



**POLİMER MATRİSLİ KOMPOZİT ÜRÜN
ÖZELLİKLERİNE SERAMİK ATIKLARIN VE
FONKSİYONEL KAPLAMA MALZEMESİ
UYGULAMASININ ETKİSİNİN ARAŞTIRILMASI**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

HALİL HİNDİ

**MERSİN ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ
ANABİLİM DALI**

**MERSİN
OCAK - 2024**

**POLİMER MATRİSLİ KOMPOZİT ÜRÜN ÖZELLİKLERİNE
SERAMİK ATIKLARIN VE FONKSİYONEL KAPLAMA
MALZEMESİ UYGULAMASININ ETKİSİNİN
ARAŞTIRILMASI**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**HALİL HİNDİ
ORCID ID: 0000-0002-0940-2271**

**MERSİN ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ
ANABİLİM DALI**

**DANIŞMAN
Doç. Dr. GÖKHAN AÇIKBAŞ
ORCID ID: 0000-0002-5695-3658**

**MERSİN
OCAK - 2024**

ÖZET

POLİMER MATRİSLİ KOMPOZİT ÜRÜN ÖZELLİKLERİNE SERAMİK ATIKLARIN VE FONKSİYONEL KAPLAMA MALZEMESİ UYGULAMASININ ETKİSİNİN ARAŞTIRILMASI

Polimer matrisli kompozitler sunmuş oldukları üstün özellikleri nedeniyle uygulama alanı bulduğu sektörlerde cazibesi artan malzemeler olarak karşımıza çıkmaktadır. Polimer matrisli kompozitler yapısı itibarı ile farklı dolgu fazlarını yapısında barındırabilen malzemelerdir. Bu dolgu fazları endüstriyel üretimi olan ticari bir malzeme olabileceği gibi bir atık malzemede olabilmektedir. Günümüzde azalan doğal kaynaklar yada artan endüstriyel maliyetler nedeniyle firmaların kendi atıklarını kendi için kullanarak yok etmesi yada farklı bir endüstri için yarı mamul olarak sunması gelecek nesiller ve çevremiz adına atılabilecek önemli adımlardan biridir. Aynı zamanda bu tür ürün yüzeylerinin fonksiyonelliğini arttıracak çalışmalar yaparak katma değerlerinin artırılması firmalar ve ülkemiz adına yaratacağı katma değer nedeniyle de oldukça önemlidir. Bu çalışmada seramik sağlık gereci üretimi yapan bir firmanın atıkları kullanılarak optimum fiziko-mekanik, ve döküm özelliklerine sahip maliyeti azaltılmış bir kompozit yapı geliştirilmiştir. Geliştirilen kompozit yüzeyi hidrofobik özellik gösteren ticari bir polimerik solüsyon ve mikro/nano çinko oksit tozunun bu solüsyona ilave edilmesiyle oluşan karışım ile kaplanmıştır. Uygulanan kaplamaların yüzey pürüzlülüğüne, temas açısına ve yüzey enerjisine etkileri incelenmiştir. Yapılan çalışma neticesinde ağ. %50 seramik faz içerikli ve 90 µm altı boyutunda katkı içeren KT2 reçetesinin en iyi fiziko-mekanik ve döküm özelliklerine sahip olduğu görülmüştür. Bu ürün yüzeyleri 2500 SiC zımpara kağıdı kullanılarak parlatılmış sonrasında farklı yüzey pürüzlülükleri elde etmek için yüzeyler 600 ve 1200'lük SiC zımpara kağıtları kullanılarak aşındırılmıştır. Hazırlanan altıkların hidrofobik polimer malzeme ve mikro/nano çinko oksit ilaveli hidrofobik kaplama malzemesi ile kaplanması sonucunda en yüksek temas açısı mikro çinko oksit tozu ilaveli kaplama sonrası 157,8 lik temas açısı ile elde edilmiştir.

Anahtar kelimeler: Kolay temizlenebilir yüzeyler, Süperhidrofobik, Seramik, Nilüfer çiçeği.

Danışman: Doç. Dr. Gökhan AÇIKBAŞ, Mersin Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı, Mersin

ABSTRACT

INVESTIGATION OF THE EFFECT OF DETERIORATION OF CERAMIC WASTES AND FUNCTIONAL COATING MATERIALS ON POLYMER MATRIX COMPOSITE PRODUCT PROPERTIES

Polymer matrix composites are becoming more appealing in several industries because of their exceptional features. Polymer matrix composites are materials that possess a structure capable of accommodating various filling phases. These filler phases can be either commercially manufactured materials or discarded waste materials. Today, in response to diminishing natural resources and rising industrial expenses, it is crucial for companies to manage their waste by either reusing it internally or repurposing it as intermediate goods for other industries. This approach is vital for the well-being of future generations and the preservation of our environment. Meanwhile, it is crucial to enhance the added value of these product surfaces by conducting studies that will augment their functionality. This is significant because it will generate more benefit for companies and our country as a whole. This study aimed to construct a cost-effective composite structure with optimal physico-mechanical and casting qualities. The waste material from a ceramic sanitary ware production company was utilized in the process. The composite surface that was created was covered with a mixture consisting of a commercially available polymeric solution with hydrophobic characteristics, along with micro/nano zinc oxide powder that was added to this solution. An analysis was conducted to assess the influence of the coatings applied on the surface roughness, contact angle, and surface energy. The analysis revealed that the KT2 recipe, comprising 50% ceramic phase content and additives with a size less than 90 μm , had superior physico-mechanical and casting capabilities. The surfaces of this product underwent a polishing process using 2500 SiC sandpaper, followed by an abrasion process using 600 and 1200 SiC sandpaper to achieve varying levels of surface roughness. As a result of coating the prepared substrates with hydrophobic polymer material and hydrophobic coating material with micro/nano zinc oxide addition, the highest contact angle was obtained with a contact angle of 157.8 after coating with micro zinc oxide powder.

Keywords: Easy to clean surfaces, Superhydrophobic, Ceramics, Lotus flower.

Advisor: Assoc. Dr. Gökhan AÇIKBAŞ, Mersin University, Department of Metallurgical and Materials Engineering, Mersin.

TEŐEKKÜR

Tez alıőmalarımın her aőamasında fikirleriyle yön veren daha fazla konuda bilgi ve tecrübe sahibi olmamı saęlayan, her konuda desteęini gördüęüm Deęerli danıőman hocam Do. Dr. Gökhan AIKBAŐ'a, deęerli yorum ve tecrübelerini paylaőtıęı için sonsuz teőekkürler...

Bu tez alıőması, Mersin Üniversitesi Bilimsel Araőtırma Projeleri Birimi tarafından 2022-1-TP2-4574 numaralı proje ile desteklenmiőtir.



İÇİNDEKİLER

	Sayfa
İÇ KAPAK	i
ONAY	ii
ETİK BEYAN	iii
ÖZET	iv
ABSTRACT	v
TEŞEKKÜR	vi
İÇİNDEKİLER	vii
TABLolar DİZİNİ	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ	x
SİMGELER VE KISALTMALAR	xi
1. GİRİŞ	1
2. KAYNAK ARAŞTIRMALARI	5
2.1. Polimer Matrisli Kompozit Malzemeler	5
2.2. Polimer Matrisli Kompozitlerin Üretimi	5
2.2.1. Elle Yatırma (hand lay-up) Yöntemi	5
2.2.1.1. Kalıplar	6
2.2.1.2. Ayırıcı Film/Katman	6
2.2.1.3. Yüzey Keçe Katmanı	7
2.2.1.4. Katmanlar	7
2.2.1.5. Avantajları	7
2.2.1.6. Limitleri	7
2.2.2. Spreyleme/Püskürtme Yöntemi	8
2.2.3. Otoklav ile Kalıplama Yöntemi	9
2.2.4. Elyaf Sarma Yöntemi	10
2.2.4.1. Takviye Elemanları	10
2.2.4.2. Matris malzemeleri	10
2.2.4.3. Avantajlar	11
2.2.4.4. Limitler	11
3. MATERYAL ve YÖNTEM	12
3.1. Kullanılan Malzemeler ve Metot	12
3.1.1. Kompozit Reçetelerinin Hazırlanması	12
3.1.2. Polyester ve Kompozit Reçete Yüzeylerin Kaplanması	14
3.1.3. Kompozit Reçete Yüzeylerinin Nano ve Mikro Çinko İçerikli Solüsyon ile Kaplanması	14
3.2. Kompozit Ürünlerine Uygulanan Test ve Analizler	15
3.2.1. Mekanik Testler	15
3.2.1.1. Sertlik Testi	15
3.2.1.2. Eğme Testi	15
3.2.1.3. Eğmede Elastik Modül Testi	15
3.2.1.4. Darbe Testi	16
3.2.2. Fiziksel Testler	16
3.2.2.1. Bulk(Yığın) Yoğunluk	16
3.2.2.2. Teorik Yoğunluk ve % Teorik Yoğunluk	16
3.2.2.3. % Toplam Porozite	16
3.2.2.4. Temas Açısı ve Yüzey Enerjisi	17
3.2.2.5. He- Gaz Piknometresi ile Gerçek Yoğunluk Ölçümü	17
3.2.3. Mineralojik, Kimyasal ve Mikroyapı Analizleri	17
3.2.3.1. SEM (SE, BSE, EDX)	17
3.2.3.2. XRD	17
3.2.3.3. XRF/EDX	18
3.2.3.4. Optik Profilometre	18

	Sayfa
4. BULGULAR ve TARTIŞMA	19
4.1. Başlangıç Malzemelerinin İncelenmesi	19
4.2. Kompozit Ürünlerin Fiziksel Özellikleri	23
4.3. Kompozit Ürünlerin Mekanik Özellikleri	24
4.4. Kompozit Numunelerin Mikroyapısal İncelemesi	25
4.5. Polyester ve Kompozit Yüzeylerin Kaplanması ve Yüzey Temas Açılarının, Yüzey Enerjilerinin ve Yüzey Morfolojilerinin Belirlenmesi	27
4.6. Kompozit Yüzeylerin Mikro ve Nano ZnO ilaveli Polimerik Kaplama Malzemesi ile Kaplanması, Yüzey Morfolojilerinin, Yüzey Temas Açılarının ve Yüzey Enerjilerinin Belirlenmesi	30
5.SONUÇLAR ve ÖNERİLER	36
KAYNAKLAR	37
ÖZGEÇMİŞ	40



TABLULAR DİZİNİ

	Sayfa
Tablo 3.1. Dökümü yapılan reçeteler	13
Tablo 4.1. Seramik toza ait kimyasal analiz sonucu	21
Tablo 4.2. Kullanılan malzeme ve kompozitlere ait yoğunluk değerleri	23
Tablo 4.3. Saf polyester(P) ve kompozit(KT2) yüzeylere ait kodlamalar	27
Tablo 4.4. Nano ölçekli ve mikro ölçekli çinko oksit parçacıkları içeren hidrofobik çözelti ile pürüzlü tek kat kaplanmış aşındırılmış kompozit yüzeylerin temas açıları ve spesifik yüzey enerjileri	33
Tablo 4.5. Nano ölçekli ve mikro ölçekli çinko oksit parçacıkları içeren hidrofobik çözelti ile pürüzlü çift kat kaplanmış aşındırılmış kompozit yüzeylerin temas açıları ve spesifik yüzey enerjileri	34

ŞEKİLLER DİZİNİ

	Sayfa
Şekil 1.1. Su damlasının lotus yaprağındaki tozu temizleyerek ilerlemesi	1
Şekil 1.2. Lotus yaprağının taramalı elektron mikroskobu görüntüsü, b) Lotus yaprağındaki su damlasının görüntüsü	2
Şekil 1.3. a) Lotus bitkisi üzerindeki damlanın küresel şekilde yuvarlanması (b) süperhidrofobik yüzeylerin üzerindeki lotus etkisi	2
Şekil 2.1. Elle yatırma yöntemi	6
Şekil 2.2. Püskürtme yöntemi	9
Şekil 2.3. Otaklav kalıplama yöntemi	9
Şekil 2.4. Elyaf sarma yöntemi	10
Şekil 3.1. Kompozit ürün hazırlama iş akış şeması	13
Şekil 4.1. Seramik atık malzemesine ait makro boyut görüntüsü	19
Şekil 1.2. Büyük boyutlu seramik toz, 300-500 µm arası elenmiş toz mikroyapısı	20
Şekil 4.3. Orta boyutlu seramik toz, 90-300 µm arası elenmiş toz mikroyapısı	20
Şekil 4.4. Küçük boyutlu seramik toz, 90 µm altı elenmiş toz mikroyapısı	21
Şekil 4.5. Seramik toza ait EDX spektrumu	22
Şekil 4.6. Seramik toza ait XRD spektrumu	22
Şekil 4.7. Hazırlanan kompozit numunelerine ait fiziksel özellikler	24
Şekil 4.8. Hazırlanan kompozit numunelerine ait mekanik özellikler	25
Şekil 4.9. Kompozit numunelere ait SEM-SE mikroyapı görüntüleri, 250x	26
Şekil 4.10. Saf polyester (P) ve kompozit (KT2) yüzeylere ait temas açıları ve yüzey enerjileri	28
Şekil 4.11. Saf polyestere ait a) 2500 disk ile parlatma sonrası düz yüzey görüntüsü b) 600 disk ile aşındırma sonrası pürüzlü yüzey görüntüsü, kompozit yüzeye ait, c) 2500 disk ile parlatma sonrası düz yüzey görüntüsü, d) 600 disk ile aşındırma sonrası pürüzlü yüzey görüntüsü	29
Şekil 4.12. Kompozit yüzeyine ait, a) 2500 disk ile parlatma sonrası düz yüzey görüntüsü b) 600 disk ile aşındırma sonrası pürüzlü yüzey görüntüsü	29
Şekil 4.13. 2500 ve 600 lük zımpara diski sonrası kompozit yüzey optik profilometre görüntüleri ve pürüzlülük sonuçları	30
Şekil 4.14. Çinko oksit tozlarına ait SEM-SE görüntüleri (a) Nano ZnO, (b) Mikro ZnO	31
Şekil 4.15. Tek ve çift kaplama yapılmış nano ZnO içerikli kompozit yüzeyin SEM-BSE kesit görüntüsü	31
Şekil 4.16. 600 zımpara ile işlem görmüş, tek tabaka hidrofobik polimer malzeme ile kaplanmış yüzeyler, (a,b) nano çinko oksit içeren, (c,d) mikro çinko oksit içeren	32
Şekil 4.17. 600 zımpara ile işlem görmüş, çift tabaka hidrofobik polimer malzeme ile kaplanmış yüzeyler, (a,b) nano çinko oksit içeren, (c,d) mikro çinko oksit içeren	33
Şekil 4.18. Tek ve çift katmanlı çözelti ile kaplanmış kompozit yüzeylerin tipik bir 3 boyutlu optik profilometre görüntüleri ve pürüzlülük sonuçları, (a) tek, (b) çift katmanlı nano ZnO katkılı çözelti, (c) tek, (d) çift katmanlı mikro ZnO katkılı çözüm	35

SİMGELER VE KISALTMALAR

Kısaltma/Simge	Tanım
EDX/EDS	Enerji Saçınımlı X-ışınları Spektrometresi
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
SEM-SE	Taramalı Elektron Mikroskobu İkincil Elektron Detektörü
SEM-BSE	Taramalı Elektron Mikroskobu Geri Yansıyan Elektron Detektörü
UPR	Doymamış Polyester Reçine
XRD	X-Işınları Saçınım Cihazı
XRF	X-ışınları Floresans Spektrometresi



1.GİRİŞ

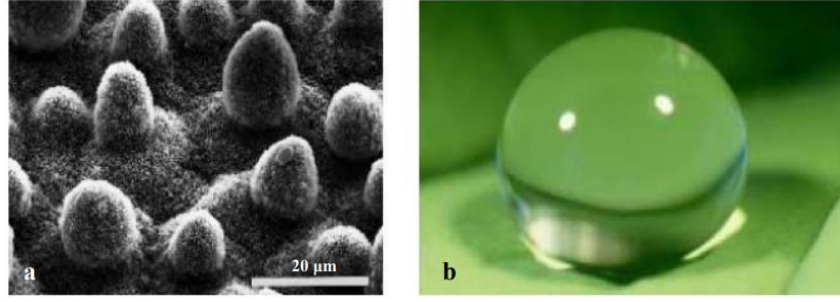
Süperhidrofobik yüzeylerin su damlası ile yaptığı temas açısı 150°'ye büyüktür. Süperhidrofobik olan malzemeler doğal hidrofobik malzemelerden üretilir. Bu doğal hidrofobik malzemelerden üretilen süperhidrofobik yüzeyler, sanayide ve günlük hayatta birçok uygulama alanlarında kullanılmaktadır. Bu uygulama alanlarına örnek verecek olursak buğu yapmayan aynalar, sıvı geçirmeyen mobil telefonlar, uçak kanatları ve tekstil alanı ürünleri gibi çok farklı alanlar verilebilir. Bir bitki olan nilüfer çiçeği yaprağına ve salyangoz kabuklarına baktığımızda süperhidrofobik yüzeylerin davranışlarını görebiliriz.

