Composites* [Yüksek Lisans Tezi]. Karabük Üniversitesi.
- [39] Soukane, S., Trochu, F. (2006). Application of The Level Set Method To The Simulation of Resin Transfer Molding. *Composites Science and Technology*, 66 (7-8), 1067-1080. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2005.03.001>
- [40] Becenen, N. (2008). *Traktör Kaportalarında Kullanılan Plastik Matrisli Kompozit Malzemelerin Yapısal Özelliklerinin İyileştirilmesi Üzerine Bir Araştırma* [Doktora Tezi]. Namık Kemal Üniversitesi.

- [41] Durgun, İ. (2014, Mayıs, 26-27). Vakum İnfüzyon Yöntemi İle Kompozit Parça Üretimi. *OTEKON'14, 7. Otomotiv Teknolojileri Kongresi*, Bursa, Türkiye.
- [42] Çağar, P.K, Doğru A., Yalkın H.E. (2016, Eylül, 28-30). Polimer Matrisli Kompozit Malzemelerin Vakum İnfüzyon Yöntemi İle Üretimi Ve Ürünlerin Tahribatsız Muayenesi, VI. Ulusal Havacılık Ve Uzay Konferansı, Kocaeli, Türkiye.
- [43] Easy Composites. (2016). Guide to Resin Infusion. Easy Composite <https://media.easycomposites.co.uk/datasheets/EC-TDS-Guide-to-Resin-Infusion.pdf> adresinden 5 Mayıs 2023 tarihinde alınmıştır.
- [44] Hirsch A. (2010). The Era of Carbon Allotropes. *Nature Materials*, 9(11):868-871. <http://dx.doi.org/10.1038/nmat2885>
- [45] Falcao, E.H., Wudl, F. (2010) Carbon Allotropes: Beyond Graphite and Diamond. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, 82, 524-531. <https://doi.org/10.1038/nmat2885>
- [46] Yan, Q., Gozin, M., Zhao, F., Cohen, A., Pang, P. (2016). Highly energetic compositions based on functionalized carbon nanomaterials. *Nanoscale*, 8, 4799-4851. <http://dx.doi.org/10.1039/C5NR07855E>
- [47] Prasek, J., Drbohlavova, J., Chomoucka, J., Hubalek, J., Jasek, O., Adam, V., & Kizek, R. (2013). Chemical Vapor Depositions For Carbon Nanotubes Synthesis. *Carbon Nanotubes: Synthesis and Properties* (1.Baskı, 87-106) Nova Science.
- [48] Yakobson, B. I., Smalley, R. E. (1997). Fullerene Nanotubes: C 1,000,000 and Beyond: Some unusual new molecules—long, hollow fibers with tantalizing electronic and mechanical properties—have joined diamonds and graphite in the carbon family. *American Scientist*, 85(4), 324–337.
- [49] Ellis, S.B. (2014). *Fullerenes : Chemistry, Natural Sources And Technological Applications* (1.Baskı). Nova Science Publishers.
- [50] Mishra, A.K. (2013). An Introductory Note on Carbon Nanotubes, *Carbon Nanotubes: Synthesis and Properties* (1.Baskı, 5-6). Nova Science.
- [51] Niyogi, S., Hamon, M. A., Hu, H., Zhao, B., Bhowmik, P., Sen, R., Itkis, M.E., Haddon, R. C. (2002). Chemistry of Single-Walled Carbon Nanotubes. *Accounts of Chemical Research*, 35(12), 1105–1113. doi:10.1021/ar010155r
- [52] Chung, D.D.L. (2002). Review Graphite. *Journal of Materials Science*, 37, 1475–1489. <https://doi.org/10.1023/A:1014915307738>
- [53] Jiat, L.X., Hiew, B.Y.Z., Lai, K.C.L., Lee, L.Y., Gan, S., Gopakumar, A.T., Rigby, S. (2018). Review on graphene and its derivatives: Synthesis methods and potential industrial implementation. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 98, 163-180. 10.1016/j.jtice.2018.10.028
- [54] Yang, W., Zhao, Q., Xin, L., Qiao, J., Zou, J., Shao, P., ... Wu, G. (2018). Microstructure and mechanical properties of graphene nanoplates reinforced pure Al matrix composites prepared by pressure infiltration method. *Journal of Alloys and Compounds*, 732, 748–758. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.10.283>