Lotus çiçeği süperhidrofobik yüzeylerin en büyük örneklerinden birtanesidir. Su bitkisi olan Nilüfer çiçeğinin yaprakları kontamine olduğunda bile kendi kendine temizlenmesinden dolayı bu etki nedeniyle bu bitki temizliğin simgesi olarak bilinmektedir. Lotus etkisi gösteren bir malzeme yüzeyleri için süperhidrofobik diyebiliriz. Bu yüzeylerin temas açısının 150°'ye yüksek olması gerekmektedir. Süperhidrofobik yüzeylerin, yüzeyin kendi kendini temizleme özelliği bulunduğu için yüzeydeki kirlilikleri temizler.

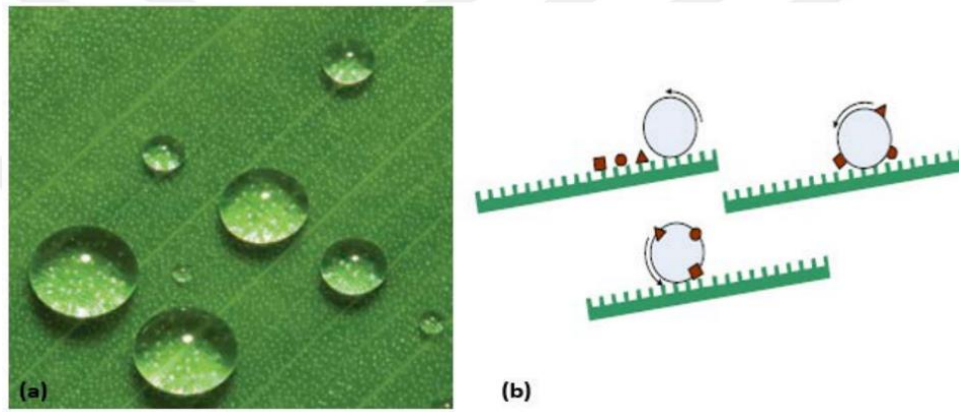


Şekil 1.1. Su damlasının lotus(nilüfer) yaprağındaki tozu temizleyerek ilerlemesi

Nilüfer bitkisinin yapraklarının yüzeyi ince bir vaks tabakası ile kaplanmış olup ve sahip olduğu epidermal hücreler nedeniyle de pürüzlü bir yüzeye sahiptir(Şekil 1.2). Bu nedenle, nilüfer çiçeğinin yaprakları yüzeyinde bulunan su damlaları ile temasını en düşük seviyeye tutar. Bu durum nedeniyle su damlaları yaprak yüzeyinde küresele yakın bir le sahip olurki,bu durum su damlalarının yaprak yüzeyinde dönerek kayar ve önünde bulunduğu kirleri de temizleyerek yaprak yüzeyinden uzaklaştırır(Şekil 1.3).



Şekil 1.2. Lotus yaprağının taramalı elektron mikroskobu görüntüsü, b) Lotus yaprağındaki su damlasının görüntüsü



Şekil 1.3. a) Lotus bitkisi üzerindeki damlanın küresel şekilde yuvarlanması (b) süperhidrofobik yüzeylerin üzerindeki lotus etkisi

Kendi kendini temizleme özelliğine sahip süperhidrofobik bir yüzeyin üretim prensibi oldukça basittir. Bunun için yüzeyin uygun pürüzlülükte olması ve yüzeyinin düşük enerjili olması yeterlidir. Yüzey pürüzlülüğü, kayarak dönme hareketi için gerekli eğim kriterlerini yerine getirmeli ve düşük enerjili yüzey, Young temas açısı ile bağlantılı olmalıdır

Polimer kompozit malzemelerde en yaygın kullanılan matris malzemelerinden biri doymamış polyester reçinedir (UPR). Kürlenmiş modifiye edilmemiş UPR tipik olarak zayıf mukavemete ve kopma uzamasına sahiptir ve stres çatlamasına ve kırılmaya eğilimlidir (Kramer, 2016). Gerekli nitelikleri elde etmek için seramik takviye eklenir veya ikinci bir polimerik faz dahil edilir. Doymamış bir polyester reçineye seramik bir faz eklemek, istenen özellikleri elde etmek için özellikle çekici bir tekniktir. Teorik olarak, bu malzemelerin termoset UPR matrisine dahil edilmesi fiziko-mekanik nitelikleri artırabilir. Bu nedenle, polyester matrisli kompozitler inşaat, sıhhi tesisat, biyomedikal, denizcilik, havacılık ve otomotiv endüstrilerindeki yüksek performanslı bileşenlerde yaygın olarak kullanılmaktadır (Beaumont ve ark., 2018).

Seramik takviyeli polimer matrisli kompozitler, seramiğe göre daha yüksek darbe direnci, keskin kenarlı olmayan kırılma morfolojisi, daha kolay elde edilebilen fonksiyonel özellikler (anti-bakteriyel, fosforlu, kolay temizlenebilir, vb.) ve çok daha düşük sıcaklıklarda üretilebilme (ekzotermik reaksiyon), ince kesitli, hafif ve estetik ürünler elde etme gibi avantajları nedeniyle son zamanlarda sıhhi

tesisatlarda öne çıkmıştır (Acıkbaş ve ark., 2017). Bununla birlikte, takviye kullanmak seramik takviyeli polimer matrisli kompozit malzemeleri hidrofilik yapma dezavantajına sahiptir ve bu da kir tutma, kolay lekelenme vb. gibi olumsuz etkilere neden olur.

Yüzeylere hidrofobiklik kazandırmak bir çözüm gibi görünmektedir. Süperhidrofobik yüzeyler hazırlamak için birçok araştırma yöntemi kullanılmıştır (Açıkbaş ve ark., 2021; Nakajima ve ark., 2000). Yüksek su temas açıları ($>150^\circ$) ve düşük kayma açıları ($<10^\circ$) süperhidrofobik ve kendi kendini temizleyen yüzeylerin özellikleridir (Açıkbaş ve ark., 2021). Mikro ve nanoskopik yüzey yapılarının (hijerarşik yapılar) neden olduğu yüzeye düşük yapışma nedeniyle, bu ıslatma davranışı "Lotus etkisi" olarak da bilinir ve bu da kirlilik partiküllerinin yuvarlanan su damlacıkları tarafından ortadan kaldırılmasıyla sonuçlanır. Hijerarşik yapıların neden olduğu artan yüzey pürüzlülüğü ile artan temas açısı arasındaki ilişki ortaya konmuştur. Bununla birlikte, UPR'nin hidrofobik doğası nedeniyle, bu yüzeylerin hidrofobik çözelti ile kaplanması hala bir zorluktur. Polyester matrisli kompozitler üzerinde süperhidrofobiklik elde etmek için literatürde birkaç çalışma bulunmaktadır (Wei ve ark., 2010). Hidrofobik bir polyester yüzeyine hidrofobik bir kaplama uygulanırken kaplanacak yüzeyin yüzey modifikasyonu kritik öneme sahiptir. UV ışınlama, plazma ön işlemi veya kimyasal hidroliz işlemleri, pürüzlülüğü, spesifik yüzey alanını ve ıslanabilirliği artırarak kaplama performansını iyileştirmek için kullanılan yöntemlerdir (Attar ve ark., 2022; Adeakin ve ark., 2022).

Süperhidrofobik yüzeyler oluşturmak için, hijerarşik yüzey yapılarının tasarımı üzerine yapılan araştırmalar, temel olarak çok çeşitli malzeme kombinasyonlarının ve kaplama stratejilerinin kullanılmasına odaklanmıştır. Hidrofobik özellik, yüzeyin düşük yüzey enerjili bir polimer çözeltisi ile kaplanmasıyla üretilebilir, ancak kendi kendini temizleme özelliği bu tür yöntemlerle gerçekleştirilemeyebilir (Sun ve ark., 2015). Bazı çalışmalar, hafif hidrofobik yüzeylerde indüklenen pürüzlülük yapılarına dayalı matematiksel modellerin oluşturulduğunu ve optimize edildiğini ve süper hidrofobikliğe yol açtığını göstermektedir (Patankar, 2004). Simülasyonlar, kendi kendini temizleme nitelikleri için en uygun yüzey geometrilerinin çift (veya çoklu) pürüzlülük yapıları veya ince sütunlar olduğunu göstermiştir. Teorik bir analizden sonra, bazı araştırmacılar pürüzlülük kaynaklı süperhidrofobiklik üretmek için asperitelerin geniş bir yüzey alanına sahip olması, keskin kenarlar içermemesi, yoğun bir şekilde paketlenmesi ve bir su damlacığından daha küçük olması gerektiği sonucuna varmışlardır (Nosonovsky ve ark., 2008; Nosonovsky ve ark., 2005). Li ve ark., (2010), polyester reçine bazlı kompozitlerin hidrofobikliğini artırmak için plazma bazlı prosesler kullanmış ve elde edilen yüzeylerin pürüzlülüğü 20-400 nm aralığında olmuştur. Hem CF₄-plazma ile geliştirilmiş kimyasal buhar biriktirme hem de oksijen plazma tekniklerini test etmişlerdir. CF₄-PECVD çalışmaları, doldurulmamış doymamış polyester reçinelerin hidrofobikliğini önemli ölçüde artırabildiğini göstermiştir. Bununla birlikte, kompozitlere eklenen inorganik dolgu maddesi miktarı arttığında, hidrofobiklikteki artış daha az fark edilir hale geldi ve CF₄-PECVD işleminin etkisi, dolgu maddesi miktarı %70 olduğunda esasen ihmal edilebilirdi. Bu durum, florlu filmin inorganik dolgu maddesi

bölgesinde gelişmemesine bağlanabilir. 70 mermer dolgulu kompozit için temas açısı, oksijen plazması ve OTS kendinden montajlı tek katman sentezi birleştirildiğinde 155o olmuştur.

Süperhidrofobik yüzeyler geliştirmenin bir başka yolu da lotus yaprağı yapısının biyomimikrasi ile kompozit yüzeyler üretmektir (yüzey kimyasının balmumu kristalleri ve mikro/nano pürüzlülük kombinasyonu ile ayarlanması). Kompozit yüzeyler özellikle ilgi çekicidir çünkü nano/mikro partiküllerin eklenmesi pürüzlülük sağlar ve hidrofobik çözelti yüzey serbest enerjisini ve dolayısıyla ıslanabilirliği azaltır. Bu nedenle, bu çalışmada nano ve mikro ölçekli çinko oksit (ZnO) partikülleri içeren bir polimer hidrofobik çözüldüden oluşan kompozit yapı, dokulu kompozit yüzeye uygulanmıştır. ZnO partikülleri, hiyerarşik pürüzlülük başarısı nedeniyle farklı uygulamalarda kanıtlanmış hidrofobik, antimikrobiyal ve antifouling özellikleri nedeniyle özellikle ilgi çekicidir (Açıkbaş ve ark., 2018; Naamani ve ark., 2017; Ouir ve ark., 2019). Pürüzlü bir yüzeyin hidrofobikliği, hava/su arayüzey oranının artırılmasıyla artırılabilir. Bu durumda, mikro/nano katkı maddeleri ve hava kompozit pürüzlü yüzey yapısı da filmlerin hidrofobikliğini büyük ölçüde artırabilir. Buna göre, hem düşük yüzey serbest enerjisi hem de yüksek yüzey pürüzlülüğü süper hidrofobikliğe ve kendi kendini temizleme özelliğine katkıda bulunur. Bu nedenle, matris çözeltisi olarak %10 floropolimer, %60 alkoksisisilan ve %30 etanolden oluşan ticari bir polimerik bileşim (ECC-4000) kullanılmıştır. Bu, pürüzlülük ve kimya sağlamak için mikro ve nano ölçekli çinko oksit partikülleri ile modifiye edilmiştir. Bu işlem sayesinde kompozit substrat yüzeyi süperhidrofobik hale gelmiştir. UPR yüzeyi kaplamadan önce pürüzlendirilmiştir çünkü polyester yüzeyin hidrofobik yapısı kaplama çözeltisinin yüzeye iyi tutunmayacağı anlamına gelmektedir. İşlenmiş kompozit alt tabakaların su iticilik davranışı, ZnO tozlarının boyutuna (mikro ve nano) ve kaplama kalınlığına bağlı olarak yüzey dokusuna referansla tartışılmıştır.

2. KAYNAK ARAŞTIRMALARI

2.1. Polimer Matrisli Kompozit Malzemeler

Mühendislik ve yapı alanında en etkin kullanım alanına sahip polimer matrisli kompozit malzemeler, malzeme alanında önemli bir yere sahiptir. Bu husus karbon, polietilen, aramid ve buna benzer yüksek verimli fiberlerde sağlanan gelişmeler ve bunun dışında matris maddesi olarak işlem gören polimerlerdeki yenilikler sayesinde mümkün olmuştur. Polimerlerin üretimi için basıncın ve sıcaklığın yüksek olmaması karmaşık şekilli parçaların üretimini iyi derecede kolaylaştırıyor. Sıcaklık değeri minimum derecede olması ile güçlendirici faz elemanlarında herhangi bir bozunma meydana gelmez. Polimer matrisli kompozitlerin üretimi için gerekli ekipmanlar oldukça basittir.

2.2. Polimer Matrisli Kompozitlerin Üretimi

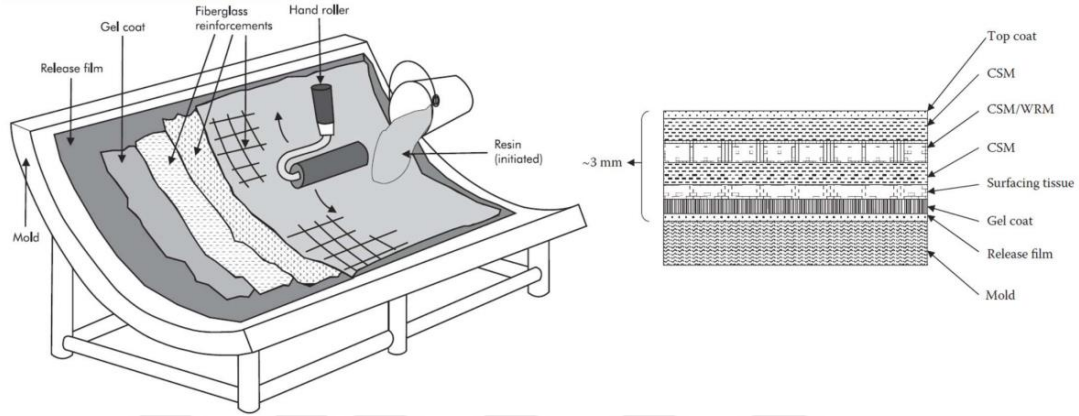
Polimer matrisli kompozit ürünler farklı teknikler kullanılarak üretimi yapılabilmektedir. Üretimi yapılacak olan kompozit parçadan istenilen niteliklere, miktarına, kalitesine ve maliyetine göre en uygun üretim yöntemi seçilebilir. Genellikle polimer matrisli kompozit üretiminde kullanılan açık kalıplama yöntemleri:

- El yatırma yöntemi
- Ektrüzyonla kalıplama yöntemi
- Hazır kalıplama yöntemleri (BMC), (SMC)
- Enjeksiyonla kalıplama yöntemi
- Spreyeme/Püskürtme yöntemi
- Reçine transfer kalıplama (RTM) yöntemi
- Torba kalıplama yöntemi
- Elyaf sarma yöntemi Kapalı kalıplama yöntemleri
- Profil çekme (pultrüzyon) yöntemi
- Savurma kalıplama yöntem

2.2.1. El Yatırma Yöntemi (Hand Lay-Up)

Bu yöntem ile özellikle fiber esaslı termoset reçineli kompozitlerin bir kalıp üzerinde el ya da el ile kullanılan aletler ile üretimin yapıldığı bir açık kalıplama yöntemidir. Üretilen kompozit ürünün yatırıldığı form kalıbın şeklini aldığı için bu yöntem temas kalıplaması olarak isimlendirilmektedir. Bu yöntem farklı tiplerdeki fiber takviye malzemeleri için kullanılabilir de sıklıkla cam elyaf/fiber takviyeli kompozitlerin malzemelerin üretiminde tercih edilmektedir. Bu üretim tekniğinde kullanılan termoset

reçineler oda sıcaklığının altında sıvı halde olmalıdır. Epoksiler, polyesterler, bazı fenolikler, furanlar, poliimidler ve silikonlar bu özelliğe sahip reçinelerdir. Bu yöntemde sadece kalıba temas eden yüzey pürüzsüz şekilde üretilebilmektedir. Dolayısıyla pürüzsüz olması istenen yüzeye göre kalıp tasarlanmalıdır.