- [55] Raja, G.M., Vasanthanathan, A., Selvabharathi, R. (2023). Effect of one-step dipping coating process on microstructure and tribology of polypropylene/graphene oxide/carbon nanotube nanocomposites. *Iran Polymer Journal*, 32, 739–748. <https://doi.org/10.1007/s13726-023-01161-0>
- [56] Edwards, R. S., Coleman, K. S. (2013). Graphene synthesis: relationship to applications. *Nanoscale*, 5(1), 38–51. <https://doi.org/10.1039/C2NR32629A>
- [57] Stankovich, S., Dikin, D. A., Piner, R. D., Kohlhaas, K. A., Kleinhammes, A., Jia, Y., Wu, Y., Nguyen, S. T., Ruoff, R. S. (2007). Synthesis of graphene-based nanosheets via chemical reduction of exfoliated graphite oxide. *Carbon*, 45(7), 1558–1565. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2007.02.034>
- [58] Cai, M., Thorpe, D., Adamson, D. H., Schniepp, H. C. (2012). Methods of graphite exfoliation. *Journal of Materials Chemistry*, 22(48), 24992–25002. <https://doi.org/10.1039/C2JM34517J>
- [59] Ciesielski, A., Samori, P. (2014). Graphene via sonication assisted liquid-phase exfoliation. *Chemical Society Reviews*, 43(1), 381–398. <https://doi.org/10.1039/C3CS60217F>
- [60] Mattevi, C., Kim, H., Chhowalla, M. (2011). A review of chemical vapour deposition of graphene on copper. *Journal of Materials Chemistry*, 21(10), 3324–3334. <https://doi.org/10.1039/C0JM02126A>
- [61] Brownson, D. A. C., Banks, C. E. (2012). The electrochemistry of CVD graphene: progress and prospects. *Physical Chemistry Chemical Physics*, 14(23), 8264–8281. <https://doi.org/10.1039/C2CP40225D>
- [62] Mishra, N., Boeckl, J., Motta, N., & Iacopi, F. (2016). Graphene growth on silicon carbide: A review. *Physica Status Solidi A*, 213(9), 2277–2289. <https://doi.org/10.1002/pssa.201600091>
- [63] Dato, A., Frenklach, M. (2010). Substrate-free microwave synthesis of graphene: Experimental conditions and hydrocarbon precursors. *New Journal of Physics*, 12(12), 125013. <http://dx.doi.org/10.1088/1367-2630/12/12/125013>
- [64] Khedkar, J., Negulescu, I., Meletis, E. I. (2002). Sliding wear behavior of PTFE composites. *Wear*, 252(5-6), 361–369. [https://doi.org/10.1016/S0043-1648\(01\)00859-6](https://doi.org/10.1016/S0043-1648(01)00859-6)
- [65] Dhanumalayan, E., Joshi, G.M. (2018). Performance properties and applications of polytetrafluoroethylene (PTFE)—a review. *Advanced Composites and Hybrid Materials*, 1, 247–268. <https://doi.org/10.1007/s42114-018-0023-8>
- [66] Düzenli, E. D. (2021). *PTFE, FEP, PFA Gibi Florlu Polimerlerin Metalik Yüzeylere Kaplanması; Yapışmazlık, Aşınma, Korozyon Ve Çizilme Özelliklerinin İncelenmesi* [Yüksek Lisans Tezi]. Sakarya Uygulamalı Bilimler Üniversitesi.
- [67] Aktürk, S. B. (2021). *Increasing The Corrosion Resistance of Galvanized Low Carbon Steels With Graphene Reinforced Polymer Coatings* [Yüksek Lisans Tezi]. Gebze Teknik Üniversitesi.
- [68] Al-Owaidi, M. J. A. (2023). *Anticorrosive Hybrid Nanocomposite Coating By The Sol-Gel Process* [Yüksek Lisans Tezi]. Karabük Üniversitesi.

- [69] Leblebici, Y. , Yüzer, H., Emrulloğlu, Ö. F. (2000). Sol-Jel Metodu ile Mikronaltı İncelikte Alümina Üretimi. *Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Ve Mühendislik Bilimleri Dergisi* , 2 (1) , 1-12.
- [70] Skaarup, S., West, K., Zachau-Christiansen, B., Popall, M., Kappel, J., Kron, J., Eichinger, G., Semrau, G. (1998). Towards solid state lithium batteries based on ORMOCER electrolytes. *Electrochimica Acta*, 43(10-11), 1589–1592. [https://doi.org/10.1016/S0013-4686\(97\)10058-5](https://doi.org/10.1016/S0013-4686(97)10058-5)
- [71] Phani, A. R., Passacantando, M., Santucci, S. (2007). Synthesis and characterization of hafnium oxide and hafnium aluminate ultra-thin films by a sol–gel spin coating process for microelectronic applications. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 353(5-7), 663–669. <https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2006.10.041>
- [72] Özler, F. B. (2007). *Titanyum Ve Alaşımlarının Sol-Jel Daldırma Yöntemiyle Yüzey Modifikasyonu* [Yüksek Lisans Tezi]. İstanbul Teknik Üniversitesi.
- [73] Li, Y., Hu, K., Han, X., Yang, Q., Xiong, Y., Bai, Y., Gou, X Cui, Y., Yuan, C., Ge, H., Chen, Y. (2016). Phase Separation of Silicon-Containing Polymer/Polystyrene Blends in Spin-Coated Films. *Langmuir*, 32(15), 3670–3678. <https://doi.org/10.1021/acs.langmuir.6b00447>
- [74] Armelao, L., Barreca, D., Moraru, B. (2003). A molecular approach to RuO₂-based thin films: sol–gel synthesis and characterisation. *Journal of non-crystalline solids*, 316(2-3), 364-371. [https://doi.org/10.1016/S0022-3093\(02\)01636-8](https://doi.org/10.1016/S0022-3093(02)01636-8)
- [75] Davis, J. R. (Ed.). (2004). Introduction to Thermal Spray Processing. *Handbook of Thermal Spray Technology* (1. Baskı, ss. 3-13). ASM international.
- [76] Bhatia, A. (1999). Thermal spraying technology and applications. *Continuing Education and Development, Inc.*
- [77] Tekin, E. , Uyum, S. , Karahan, B. , Tekin, K. C. , Malayoğlu, U. (2021). Soğuk Püskürtme Teknolojisi ve Uygulamaları . *Mühendis ve Makina* , 62 (702) , 106-150 . DOI : 10.46399/muhendismakina.798947
- [78] Sinha, S. K., Briscoe, B. J. (2009). Adhesion and Friction of Polymers. *Polymer Tribology* (ss. 3-33). Imperial College Press.
- [79] Harris, K. L., Pitenis, A. A., Sawyer, W. G., Krick, B. A., Blackman, G. S., Kasprzak, D. J., Junk, C. P. (2015). PTFE tribology and the role of mechanochemistry in the development of protective surface films. *Macromolecules*, 48(11), 3739-3745. <https://doi.org/10.1021/acs.macromol.5b00452>
- [80] Biswas, S. K., & Vijayan, K. (1992). Friction and wear of PTFE — a review. *Wear*, 158(1-2), 193–211. [https://doi.org/10.1016/0043-1648\(92\)90039-B](https://doi.org/10.1016/0043-1648(92)90039-B)
- [81] Nemati, N., Emamy, M., Yau, S., Kim, J.-K., Kim, D.-E. (2016). High temperature friction and wear properties of graphene oxide/polytetrafluoroethylene composite coatings deposited on stainless steel. *RSC Advances*, 6(7), 5977–5987. <https://doi.org/10.1039/C5RA23509J>