Şekil 2.1.Elle yatırma yöntemi

2.2.1.1 Kalıplar

Alçı, ağaç, FRP gibi malzemeler ve başka bir malzeme tercih edecek olursak metal kullanılabilir. Kırılması ve çatlaması kolay olan ürünler için alçı kalıplar kullanılabilir. Ağaç kalıplarda proseden sonra yüzey temizliği yapılabilir. Şekilli parçaların üretimi ve karmaşık şekilli parçaların üretimi için FRP veya döküm ile üretilmiş epoksi kalıplar kullanılabilir. Maximum sıcaklık/basınç için metalik kalıplar kullanılabilir.

2.2.1.2 Ayrıncı Film/Katman

Kompozit üretiminde üretilen iş parçasını kalıbın yüzeyinden kolayca ayırmak için kalıp ve kompozit ürün arasına uygulanan ara bir katmandır. Düz yüzeyler yada basit şekle sahip parçalar için çok ince bir polyester film (Mylar) kullanılabilir. Karmaşık şekle sahip ürünler için ise vaks ve polivinil alkol (PVA) kullanılabilir. PVA suda çözünür ve içerisinde %15 PVA Bulunan solüsyon sünger ile uygulanır. Su buharlaşması gerçekleştiğinde kalıp PVA ile kaplanmış hale gelir.

Jel ile kaplama

Kalıp yüzeyinde yaklaşık 0.5 mm kalınlığındaki reçine katmanıdır. İyi yüzey özellikleri sağlar.

Jel ile kaplama:

- 1) Reçine kalınlığı yüksek olduğu için fiberleri, su ve kimyasal temasından korur. Bu yüzden jel kaplamanın kalınlığı önemlidir. Öyle ki reçine ince ise fiberler görülebilir, kalın ise çatlaklıklar meydana gelebilir.
- 2) Fiber kalınlığını önlemek için,
- 3) Renk, parlaklık, desen vb. yüzey özellikleri için

2.2.1.3. Yüzey Keçe Katmanı

Yüzey keçe katmanı uygulamamızın en büyük amaçlarından biri kalın reçine için kimyasallara karşı daha dirençli ve ekstra özellik kazanmamızı sağlamamızdır. Bu işlemi jel kapladıktan sonra yüzeye uygulayabiliriz. Bu uygulamada çok ince bir şekilde fiberler keçeğe bağlanmıştır.

2.2.1.4. Katmanlar

Katman parçalara kalınlığı vermek için fiberlerin reçine ile ıslatılarak oluşturduğu katmana denir. Çoğunlukla bu uygulamada kısa bir şekilde kesilmiş (CSM) kullanabiliriz. Dayanımını arttırmak için katmanlar arasına tekstil şeklinde işlenmiş fiberler uygulanabilir. Katmanlar arasında ilk olarak her zaman CSM kullanılır.

Bu uygulama için aşağıdaki şartların sağlanması gerekmektedir:

- i. Fiberler eşit bir şekilde homojen olarak kalıp yüzeyindeki açıklıklara iyi bir şekilde dolmalıdır.
- ii. Bu uygulama sırasında fiberlerin zarar görmesini önlenmelidir.
- iii. Fiber reçine hassas bir oranla belirlenmelidir. Bu katman işlendikten sonra hava kabarcığı oluşmamasına dikkat etmeliyiz. Yüzey için hazırladığımız reçineyi ruloyla birlikte yüzeye uygularız. Katman sayısı 4'ü geçer ise kürlenmeden oluşacak ekzotermik reaksiyonlardan dolayı oluşan ısı jel kaplamada çatlak gibi sorunlara yol açabilir.

2.2.1.5. Avantajları

Kolay bir yöntem olduğu için genel olarak kullanılmaktadır. Ekipmanları kullanımı yaygın ve ucuzdur. Ürünlerin boyutları ve karmaşık şekilli olması üretimi etkilemez. Kullanım alanı geniştir.

2.2.1.6. Limitleri

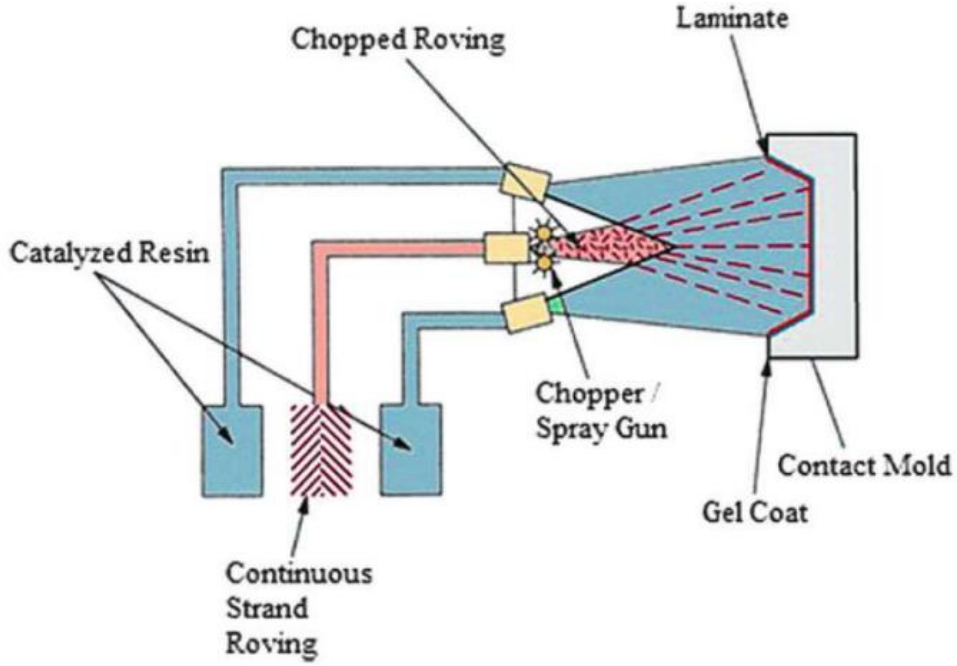
Bu yöntem emek yoğun bir işlemdir ve üretilen parçaların kalitesi üretimi yapan kişinin sahip olduğu yeteneklerine bağlıdır. Bu yöntemde her iki yüzeyi de düzgün yüzeyler üretmekte kullanılamaz.

Ayrıca küçük kompozit parçaların oldukça yüksek sayıda üretilmesi için basınçlı kalıplama gibi yöntemlerle rekabet edemez. Parçalardaki kalınlık kontrolü hassas değildir. Fiber ile reçine arasındaki karışım oranını ayarlamak oldukça güçtür.

2.2.2. Spreyeme/Püskürtme Yöntemi

Püskürtme yöntemi el yatırması ile kompozit üretim tekniğinin kısmende olsa makineleşmiş şeklidir. Uygun boyutta kesilmiş elyaf/fiberlerin takviyesinin ve reçinenin, kalıp yüzeyine aynı ayna uygulandığı bu üretim tekniğinde el yatırma yöntemine göre daha kompleks şekilde sahip parçalar üretmek mümkündür. Kalıp yüzeyine püskürtme işlemi yapıldıktan sonra oluşan hava kabarcıklarını yok etmek ve elyaf/fiberleri sıkılaştırmak amacı için metal tırtıklı bir rulo ile kalıp yüzeyine manuel bir kuvvet kullanılarak işlem yapılır. Uygulanan bu teknikte de son parçanın özellikleri üretim yapan kişinin yeteneklerine bağlıdır. Kompozit yapının, katman bileşimi ve kalınlığı, fiber-reçine oranına göre değişmektedir. Bu teknikte en fazla ağ. %35 fiber içeren kompozit parçalar elde edilebilmektedir. Bu tekniğinin kompleks ve büyük parçalı ürünlerde getirdiği düşük maliyetle üretim gibi avantajlarına ek

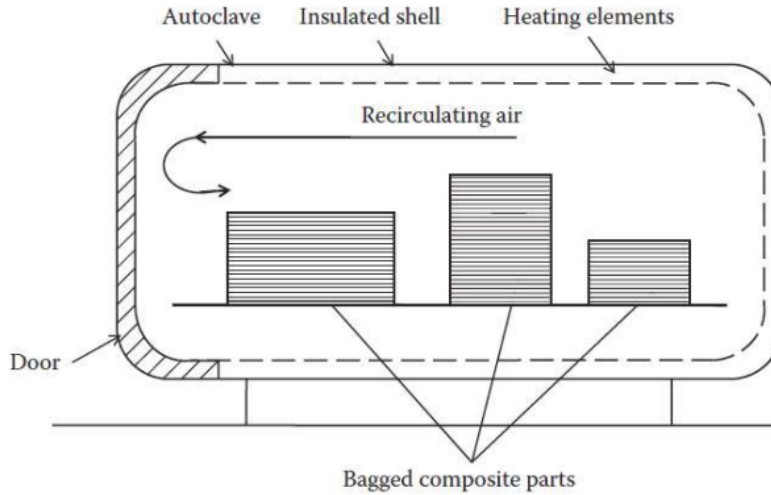
olarak, püskürtme tekniğinin bir diğer avantajı da makineleşme ile işçilik maliyetlerinin azaltılması ve işçilerin kullanılan polyeşter reçinede yer alan ve zehirli olan stiren gazından daha iyi korunmasıdır.



Şekil 2.2.Püskürtme yöntemi

2.2.3. Otoklav ile Kalıplama Yöntemi

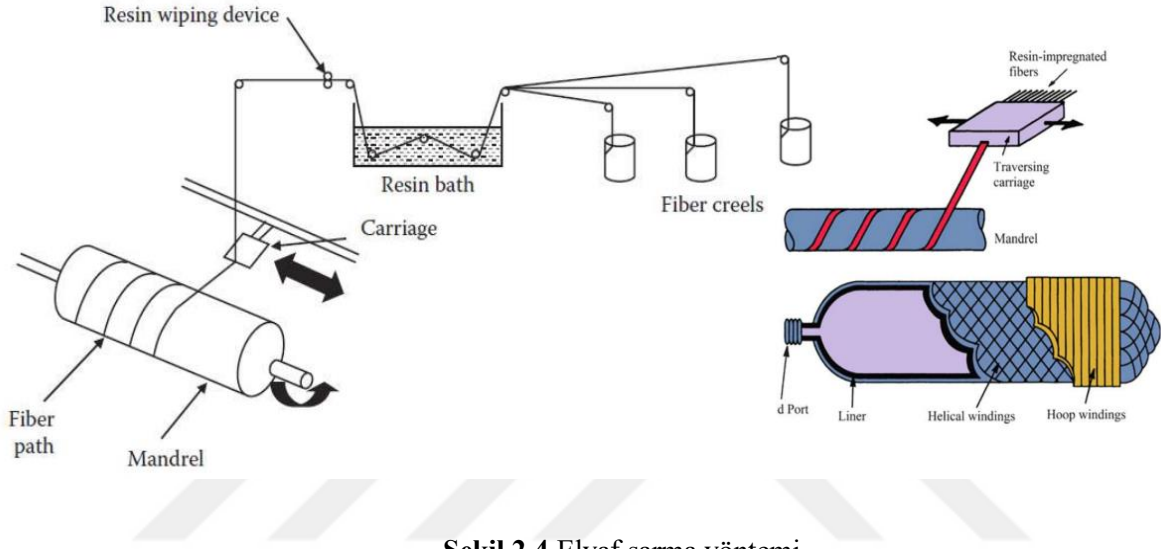
Bu teknik, yüksek basınç ve sıcaklık altında çalışan kapalı bir ortam gerektirmektedir. Simultane olarak uygulanan basınç ve sıcaklık sayesinde önceden hazırlanmış lamineler (prepreg) pekiştirilmiş olur, yapıda kalan sıkışmış hava giderilerek termoset esaslı reçine kürlenir. Bu yöntem fiber oranı %65'lere kadar çıkabilen yüksek kaliteli ürünler elde edilir.



Şekil 2.3.Otoklav kalıplama yöntemi

2.2.4. Elyaf sarma yöntemi

Bu yöntemde sürekli elyaf/fiberlerin sıvı reçine içerisinden geçirilerek ayırıcı bir katman ile kaplanmış ürün üzerine kaplama yapılan yarı otomatik kompozit üretim yöntemidir. Oldukça yüksek elyaf/fiber oranına sahip, dayanımı yüksek polimer esaslı kompozit bileşenler üretilebilir. Bu yöntemle pozitif eğime sahip küresel, konik ve silindirik parçaların üretimi yapılabilmektedir. Ayrıca, negatif eğime sahip konkav parçaların üretimi için ise termoset kütleme işlemi yapılmadan önce basınç ile şekillendirme yapılabilir.



Şekil 2.4.Elyaf sarma yöntemi

2.2.4.1. Takviye Elemanları

Genellikle elyaf sarma uygulamaları sırasında E-camı fiberler kullanılmaktadır. E-camı fiberler burkulmaya karşı etkileşimi olan birçok alanda faaliyet göstermektedir. Burkulmayı önlemek için et kalınlığı artırılabilir veya sertleştirilebilir. Polietilen karbon fiberler veya aramid daha fazla sertlik için kullanılabilir. Uçak ve uzay sektörlerinde yüksek dayanım ve sertlik istendiği için aramid ve polietilen fiberler kullanılır.

2.2.4.2. Matris Malzemeleri

Termoset reçineler kullanılarak elyaf sarma işlemlerinin bir çoğu gerçekleştirilebilir. Kimyasal üretim yapan fabrikalarda petrol tankları ve borularda kullanım alanlarında genellikle poliester reçineler girerken, kimyasallara karşı dirençli olması gereken işlemlerde vinil ester reçineler kullanılmaktadır. Uçak, uzay ve savunma sanayi alanlarında epoksi reçineler kullanılır. Ancak maliyet açısından yüksek bir malzemedir. Poliamid reçineler genellikle sıcaklığı yüksek olan işlemlerde kullanılır. Bağ kuvvetini güçlendirmek için uygulamadan sonra çıkan malzeme ısıtma işlemine tabi tutulur.

2.2.4.3. Avantajlar

Yöntem yarı otomatik olduğu için minimum sayıda çalışan ile üretim gerçekleştirilebilir. Dayanıklılığı yüksek parçalar için seri üretim ile üretilebilir. Fiber oranını istersek %70'in üzerine çıkartabiliriz. Maliyeti düşük tutarak büyük ebatlı malzemeler üretilebilir. Malzeme israfı minimum derecededir.

2.2.4.4. Limitler

1. Karmaşık ve çok şekilli parçaların üretimi zordur.
2. Yüzey kalitesinin iyi olması için farklı kalıplar veya kalıplama cihazı kullanılmalıdır.
3. Yapıdaki boşluklar fazla olduğu için üretilen malzemenin kalitesi otoklavlı kalıplamadan düşüktür.
4. Yatırım maliyeti yüksek bir prosestir.
5. Kayma ve basma dayanımı elyaf demetinin tamakaları arasında minimum seviyededir.

3. MATERYAL VE YÖNTEM

3.1. Kullanılan Malzemeler ve Metot

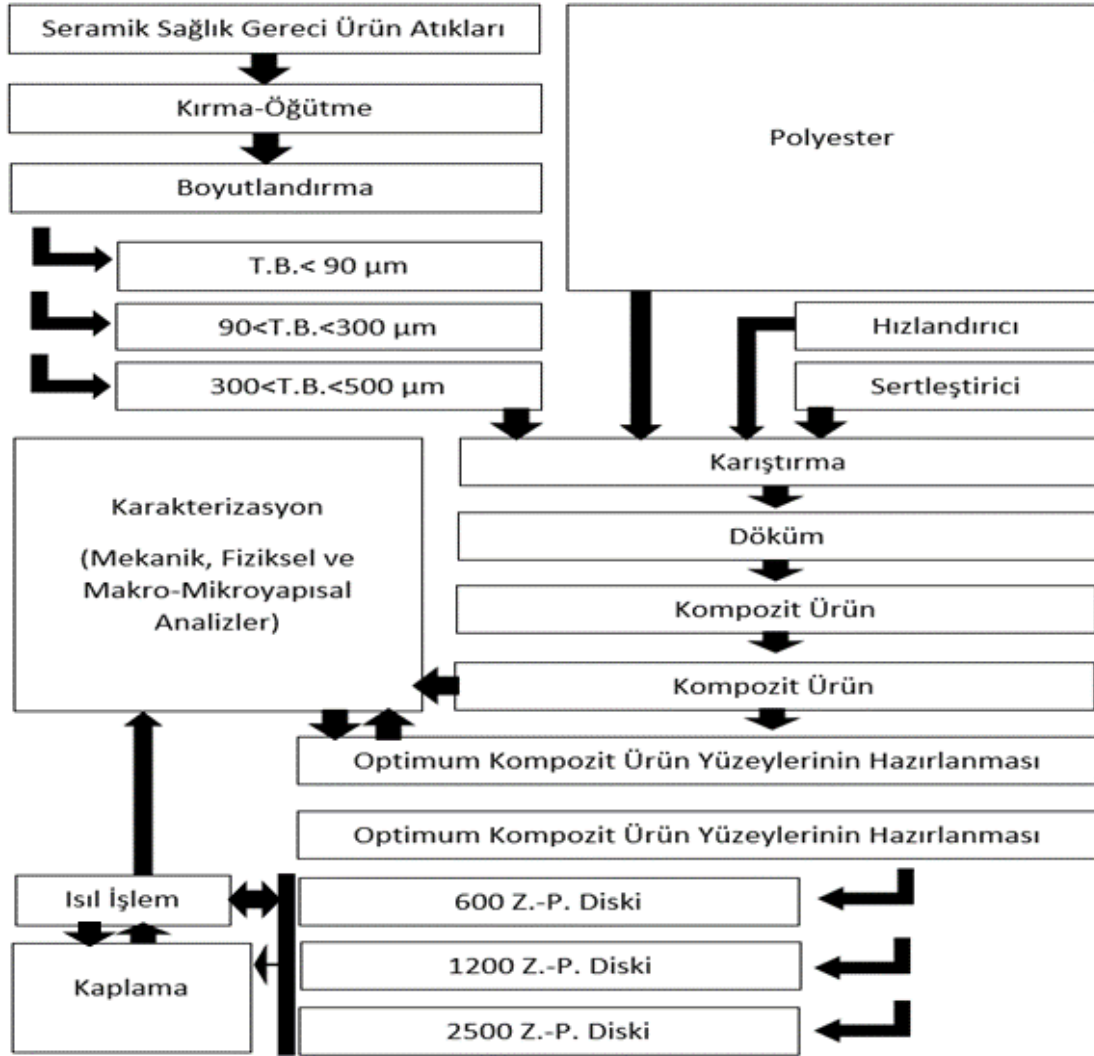
Kompozit yapıda kullanılacak olan matris bileşeni olarak İzofthalik polyester döküm reçinesi, sertleştirici olarak Metil Etil Keton Peroksit(MEKP), ve hızlandırıcı olarak Co-Oktoat, malzemeleri Türkiye’de yerleşik bulunan Poliya firmasından temin edilmiştir. Dolgu elemanı olarak Seramik Sağlık Gereci ıskarta ürünleri kırılıp, öğütülüp ve boyutlandırılarak kullanılmıştır. Fritsch marka halkalı kırıcı, seramik atık malzemelerinin 900 rpm’de iki dakika boyunca öğütülmesi için kullanıldı. Fritsch Titreşimli Elek sistemi, öğütülmüş atığı beş dakika boyunca 500-300µm arası, 300-90µm arası ve 90 µm’den küçük parçacıklara ayırmak için kullanıldı. Kaplamada kullanılacak olan polimerik kaplama malzemesi olarak ECC 4000 kullanıldı. Kaplama çözeltisi tek başına ve çinko oksit parçacıkları ile modifiye edilecek matris (polimer çözeltisi) olarak %10 floropolimer, %60 alkoksisilan ve %30 etanolden oluşan ticari bir polimerik bileşim (ECC-4000) kullanıldı. Bu çalışmada mikro ölçekli ZnO tozu (%99.99, d50: 2.25 µm; Akcoat, Türkiye) ve nano boyutlu ZnO tozu (%99.99, d50: 20 nm; EgeNanotek, Türkiye) kullanıldı.

3.1.1. Kompozit Reçetelerinin Hazırlanması

Bu proje çalışmasında 3 farklı tane boyutunda ve 3 farklı matris takviye oranında 9 adet kompozit numunesi hazırlandı, ikinci olarak seçilen optimum mekanik ve fiziksel özelliklere sahip kompozit ürünlerin yüzeyleri bir polimerik kaplama (3 farklı yüzey pürüzlülüğünde ve 2 farklı kalınlıkta) ile kaplandı. Yukarıda belirtilen aşamalara ait hazırlama yöntemleri aşağıda alt başlıklar halinde verilmiştir.

→ Seramik Atık Toz Takviyeli Kompozit Üretimi

Kompozit üretim yöntemi olarak açık kalıplama tekniği olan döküm yöntemi kullanıldı. Reçetelere uygun hazırlanmış kompozit karışımlar uygun paslanmaz çelikten yapılmış metal ve silikon kalıplara oda sıcaklığında döküm yapılarak üretildi, test ve analizlere hazır hale getirildi (Şekil 3.1).



Şekil 3.1. Kompozit ürün hazırlama iş akış şeması

Çalışmada seramik takviye/polyester reçine oranı ağırlıkça 0(sadece polyester-kontrol numunesi), 0.5, 1 ve 1.5 olarak kullanıldı. Kompozit üretiminde polyester numunesi ve seramik tozlar mikser kullanılarak, 0-1000 rpm arasında farklı hızlarda 30 dk süre ile karıştırıldı ve karıştırma işlemi sonrası 1-5 dk süre ile vakum işlemi uygulandı. Daha sonra kompozite ağırlıkça %0.5-2 arası sertleştirici(MEKP-metil etil keton peroksit) ilave edilip tekrar karıştırıldı ve önceden hazırlanmış ve kalıp ayırıcı sürülmüş kalıplara döküm işlemi gerçekleştirildi. Ortam sıcaklığına bağlı olarak sertleştirici ilavesi öncesi kompozit karışımına ağırlıkça %0.1-1 arasında hızlandırıcı (Kobalt oktoat) ilave edildi. Kalıptan çıkan numuneler oda sıcaklığında 1 gün bekletildikten sonrasında 2 saat süre ile 70 °C lik etüvde işleme tabi tutuldu. Kompozit ürünler mikroyapısal, mekanik ve fiziksel karakterizasyon için test yapılmaya uygun şekilde hazırlandı. Dolgu/polyester oranı 1.5 olan reçeteler kötü döküm özellikleri nedeni ile dökümü istenilen şekilde olmadığı için çalışma kapsamında incelenmedi.

Tablo 3.1. Dökümü yapılan reçeteler

Reçeteler	Tane Boyutu	ST/P	Polyester(P)	Seramik	
				Toz(P)	Açıklama
P	X	x	100	0	Döküm Yapıldı
KT1	<90µm	0,50	100	50	Döküm Yapıldı
KT2	<90µm	1,00	100	100	Döküm Yapıldı
KT3	<90µm	1,50	100	150	Döküm Özellikleri Kötü
OT1	90µm-300µm	0,50	100	50	Döküm Yapıldı
OT2	90µm-300µm	1,00	100	100	Döküm Yapıldı
OT3	90µm-300µm	1,50	100	150	Döküm Özellikleri Kötü
BT1	300µm-500µm	0,50	100	50	Döküm Yapıldı
BT2	300µm-500µm	1,00	100	100	Döküm Yapıldı
BT3	300µm-500µm	1,50	100	150	Döküm Özellikleri Kötü

3.1.2. Polyester ve Kompozit Reçete Yüzeylerin Kaplanması

Optimum fiziko-mekanik özelliklere sahip kompozit bileşim yüzeyleri ve polyester yüzeyleri hazırlanarak ikinci basamak numune hazırlama ve kaplama adımına geçildi.

→ Seramik Atık Toz Takviyeli Kompozit ve Polyester Yüzeylerinin Kaplanması

Kaplamada kullanılacak olan hidrofobik polimer kaplama malzemesi olarak ECC 4000 kullanıldı. Kaplama malzemesi polimer matrisli kompozit ürün yüzeylerine üç farklı pürüzlülük derecesinde (600, 1200, 2500 polisaj diski uygulaması) ve 2 farklı kalınlıkta olacak şekilde uygulama yapıldı. Kompozit ürün yüzeylerine spreyleme metodu ile kaplama malzemesi uygulandı ve kaplama öncesi 120 °C lik etüvde 30 dakika süre ile altlıklar ısıtılma işlemine tabi tutuldu. 24 saat süre ile oda sıcaklığında bekleyen ürünlerin daha sonra, mikroyapısal analizleri ile temas açısı ve yüzey enerjisi ölçümü analizleri yapılarak yüzey özellikleri yorumlandı.

3.1.3. Kompozit Reçete Yüzeylerinin Nano ve Mikro Çinko İçerikli Solüsyon ile Kaplanması

Sadece ECC 4000 hidrofobik polimer kaplama malzemesi ile kaplanan yüzeylerde elde edilen sonuçlar ışığında kompozit yüzeyler (aşındırılmış-600z ve parlatılmış-2500z) nano ve mikro çinko ilave edilerek kaplandı. Matris olarak %10 floropolimer, %60 alkoksisilan ve %30 etanolden oluşan ticari bir polimerik çözelti (ECC-4000) kullanıldı. Yüzey enerjisini düşürme yönünde beklenen bir etki için hidrofobik çözeltiliye nano ölçekli ve mikro ölçekli çinko oksit (ZnO) parçacıkları (%8 ağırlık) eklendi. Homojen bir karışım elde etmek için manyetik karıştırıcıda 300 devir/dakikada 30 dakika karıştırıldı. Daha sonra 5 dakika süreyle ultrasonik homojenizatör kullanıldı. Kompozit yüzeyler ZnO ile modifiye

edilmiş hidrofobik çözelti ile kaplandı. Altlıklar, spreyleme ile kaplamadan önce 30 dakika boyunca 120°C'de ısıtıldı. Modifiye hidrofobik çözelti (çinko oksit parçacıklı), 3 cm x 3 cm kompozit numunelere uygulandı. Güvenilir bulgular elde etmek için 5 numune kaplandı. Kaplamaların kalınlığını belirlemek için ağırlık farkı ve SEM-BSE görüntüleri kullanılmıştır. Kaplamanın ardından numuneler oda sıcaklığında 24 saat süreyle kürlendi. Elde edilen yüzeylerin mikroyapısal analizleri ile temas açısı, yüzey enerjisi ve yüzey morfolojisi analizleri yapılarak yüzey özellikleri yorumlandı.

3.2.Kompozit Ürünlerine Uygulanan Test ve Analizler

3.2.1. Mekanik Testler

3.2.1.1. Sertlik Testi

Üretilen kompozit malzemelerin sertlik değerleri, kompozit ürün yüzeylerinin beş farklı noktasından, mikrosertlik cihazı ile 0,1-0,5 kg yük altında ve Shore-D sertlik(5kg sabit yük altında) ölçüm sistemi kullanılarak belirlenmiştir.

3.2.1.2.Eğme Testi

Üretimi yapılan tüm malzemelerin üç nokta eğme mukavemeti testleri Raegen marka universal test cihazı kullanılarak, ASTM D 790 / ISO 178 standardına göre uygun gerçekleştirilmiştir. Eşitlik-3.1'e göre eğme mukavemeti hesaplanmıştır. Eşitlikte, P=uygulanan yük (N), L=mesnetler arası uzaklık (mm), b=numunenin eni (mm), h=numunenin yüksekliği (mm) dir.

$$\sigma_{\text{eğme}} = \frac{3.P.L}{2.b.d^2} \quad \text{Eşitlik (3.1)}$$

3.2.1.3.Eğmede Elastik Modül Testi

Üretilen kompozit numunelerin elastik modül değerleri Eşitlik-3.2 kullanılarak hesaplanmıştır. Eşitlikte, E=elastik modül, m=eğim, L=destekler arası mesafe, W=numunenin genişliği ve D=numunenin kalınlığıdır.

$$E: \frac{L^3}{4WD^3} .m \quad \text{Eşitlik (3.2)}$$

3.2.1.4. Darbe Testi

Üretilen tüm kompozit malzemelerin darbe dayanım testleri ISO EN 180 U standardına göre, Devotrans marka darbe test sistemi kullanılarak yapılmıştır. Eşitlik-3.3 kullanılarak numunelerin darbe mukavemetleri belirlenmiştir. Eşitlikte, E=enerji değeri(J), h=numuneye ait kalınlık(mm); b=numuneye ait genişlik(mm); a_{iU}: darbe mukavemeti(kJ/m²) karşılık gelmektedir.

$$a_{iU} = \frac{E_c}{h \cdot b} \times 10^3 \quad \text{Eşitlik (3.3)}$$

3.2.2. Fiziksel Testler

3.2.2.1. Bulk (Yığın) Yoğunluk

Çalışma kapsamında üretilen kompozit malzemelerin yoğunluğu Arşimet'in su ile yer değiştirme prensibine göre gerçekleştirilmiştir. Bu prensibe ait eşitlikte, W₁=kuru ağırlık, W₂ = Askıda ağırlık, W₃ = Yaş ağırlık olarak ifade edilmektedir. Bulk yoğunluğa(B.D.) ait denklem, Eşitlik-3.4'de verilmektedir.

$$B. D. = \frac{W_1}{W_3 - W_2} * \rho_{su} \quad \text{Eşitlik (3.4)}$$

3.2.2.2. Teorik Yoğunluk ve % Teorik Yoğunluk

Kompozit üretiminde kullanılan numunelerin, teorik yoğunluk değerleri, He-gaz piknometresi/sıvı piknometresi sistemleri belirlenmiştir. Üretilen malzemeleri % teorik yoğunluk değerleri Eşitlik-3.5 kullanılarak belirlenmiştir.

$$\% \text{ Teorik Yoğunluk: } [(Bulk \text{ Yoğunluk}/Teorik \text{ Yoğunluk}) * 100] \quad \text{Eşitlik (3.5)}$$

3.2.2.3. % Toplam Porozite

Üretilen kompozit ürünlerin gözenek miktarı Arşimet'in su ile yer değiştirme prensibine göre gerçekleştirilmiştir. Bu prensibe ait eşitlikte, W₁=kuru ağırlık, W₂ = Askıda ağırlık, W₃ = Yaş ağırlık olarak ifade edilmektedir. %T.P.=Toplam Porozite, Eşitlik-3.6 kullanılarak hesaplanmıştır.

$$\% \text{ Toplam Porozite} = 1 - \% \text{ Teorik Yoğunluk}$$

$$\text{Eşitlik (3.6)}$$

3.2.2.4. Temas Açısı ve Yüzey Enerjisi

Üretilen kompozit numunelerin, kaplanmış ve kaplama uygulanmamış yüzeylerde ölçüm sıvısı sıvı olarak 3 µl damla saf su ve diiyodometan kullanılarak, temas açısı ve yüzey serbest enerjisi (SFE) değerlerini elde etmek için damla şekli analizörü (Kruss, DSA-25) kullanıldı. SFE'yi hesaplamak için Young denklemi ve Fowkes (Fowkes, 1964) ile Owens, Wendt, Rabel ve Kaelble (OWRK yaklaşımı) (Owens ve ark., 1969; Kaelble ve ark., 1970) tarafından önerilen iki bileşenli bir model kullanıldı. Önceki çalışmalarımızda hesaplamalar çok detaylı bir şekilde anlatılmıştır (Açıkbaş ve ark., 2018).

3.2.2.5. He- Gaz Piknometresi ile Gerçek Yoğunluk Ölçümü

Seramik ve kürlenmiş polyester ait gerçek yoğunluk değerleri toz numunelerden Micromeritics marka He-gaz piknometresi kullanılarak oda sıcaklığında elde edilmiştir. Numunelerin % teorik yoğunluk değerleri Eşitlik-3.7 kullanılarak hesaplanmıştır. Kompozit numunelerin gerçek yoğunluk değeri karışım kuralı kullanılarak hesaplanmıştır. Karışım kuralına ait Eşitlik-3.8'de verilmiştir.

$$\% \text{ Teorik Yoğunluk: } [(B.D/T.D)*100]$$

$$\text{Eşitlik (3.7)}$$

$$d_k = (d_m * V_m) + (d_t * V_t)$$

$$\text{Eşitlik (3.8)}$$

3.2.3. Mineralojik, Kimyasal ve Mikroyapı Analizleri

3.2.3.1. SEM (SE, BSE, EDX)

Üretimi yapılan kompozit numunelerin mikroyapıları ve kullanılan dolgu ve kaplama malzemelerin tane boyutları, tane şekilleri ve dağılımlarına yönelik incelemeleri, FEI marka Quanta 650 model cihazda SE, BSE ve EDX dedektörleri kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

3.2.3.2. XRD

Üretimi yapılan kompozit ürünlerindeki dolgu malzemelerinin ve kaplamanın, mineralojik bileşimlerinin belirlenmesi amacıyla Rigaku marka Smartlab model X-ışını difraksiyon (XRD) cihazı kullanılmıştır. XRD analizi öncesinde numuneler tungsten kaplı halkalı kırıcıda toz haline getirilmiştir.

3.2.3.3. XRF/EDX

Üretilen kompozit ürünlerdeki dolgu fazlarının, elementsel/oksit içerikli kimyasal analizi Rigaku marka Primus model WDXRF cihazı ve/veya FEI marka Quanta 650 model cihazda EDX spektrometresi kullanılarak belirlenmiştir.

3.2.3.4. Optik Profilometre

Kompozit ve polyster yüzeyleri taşlandıktan ve kaplandıktan sonra yüzey özelliklerini ölçmek için bir optik profilometre (Fimmetrics, Profilm 3D modeli) kullanıldı. Topografik taramalar Profilm3D programı kullanılarak her deney için aynı şekilde gerçekleştirildi.