- [82] Goldstein, J. I., Newbury, D. E., Michael, J. R., Ritchie, N. W., Scott, J. H. J., & Joy, D. C. (2017). Electron Beam- Specimen Intractions : Interaction Volume Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis (4. Baskı, 1-14). Springer.
- [83] Girão, A. V., Caputo, G., Ferro, M. C. (2017). Application of Scanning Electron Microscopy–Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (SEM-EDS). *Comprehensive Analytical Chemistry* (75, 153-168). <https://doi.org/10.1016/bs.coac.2016.10.002>
- [84] Suryanarayana, C., Norton, M. G. (1998). X-Rays and Diffraction. *X-Ray Diffraction A Practical Approach* (3-18). Springer Science+Business Media, LLC. https://doi.org/10.1007/978-1-4899-0148-4_1
- [85] Khan, S. A., Khan, S. B., Khan, L. U., Farooq, A., Akhtar, K., Asiri, A. M. (2018). Fourier transform infrared spectroscopy: fundamentals and application in functional groups and nanomaterials characterization. *Handbook of materials characterization*, (1. Baskı, 317-344), Springer.
- [86] Marmur, A., Della Volpe, C., Siboni, S., Amirfazli, A., Drelich, J. W. (2017). Contact angles and wettability: towards common and accurate terminology. *Surface Innovations*, 5(1), 3–8. <https://doi.org/10.1680/jsuin.17.00002>
- [87] Majeed, B. K. (2019). *Analysis Of Polymeric Composite Materials For Frictional Wear Resistance Purposes* [Yüksek Lisans Tezi]. Altınbaş Üniversitesi.
- [88] Zhao, B., Bai, T. (2019). Improving the tribological performance of epoxy coatings by the synergistic effect between dehydrated ethylenediamine modified graphene and polytetrafluoroethylene. *Carbon*, 144, 481-491. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2018.12.092>
- [89] Bandeira, P., Monteiro, J., Baptista, A. M., Magalhães, F. D. (2015). Tribological Performance of PTFE-based Coating Modified with Microencapsulated [HMIM][NTf2] Ionic Liquid. *Tribology Letters*, 59(1), 2-15. <https://doi.org/10.1007/s11249-015-0545-y>



ÖZGEÇMİŞ

Ad-Soyad : Merve YILMAZ

ÖĞRENİM DURUMU:

- **Lisans** : 2018, Karabük Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği
- **Yüksek lisans** : Devam ediyor, Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği

MESLEKİ DENEYİM:

- 2018-2019 yılları arasında Mitaş Endüstri’de satış mühendisi olarak çalıştı.
- 2020-2021 yılları arasında Yavuzlar Alüminyum’da üretim mühendisi olarak çalıştı.
- 2021 yılından itibaren Kalibre Boru’da planlama mühendisi olarak devam ediyor.

TEZDEN TÜRETİLEN ESERLER:

- Şen, Ş., Yılmaz, M. 2021. Modifiye Edilmiş Grafen Oksit Ve Çeşitli Katkı Malzemeler İle Epoksi Esaslı Polimer Kompozit Kaplamanın Üretimi, Efis Uluslararası Öğrenci Sempozyumu, 5, 339