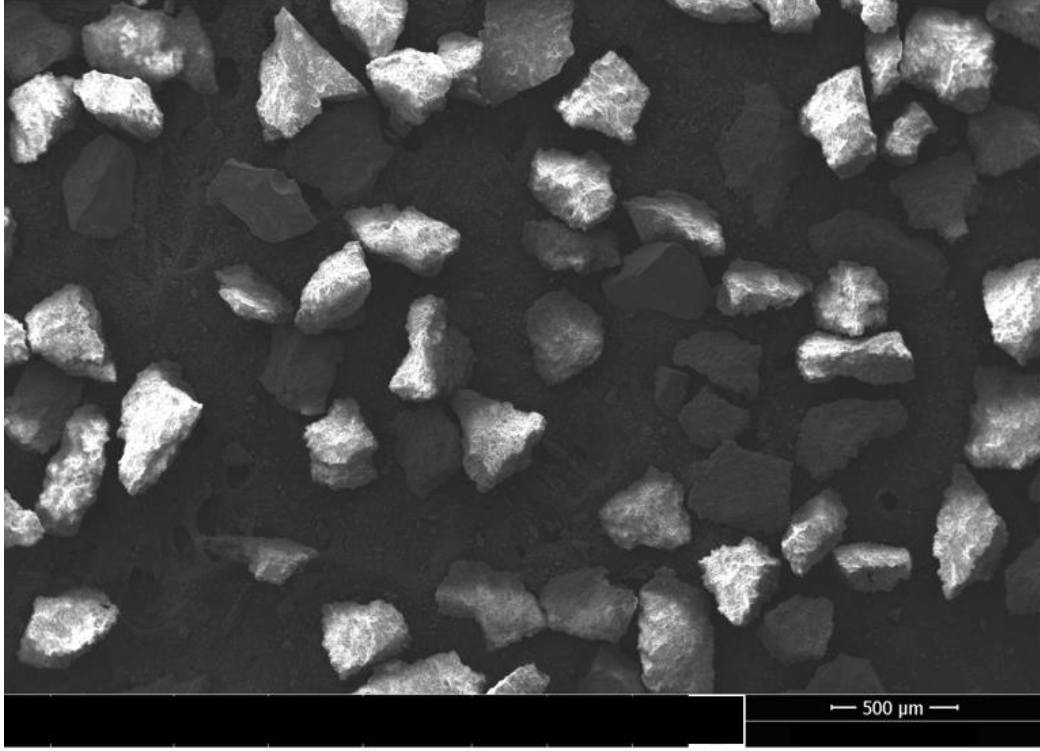
4.BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1. Başlangıç Malzemelerinin İncelenmesi

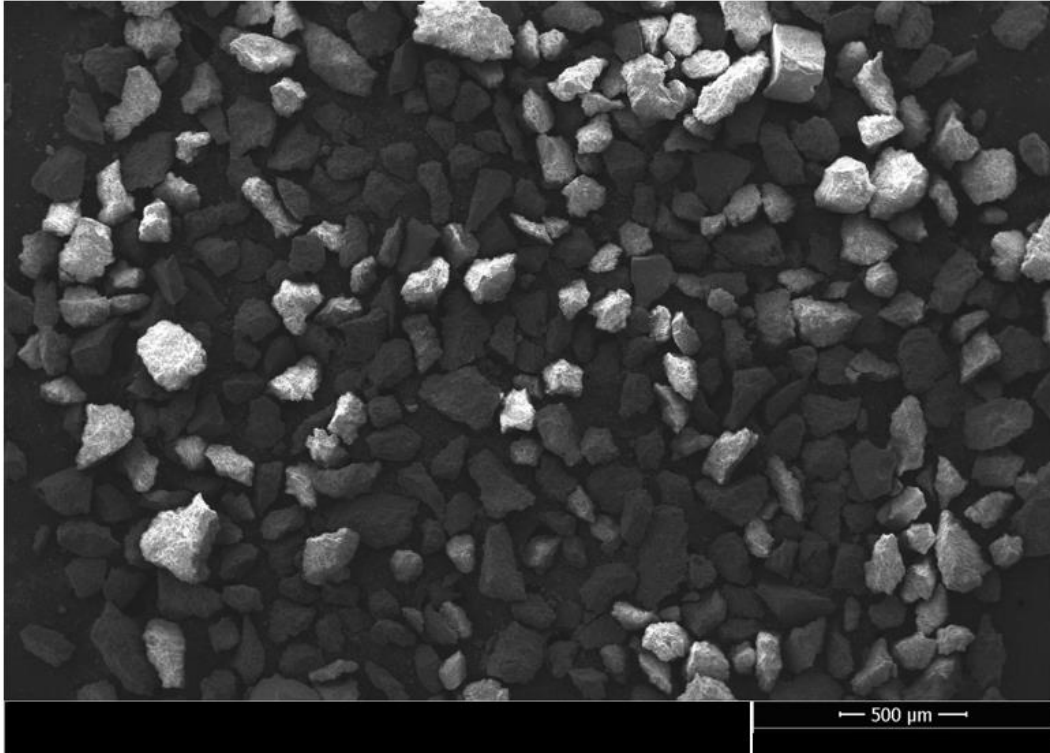
Çalışma kullanılan seramik tozlar halkalı kırıcıda öğütülüp, 3 farklı elek kullanılarak boyutlandırılmıştır. Boyutlandırma işlemi öncesi makro boyut görüntüleri ve sonrası tozlardan alınan elektron mikroskobu görüntüleri şekillerde verilmiştir. Şekil-4.1’de kullanılan seramik atığa ait makro boyut resimleri verilmiştir. Şekil.4-2’de toz tane boyutunun eleme yapılan boyut aralığında olduğu ve dar bir tane boyut dağılımına sahip olduğu, tanelerin küresele yakın keskin köşeli bir yapıda olduğu, ~1-1,5 lik bir aspekt oranında bulunduğu görülmektedir. Şekil.4-3’de bakıldığında, toz tane boyutunun eleme yapılan boyut aralığında olduğu ve dar bir tane boyut dağılımına sahip olduğu, tanelerin küresele yakın keskin köşeli bir yapıya sahip olduğu, ~1-1,5 lik bir aspekt oranında bulunduğu görülmektedir. Şekil.4-4 incelendiğinde, toz tane boyutunun 90 µm altı boyut aralığında olduğu ve tanelerin geniş bir boyut dağılımına sahip olduğu, tanelerin genel olarak küresele yakın keskin köşeli bir yapıya sahip olduğu, aspekt oranın büyük ve orta boyutlu tozlara göre daha büyük olduğu görülmektedir.



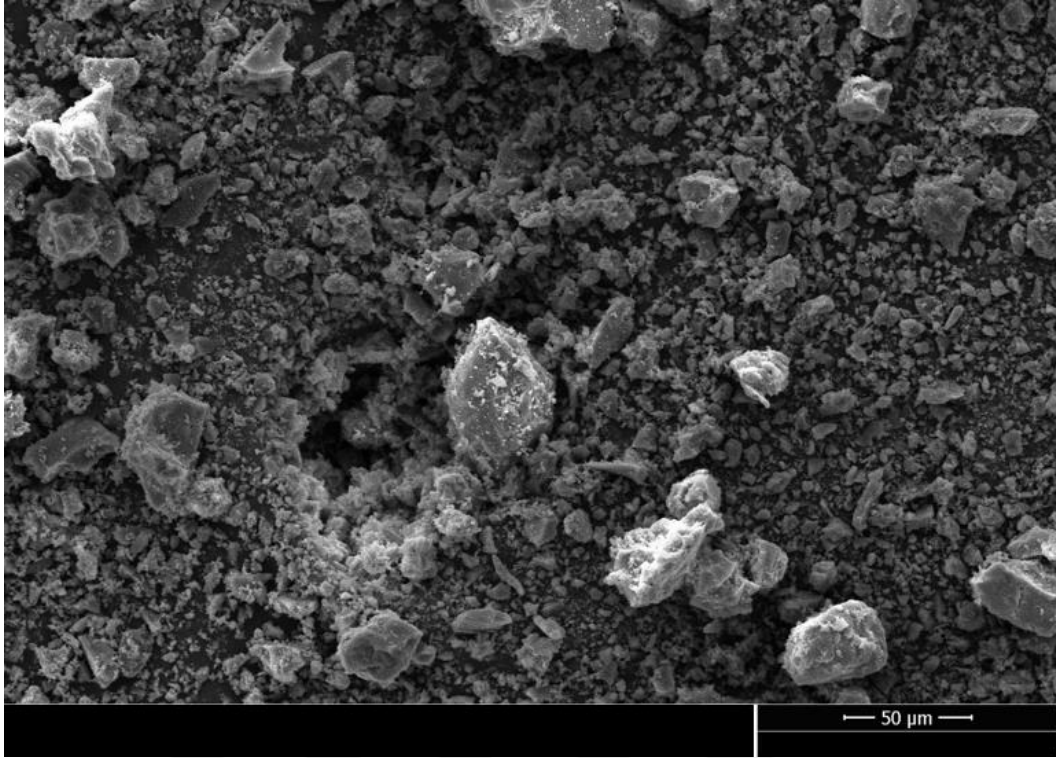
Şekil 4.1. Seramik atık malzemesine ait makro boyut görüntüsü



Şekil 2.2. Büyük boyutlu seramik toz, 300-500 µm arası elenmiş toz mikroyapısı



Şekil 4.3. Orta boyutlu seramik toz, 90-300 µm arası elenmiş toz mikroyapısı

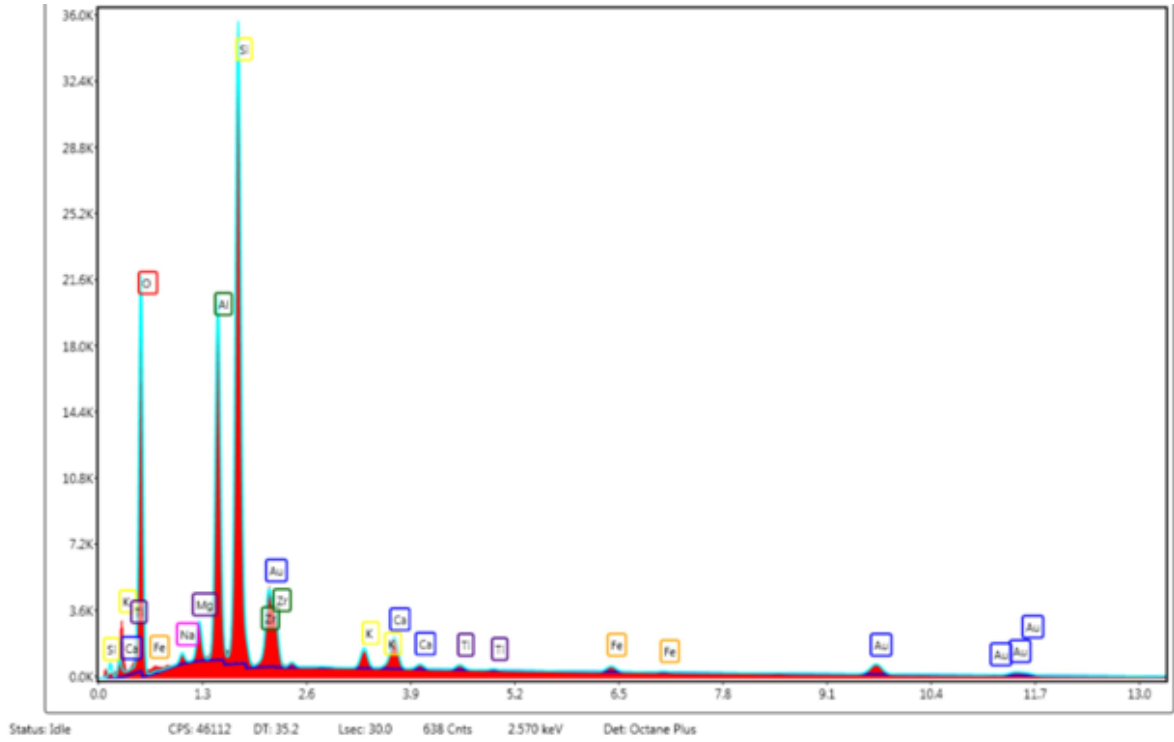


Şekil 4.4. Küçük boyutlu seramik toz, 90 µm altı elenmiş toz mikroyapısı

Seramik tozdan alınan EDX analizi sonucunda seramik toza ait kimyasal analiz sonucu Tablo.4-1’de kimyasal analiz spektrumu ise Şekil.4-5’de verilmiştir. Seramik toz atığında beklendiği üzere silika ve alümina temel oksitlerdir. ZrO_2 ürün kırıklarındaki sır bileşiminden gelmektedir. EDX spektrumundaki altın(Au) piki, SEM öncesi, numune yüzeyini iletken hale getirmek için kullanılan kaplama malzemesi nedeniyle ki kimyasal analiz sonuçlarından bu değer çıkarılmıştır.

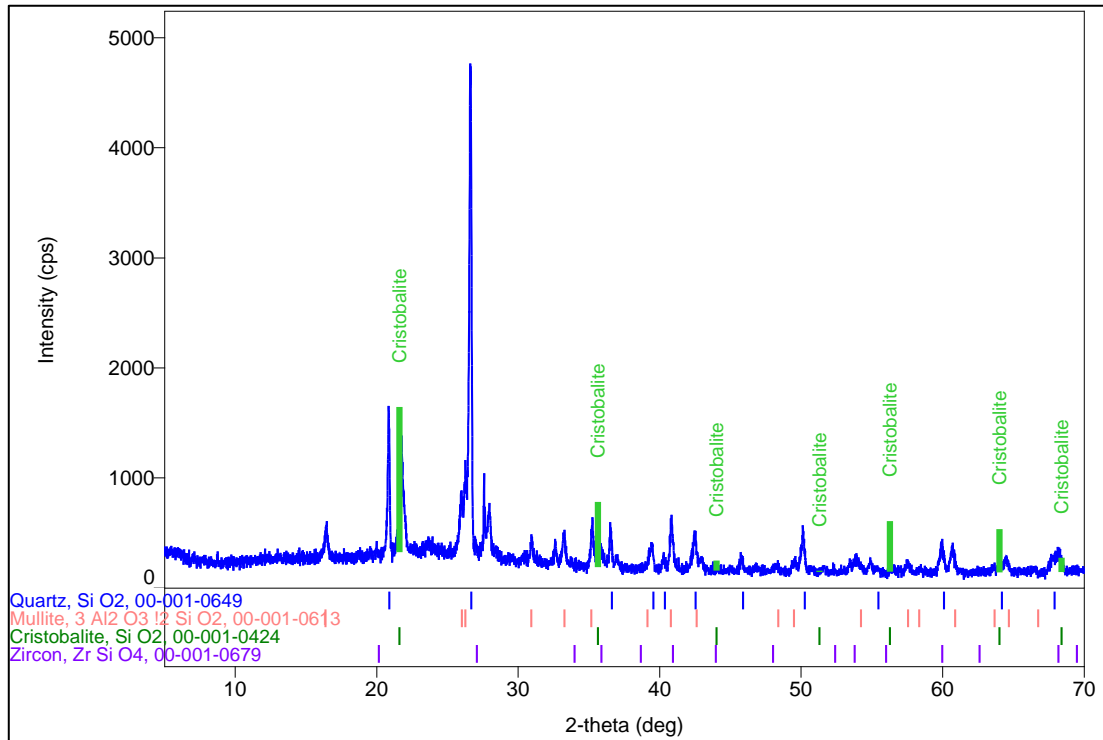
Tablo 4.1. Seramik toza ait kimyasal analiz sonucu

Oksit	Na ₂ O	MgO	Al ₂ O ₃	SiO ₂	ZrO ₂	K ₂ O	CaO	CaO	FeO	A.Z.
% ağı.	0,75	2,81	27,58	60,03	0,75	1,85	3,94	0,84	1,35	0,10



Şekil 4.5. Seramik toza ait EDX spektrumu

Seramik Toza ait X ışınları difraktometresi kullanılarak alınmış mineralojik analiz sonucu Şekil.4.6’da verilmiştir. XRD sonucu incelendiğinde, numunede kuvars, mullit, kristobalite, zirkon ve camsız faz tespit edilmiştir.



Şekil 4.6.Seramik toza ait XRD spektrumu

4.2. Kompozit Ürünlerin Fiziksel Özellikleri

Seramik toza ve kullanılan polimere ait yoğunluk değerleri helyum gaz piknometresi kullanılarak belirlenmiştir. Kompozit numunelerin yoğunlukları karışım kuralı kullanılarak tespit edilmiş ve fiziksel özelliklerin tespitinde bu sonuçlar kullanılmıştır.

Tablo 4.2. Kullanılan malzeme ve kompozitlere ait yoğunluk değerleri

Numune İsim	Yoğunluk, g/cm ³
Seramik Atık Toz	2,66
Polyester	1,22
K1/O1/B1	1,488
K2/O2/B2	1,673
K3/O3/B3	1,807

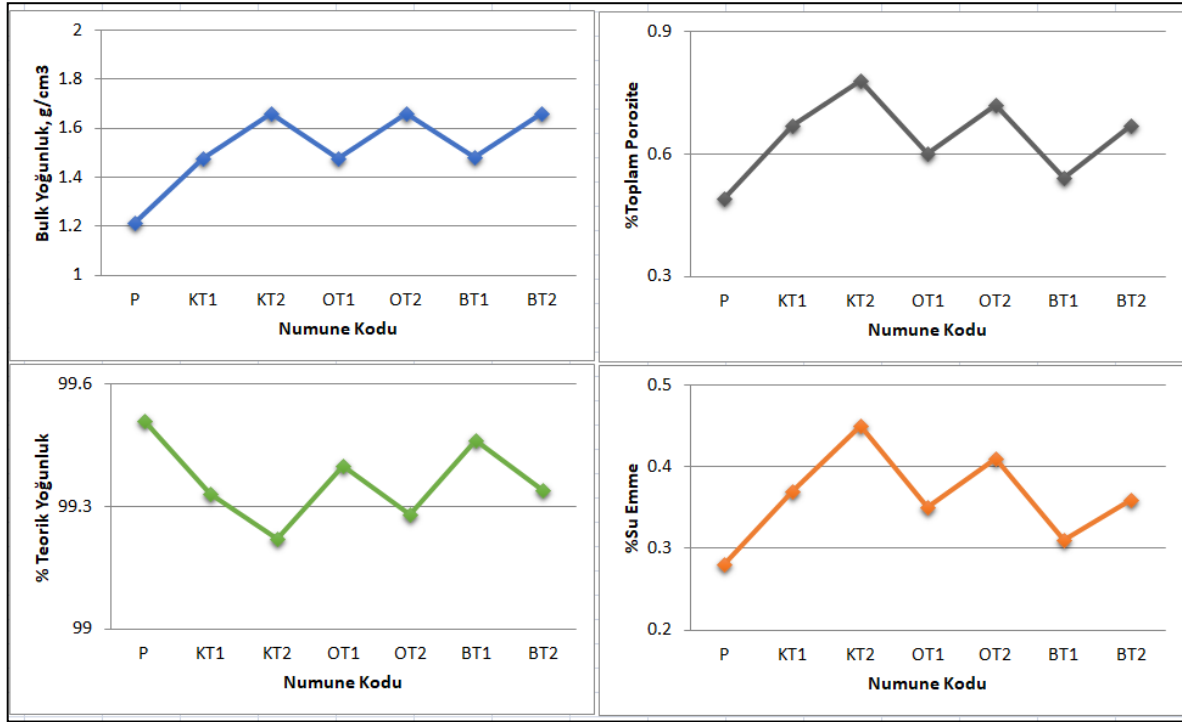
Tablo-4.2’de verilen reçetelere uygun dökümü gerçekleştirilen kompozisyonların, Şekil-4.7’de bulk yoğunluk, % toplam porozite, %teorik yoğunluk ve %su emme değerleri verilmiştir.

Kompozit numunelerin hazırlanması artan dolgu miktarları ile kompozit karışımın viskozitesinin artması nedeniyle dökümü zorlaştırmakta dolayısıyla kompozitin kalıbı doldurması ve homojen bir ürün elde edilmesini zorlaştırmaktadır. Uygun olmayan kompozit yüzeyi ve olası olarak uygun olmayan içyapısı nedeniyle mekanik testlerde ve fiziksel testlerde kompozit üründen beklenen performansın elde edilmesini engellemektedir. Çalışmada dolgu(seramik toz): polyester oranı 1,5 olan (KT3, OT3 ve BT3) kompozisyonların kötü döküm özellikleri nedeniyle test ve analizleri gerçekleştirilememiştir. Sonuçları elde edilen kompozitlere ait fiziksel özellikler incelendiğinde, bulk yoğunluk değerinin, yoğunluğu matrise göre daha yüksek olan dolgu(seramik toz) fazının artışı ile kompozitin numunelerinin bulk yoğunluk değerinin arttığı, aynı dolgu: matris oranlarında ama farklı tane boyutlarında bulk yoğunluk değerlerinin birbirine oldukça yakın değerlerde olduğu görülmüştür. Artan dolgu miktarı ile kompozit numunelerde %toplam porozite ve %su emme değerlerinde çok düşük düzeylerde artış olduğu, %teorik yoğunluk değerinde de çok düşük düzeylerde azalış olduğu görülmüştür. Bu durum ise artan dolgu miktarı ile kompozit viskozitesinin artması ve kısmen de olsa ıslatmanın azalmasıyla ilgili olduğu söylenebilir.

Aynı dolgu: takviye oranlarında artan tane boyutu ile %su emme, ve %toplam porozite değerlerinin çok küçük düzeylerde olsa da azaldığı, % teorik yoğunluk değerinin ise arttığı görülmektedir. Bu durum dolgu: polyester oranının benzer olduğu durumlarda tane boyutunu artması ile matris içinde bulunan dolgu fazının yüzey alanındaki azalış ile daha iyi bir ıslatma ve karışım viskozitesi nedeniyle olduğu söylenebilir.

Sadece polimer özellikleri ile karşılaştırma yapıldığında, karışım viskozitesinin oldukça düşük olması, %toplam porozite ve %su emmenin en düşük seviyede, bulk yoğunluk değerinin ise en yüksek

sevide olmasını sağlamıştır. Bulk yoğunluğun düşük olması polimer matrisin kendi yoğunluğunun düşük olması nedeniyledir.



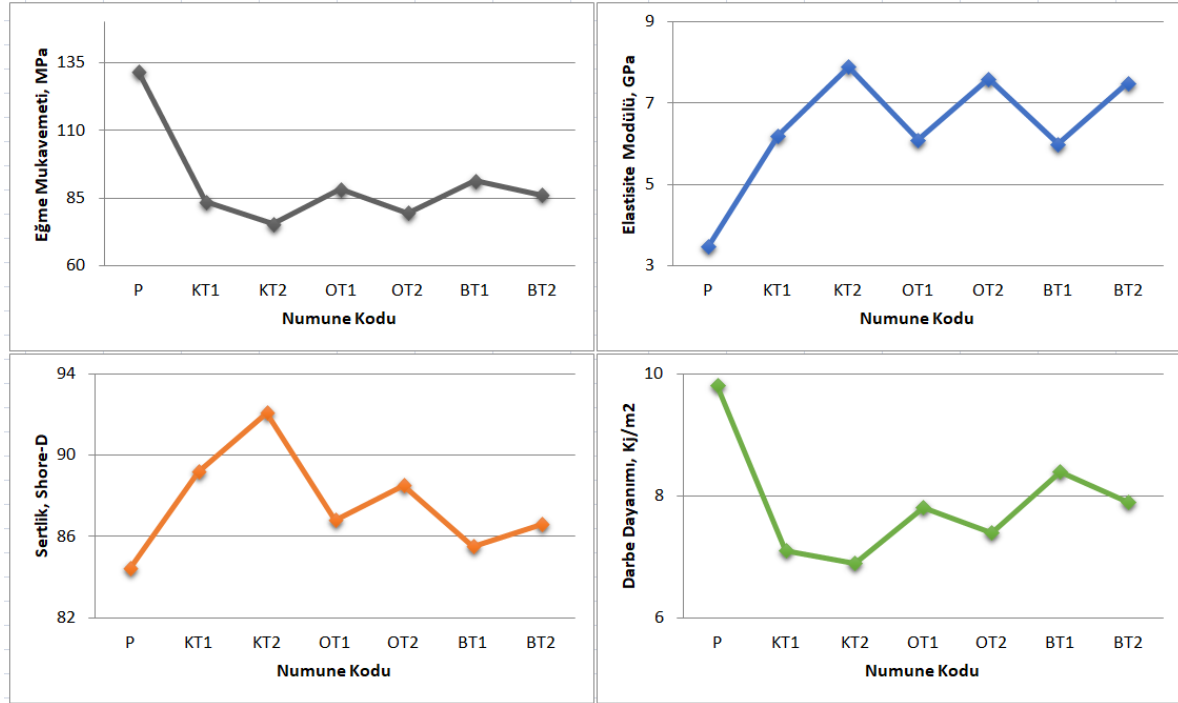
Şekil 4.7. Hazırlanan kompozit numunelerine ait fiziksel özellikler

4.3. Kompozit Ürünlerin Mekanik Özellikleri

Kompozit ürünlere yönelik Şekil-4.8'deki mekanik test sonuçları incelendiğinde, artan dolgu miktarı ile eğme mukavemeti ve darbe dayanımı değerlerinin azaldığı, elastiklik modülü ve sertlik değerlerinin arttığı görülmüştür. Bu durumda artan dolgu miktarı ile polyster matris içindeki dolgu fazı ve bu fazın miktarının artışı ile daha sünek bir yapıya sahip polyster matris daha fazla gevrek yapıda ve minimum seviyedeki uzama değerlerinde kırılmaktadır. Bu durum dolgu(seramik) fazın kompozit yapı içerisinde kullanım miktarına bağlı olarak bölgesel gerilim bölgeleri yaratması ve ürünün darbe veya kuvvet uygulanması ile daha düşük kuvvetlerde zarar görmesine neden olmaktadır. Aynı dolgu: polyster oranlarında artan dolgu tane boyutu ile eğme mukavemeti ve darbe dayanımı değerlerinin arttığı ve elastiklik modülü ve sertlik değerlerinin azaldığı belirlenmiştir. Yine benzer şekilde dolgu tane boyutunun azalması döküm prosesini azalan tane boyut alanı nedeniyle kolaylaştıracak ve artan dolgu boyutunun kompozit yapıda daha düşük bir hacim kaplamasına neden olacaktır. Bu durum, sertlik ve elastiklik modülü değerlerinde bir azalmaya neden olacaktır ki sonuçlarda nispeten düşük de olsa bir azalma görülmektedir. Darbe mukavemeti ve eğme mukavemetinde artış olması, tüm kompozitlerdeki iyi bir arayüz etkileşimi ve fiziksel özelliklerdeki benzerlikler ile artan tane boyut ile azalan tane yüzey

alanı nedeniyle kompozit yapının daha sünek bir karaktere evrilmesi nedeniyledir. Elde edilen mikroyapı görüntüleride bunu doğrulamaktadır.

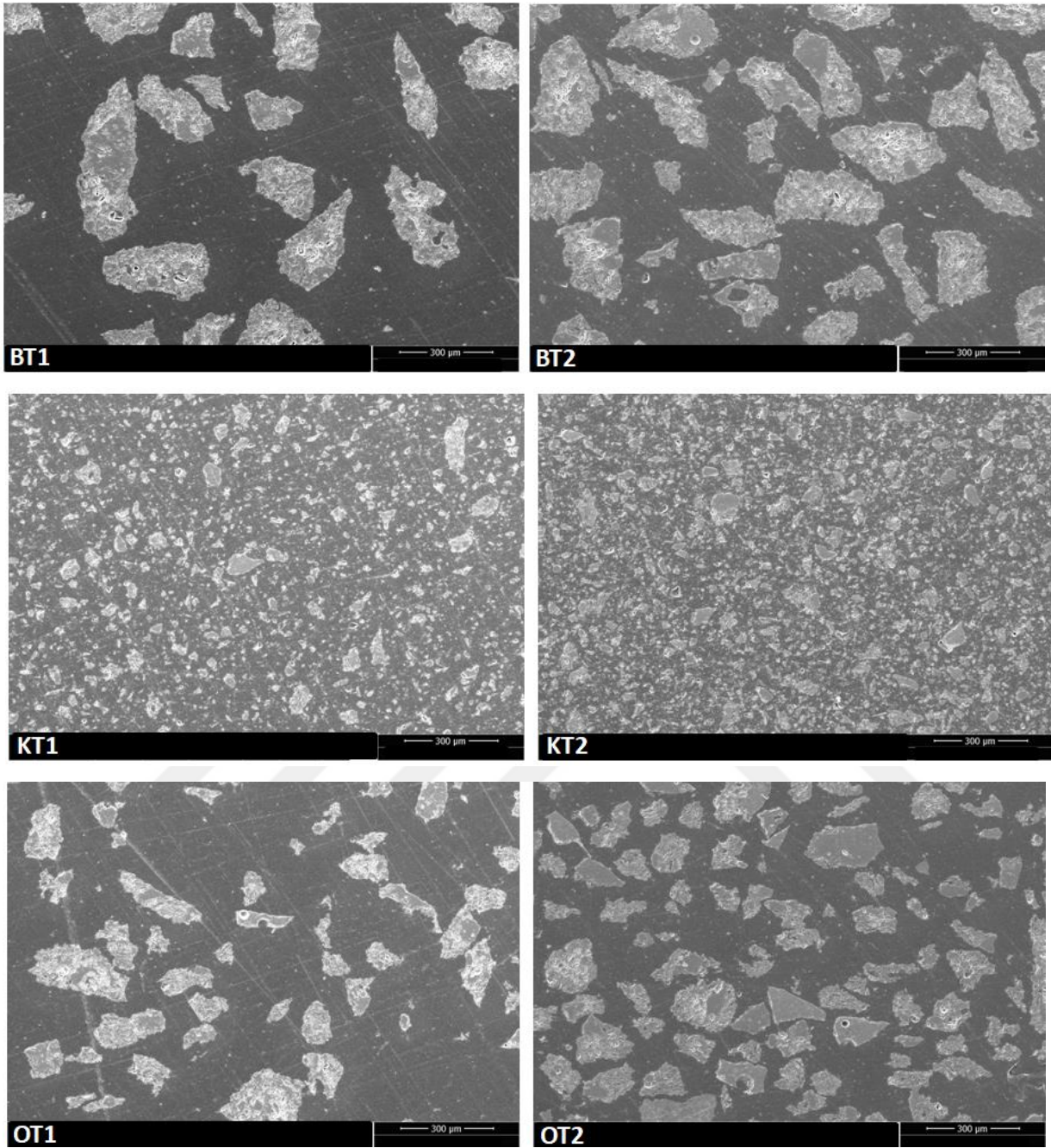
Fiziksel sonuçlardaki gibi sadece polimer matrisin mekanik özellikleri değerlendirildiğinde, eğme mukavemeti, sertlik ve elastiklik modülü açısından, teknik verilere çok yakın değerler, darbe dayanımı açısından bir miktar daha yüksek sonuçlar elde edilmiştir.



Şekil 4.8. Hazırlanan kompozit numunelerine ait mekanik özellikler

4.4. Kompozit Numunelerin Mikroyapısal İncelemesi

Kompozit numunelerine ait SEM-SE mikroyapı görüntüleri incelendiğinde, homojen, gözeneksiz, iyi bir matris dolgu ara yüzeyleri olduğu görülmüştür.



Şekil 4.9. Kompozit numunelere ait SEM-SE mikroyapı görüntüleri, 250x

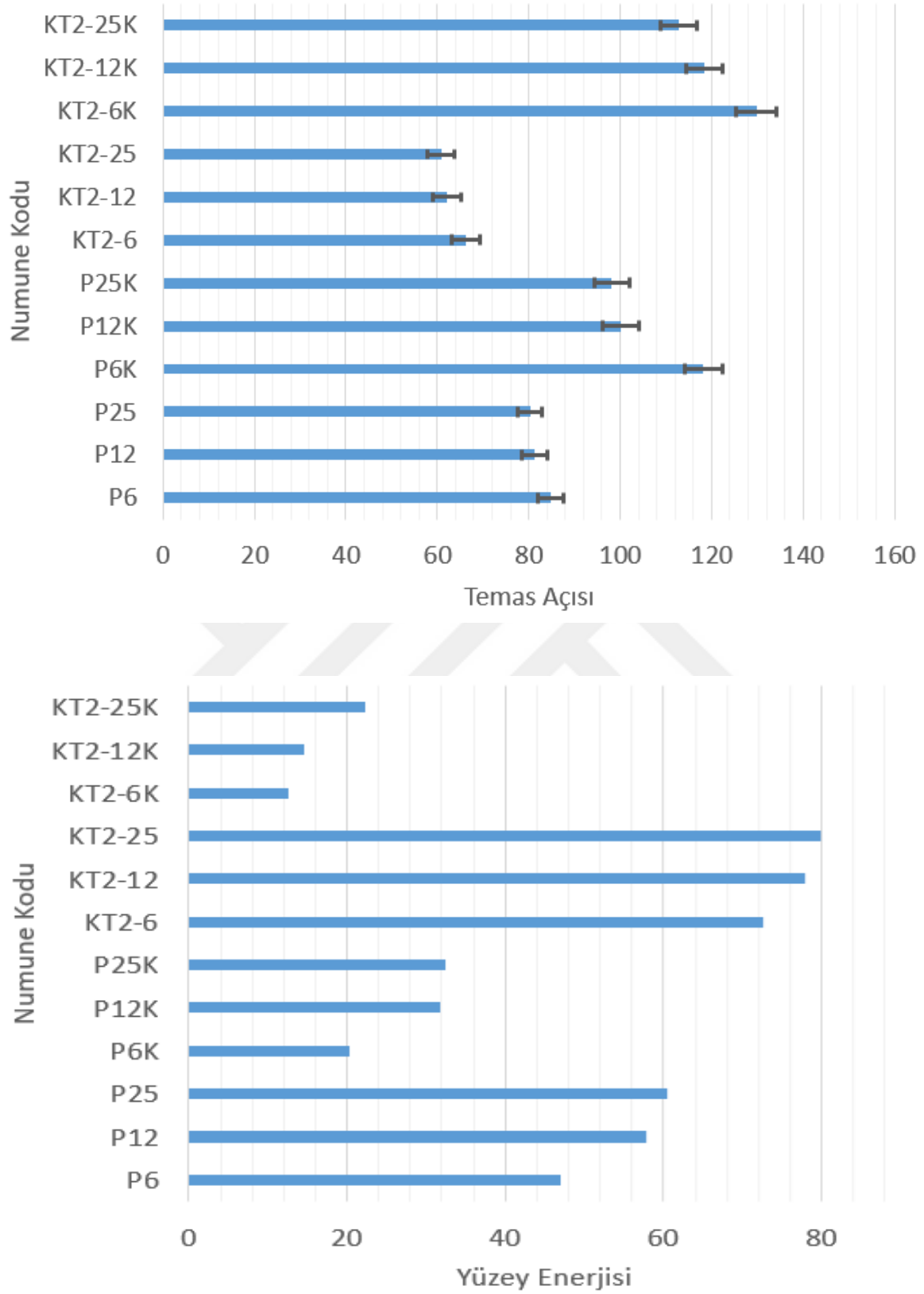
Sonuçlar, kompozit maliyeti, fiziksel ve mekaniksel özellikler açısından düşünüldüğünde, 2. Aşama testler için optimum bileşen olarak KT2 numunesi seçilmiştir. KT2 numunesi yüzeyleri 3 farklı zımpara kağıdı ile işleme tabi tutularak yüzeyler kaplama yapılmak üzere hazır hale getirilmiştir.

4.5.Polyester ve Kompozit Yüzeylerin Kaplanması ve Yüzey Temas Açılarının, Yüzey Enerjilerinin ve Yüzey Morfolojilerinin Belirlenmesi

Yüzeyleri üç farklı zımpara kâğıdı kullanılarak hazır hale getirilen kompozit ürün yüzeyleri bir katman kaplama yapıp temas açısı ölçüldü, daha sonra ikinci katman kaplama uygulanarak temas açıları incelendiğinde, belirgin bir farklılık görülmediği için ölçümler iki kat kaplamalı ve kaplamasız Saf Polyester(P) ve Kompozit (KT2) yüzeylerden alındı. Ölçüm alınan numune kodları ve edilen temas açılarına ve enerjilerine ait sonuçlar Tablo-4.3’de ve Şekil-4.10’da verilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde polyester ve kompozit yüzeyine uygulanan zımpara numarası arttıkça kaplanmamış yüzeylerde yüzey enerjisinin arttığı, temas açısının azaldığı görülmüştür. Benzer bir davranış kaplanmış numunelerde de görülmektedir. Hidrofobik kaplama malzemesi ile temas açılarının kaplamasız yüzeylere göre polyester yüzeyinde %18,3-28,2 arasında kompozit yüzeyinde %46,1-49,0 arasında artış gösterdiği belirlenmiştir. Kompozit yüzeylerinin, polyester yüzeylerine göre kaplama öncesi hidrofilik seramik fazdan dolayı daha düşük hidrofobiklik gösterdiği ve kaplama sonrası ise kaplama malzemesi ve yüzey pürüzlülüğü nedeniyle hidrofobik karakterinin daha yüksek olduğu belirlenmiştir.

Tablo 4.3. Saf polyester(P) ve kompozit(KT2) yüzeylere ait kodlamalar

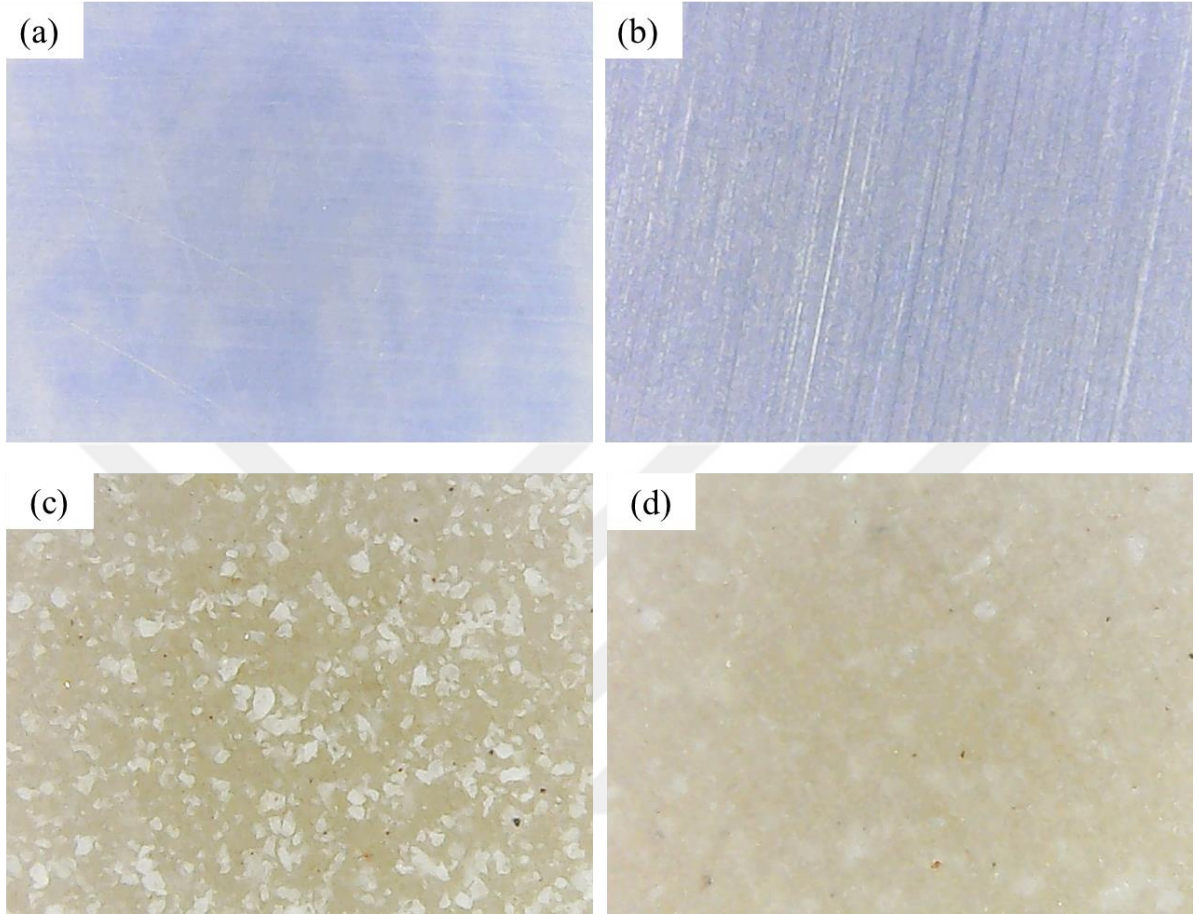
Numune Kodu	Açıklama
P6	600 Zımpara Uygulanmış, Kaplanmamış
P12	1200 Zımpara Uygulanmış, Kaplanmamış
P25	2500 Zımpara Uygulanmış, Kaplanmamış
P6K	600 Zımpara Uygulanmış, Kaplanmış
P12K	1200 Zımpara Uygulanmış, Kaplanmış
P25K	2500 Zımpara Uygulanmış, Kaplanmış
KT2-6	600 Zımpara Uygulanmış, Kaplanmamış
KT2-12	600 Zımpara Uygulanmış, Kaplanmamış
KT2-25	1200 Zımpara Uygulanmış, Kaplanmamış
KT2-6K	1200 Zımpara Uygulanmış, Kaplanmış
KT2-12K	2500 Zımpara Uygulanmış, Kaplanmış
KT2-25K	2500 Zımpara Uygulanmış, Kaplanmış



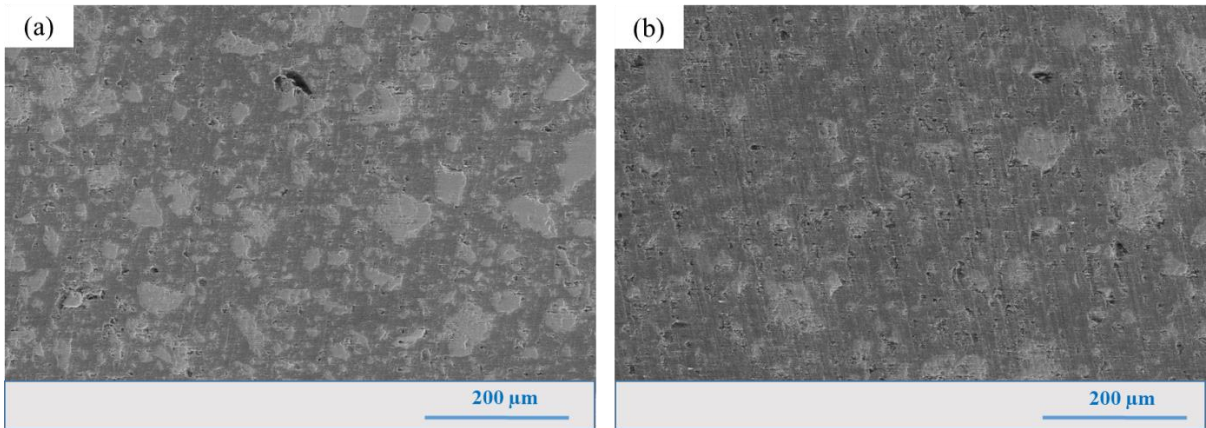
Şekil 4.10. Saf polyester (P) ve kompozit (KT2) yüzeylere ait temas açıları ve yüzey enerjileri

Saf polyester ve kompozit yüzeylerinin 2500 disk ile parlatma ve 600 disk ile aşındırılması sonrası elde edilen yüzey morfolojilerine ait optik mikroskop görüntüleri Şekil-4.11-d’de gösterilmiştir.

Kompozit yüzeylerinin, 2500 disk ile parlatma ve 600 disk ile aşındırılması sonrası elde edilen yüzey morfolojilerine ait SEM-BSE mikroyapı görüntüleri Şekil-4.12’de verilmiştir.

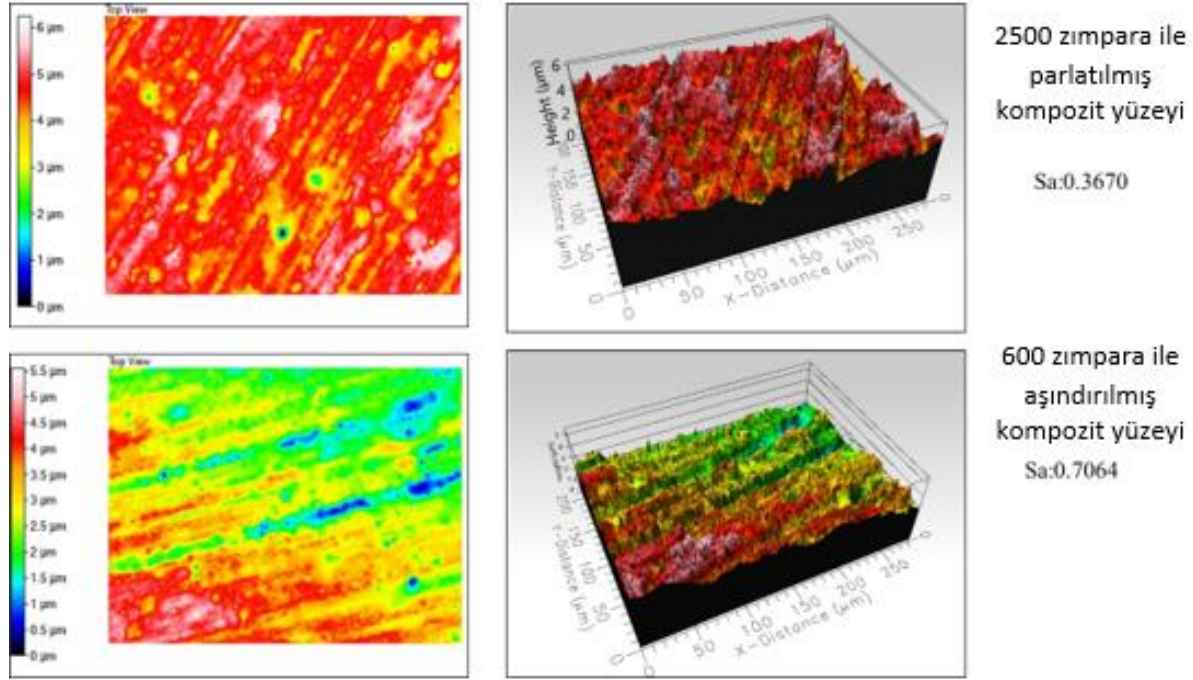


Şekil 4.11. Saf poliestere ait a) 2500 disk ile parlatma sonrası düz yüzey görüntüsü b) 600 disk ile aşındırma sonrası pürüzlü yüzey görüntüsü, kompozit yüzeye ait, c) 2500 disk ile parlatma sonrası düz yüzey görüntüsü, d) 600 disk ile aşındırma sonrası pürüzlü yüzey görüntüsü



Şekil 4.12. Kompozit yüzeyine ait, a) 2500 disk ile parlatma sonrası düz yüzey görüntüsü b) 600 disk ile aşındırma sonrası pürüzlü yüzey görüntüsü

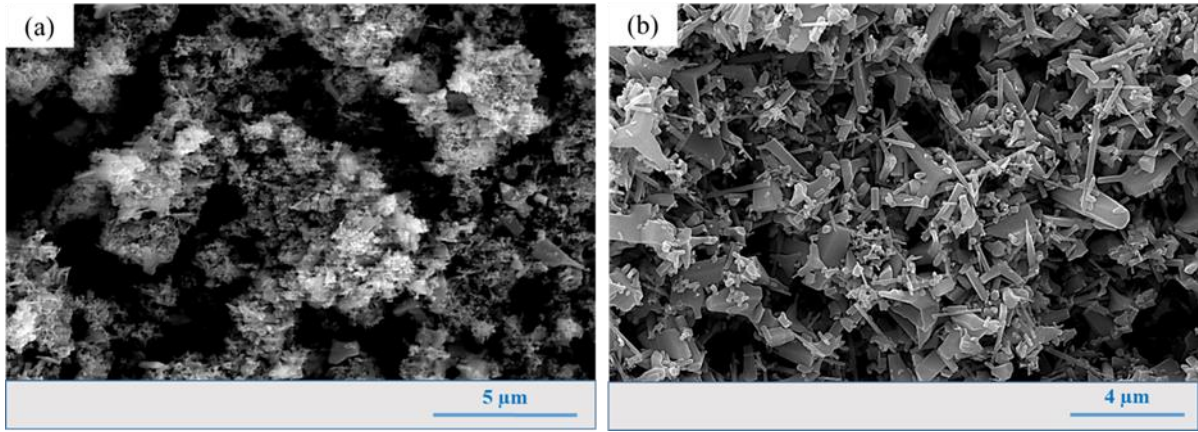
Yüzey ortalama pürüzlülüğünü belirlemek için Profilm3D'deki alan pürüzlülüğü fonksiyonu kullanıldı. Aritmetik ortalama yüzey pürüzlülüğü (Sa) 2500 lük zımpara kağıdı ile parlatılmış kompozit yüzey için 0.367 iken, 600 lük zımpara kağıdı ile aşındırılmış kompozit yüzey için 0.7064 olarak bulunmuş ve Şekil 4.13'de gösterilmiştir.



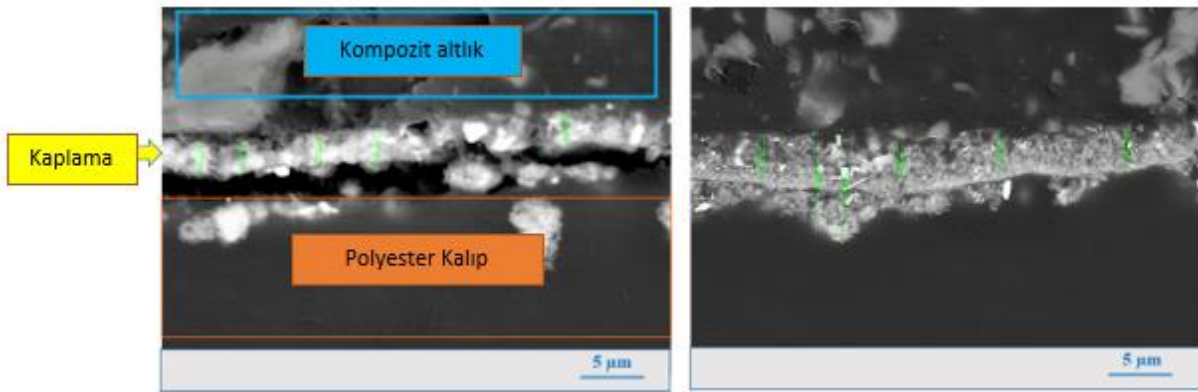
Şekil 4.13. 2500 ve 600 lük zımpara diski sonrası kompozit yüzey optik profilometre görüntüleri ve pürüzlülük sonuçları

4.6. Kompozit Yüzeylerin Mikro ve Nano ZnO ilaveli Polimerik Kaplama Malzemesi ile Kaplanması, Yüzey Morfolojilerinin, Yüzey Temas Açılarının ve Yüzey Enerjilerinin Belirlenmesi

Çalışmanın bu kısmında en iyi sonuç elde edilen KT2 kompozit yüzeyinde sadece 600 zımpara ile işlem yapılmış ve 2500 zımpara ile parlatılmış yüzeylere mikro ve nano ZnO içerikli kaplama malzemesi tek ve çift kat uygulanarak işlem yapılmıştır. Kullanılan tozlara ait SEM-SE görüntüleri Şekil-4.14'de, tek kat ve çift kat kaplama yapılmış nano ZnO kaplı kompozit yüzeylere ait kesitten alınmış SEM-BSE görüntüleri Şekil-4.15'de verilmiştir.

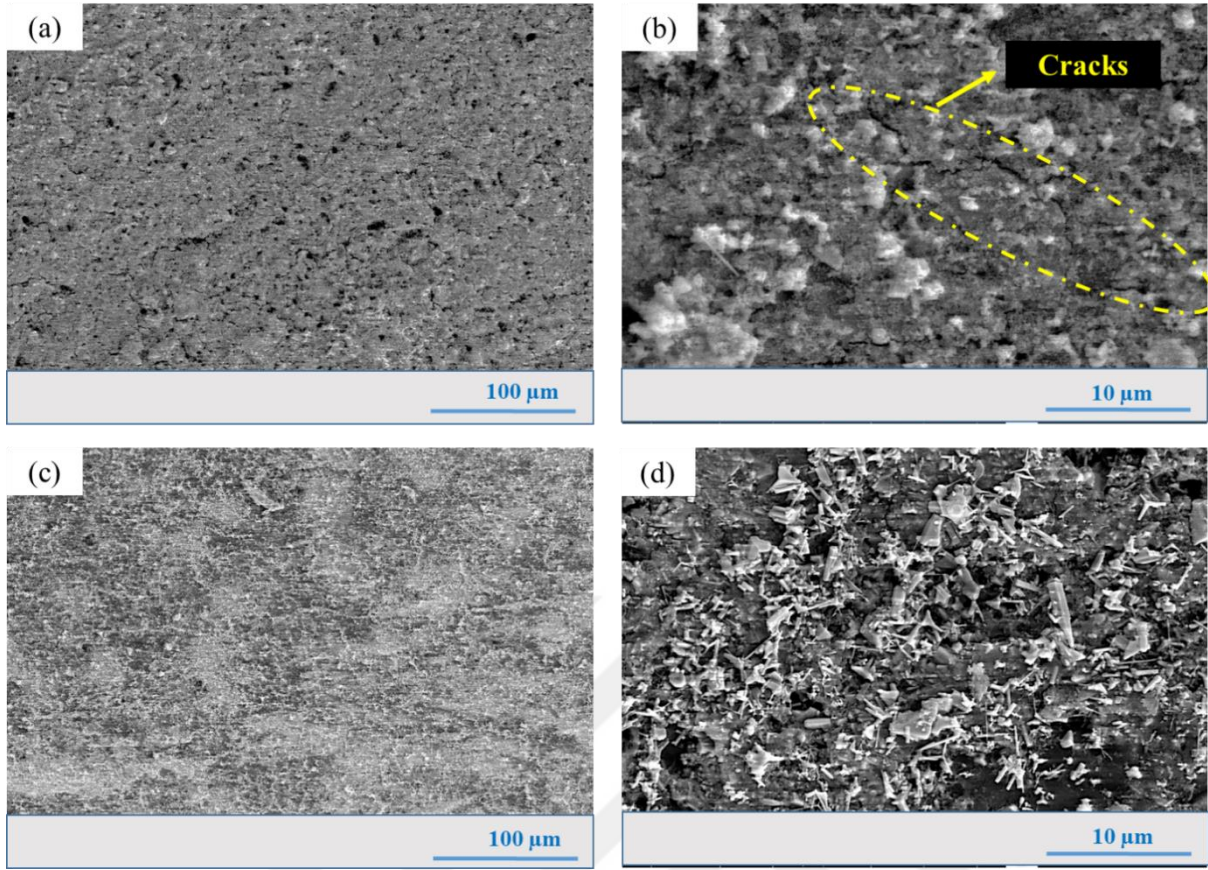


Şekil 4.14. Çinko oksit tozlarına ait SEM-SE görüntüleri (a) Nano ZnO, (b) Mikro ZnO



Şekil 4.15. Tek ve çift kaplama yapılmış nano ZnO içerikli kompozit yüzeyin SEM-BSE kesit görüntüsü

Pürüzlü yüzeye uygulanan ilk kaplama yüzeye güzel yapışsa da ikinci kat uygulandığında zorluklar görüldü. Nano ölçekli ZnO katkılı kaplama için tek katmanlı kaplama kalınlığının $3,84 \pm 0,38$ μm civarında olduğu gözlemlendi, ancak çift katmanlı kaplamanın kaplaması homojen değildi ve maksimum kalınlık ölçümü $7,3 \pm 1,28$ μm olarak elde edildi. Ayrıca kaplamaların kalınlığını hesaplamak için ağırlık farkından yararlanıldı. Tek kat kaplamalarda yüzeye uygulanan kaplama malzemesi miktarı $0,0038 \pm 0,0004$ g/cm^2 ile çift kat kaplamalarda $0,0073 \pm 0,0009$ g/cm^2 arasında uygulandı. Kompozit karıştırma kuralına göre (kurutulmuş polimer kaplama yoğunluğu $0,99$ g/cm^3 ve çinko oksit yoğunluğu $5,61$ g/cm^3) kaplamaların kalınlıkları tek kat kaplamalar için $4,29 \pm 0,45$ μm , çift kat kaplamalar için $8,23 \pm 1,01$ μm olarak belirlendi (Açıkbaş ve ark., 2018). Ağırlık farkı ile yapılan kaplama kalınlığı hesaplamaları ile SEM görüntülerinin birbirini desteklediği tespit edildi. Şekil 4.16'da görüldüğü gibi, hidrofobik kaplama ile hidrofobik kompozit polyester reçinesi arasında boşluğun oluşması, doğal itmelerinden dolayı genel olarak gözlemlenen bir olgudur.

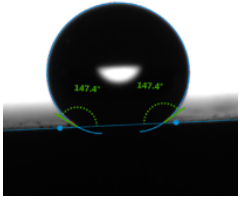
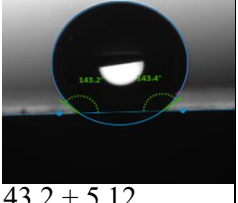


Şekil 4.16. 600 zımpara ile işlem görmüş, tek tabaka hidrofobik polimer malzeme ile kaplanmış yüzeyler, (a,b) nano çinko oksit içeren, (c,d) mikro çinko oksit içeren

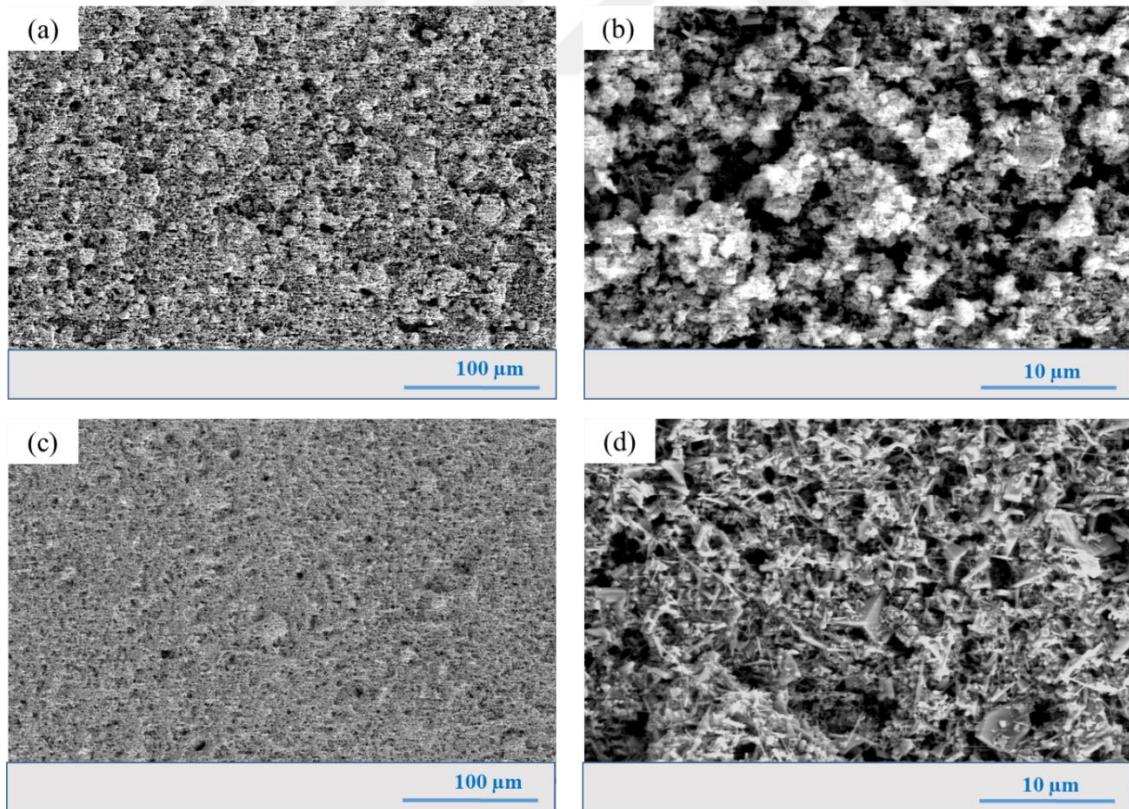
Yüzey enerjisini düşürmek için mikro ölçekli ve nano ölçekli çinko oksit (ZnO) parçacıkları içeren hidrofobik bir çözelti tek bir katman halinde uygulandı. Oluşturulan dokulu kompozit yüzeylerin, temas açısı ve dolayısıyla ıslanabilirlik üzerindeki etkisini değerlendirmek için ölçümler alındı. Kaplanan kompozit yüzeylerin SEM görüntüleri Şekil 4.17'de verilmiştir. Kaplama malzemesi ağırlıkça %8'den olarak kullanılmıştır. Mikro ölçekli/nano ölçekli ZnO parçacıkları ve %10 floropolimer, %60 alkoksisilan ve %30 etanol çözeltisi ve altlık olarak kompozit yüzey kullanılmıştır. SEM görüntülerinde, daha açık renkli parlak alanlar çinko oksit parçacıklarını gösterir ve daha koyu kısımlar polimer matrisli kompozit altlıktır. Püskürtme yöntemi kullanılarak elde edilen yüzeyin SEM görüntülerinden de görüleceği üzere homojene yakın bir kaplama yüzeyi elde edilmiştir. Ancak hem nano hem de mikro ZnO katkılı solüsyonlar yüzeye tek kat halinde uygulandıktan sonra bazı yerlerde boşluklu alanlar tespit edilmiştir. Özellikle nano toz içeren kaplamanın bazı noktalarda çatladığı belirlenmiştir.

Tek katmanlı nano ve mikro ZnO partiküllerinin kaplamayla elde edilen 600 lük zımpara ile aşındırılmış kompozit pürüzlü yüzeylerinin temas açısı ve spesifik yüzey enerjilerindeki değişim Tablo-4.4'de gösterilmektedir. Hem nano hem de mikro ölçekli ZnO partikülleri içeren kaplamayla su temas açısı önemli ölçüde bu yüzeylerde artmıştır.

Tablo 4.4. Nano ölçekli ve mikro ölçekli çinko oksit parçacıkları içeren hidrofobik çözelti ile pürüzlü tek kat kaplanmış aşındırılmış kompozit yüzeylerin temas açıları ve spesifik yüzey enerjileri

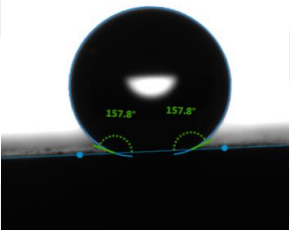
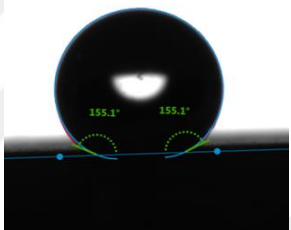
Numune	Mikro ZnO		Nano ZnO	
	Temas Açısı (°)	Spesifik Yüzey Enerjisi (mJ/m ²)	Temas Açısı (°)	Spesifik Yüzey Enerjisi (mJ/m ²)
Kompozit (600zımpara)	 147.4 ± 1.28	11.03	 143.2 ± 5.12	12.55

Tek kat kaplama işlemi sonrasında yüzeyde boşluklar görüldüğü için çift kat kaplama işlemi uygulandı. Çift katmanlı kaplanmış kompozit yüzeylerin SEM görüntüsü Şekil-4.17'de verilmiştir. Kaplama solüsyonunun iki defa uygulaması yapıldıktan sonra kompozit altlık tamamen kaplanmış. Ancak bazı yerlerde hala boşluklar görülmektedir.

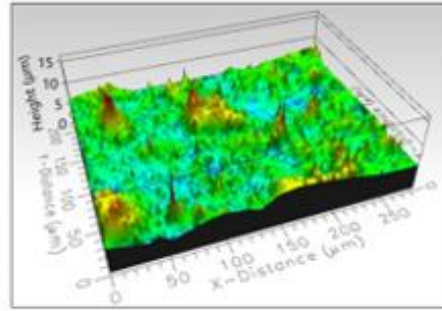
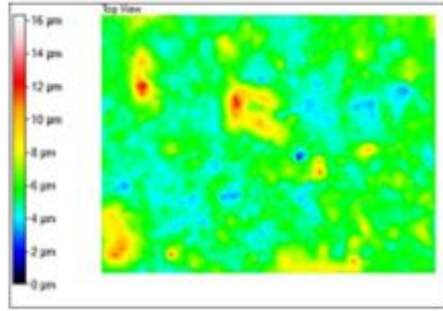
**Şekil 4.17.** 600 zımpara ile işlem görmüş, çift tabaka hidrofobik polimer malzeme ile kaplanmış yüzeyler, (a,b) nano çinko oksit içeren, (c,d) mikro çinko oksit içeren

Tablo-4.5’de, çift kat nano ve mikro ZnO parçacıkları içeren bir kaplama uygulanmasının ardından kompozit pürüzlü yüzeylerinin temas açısındaki ve spesifik yüzey enerjisindeki değişiklikleri göstermektedir. Nano ZnO kullanılarak yapılan ikinci kat kaplama işleminden sonra temas açısı $143^\circ \pm 5.12$ 'den $155^\circ \pm 8.23$ 'e artış göstererek temas açısını yaklaşık %8.4 arttırmıştır. Mikro ZnO kullanılarak yapılan ikinci kat kaplama işleminden sonra temas açısı 147.4 ± 1.28 'den 157.8 ± 1.61 'e artış göstererek temas açısını yaklaşık %7.1 arttırmıştır.

Tablo 4.5. Nano ölçekli ve mikro ölçekli çinko oksit parçacıkları içeren hidrofobik çözelti ile pürüzlü çift kat kaplanmış aşındırılmış kompozit yüzeylerin temas açıları ve spesifik yüzey enerjileri

Numune	Mikro ZnO		Nano ZnO	
	Temas Açısı (°)	Spesifik Yüzey Enerjisi (mJ/m ²)	Temas Açısı (°)	Spesifik Yüzey Enerjisi (mJ/m ²)
Kompozit (600zımpara)	 157.8± 1.61	8.42	 155.1± 8.23	9.57

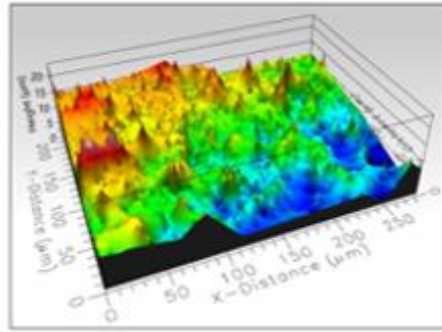
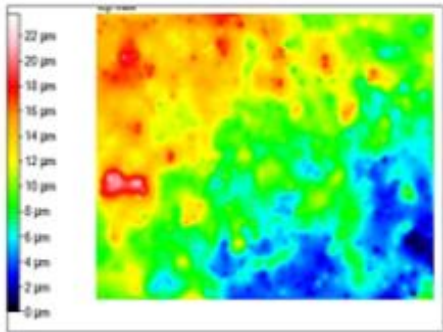
Nano ve mikro ölçekli ZnO içeren çözelti içeren kompozit yüzelerinin tek ve çift kaplama sonrası yüzeylerine ait yüzey ortalama pürüzlülük değerleri Şekil-4.18'de verilmiştir.



Tek Kat Nano
ZnO Kaplamalı

Sa: 0.854

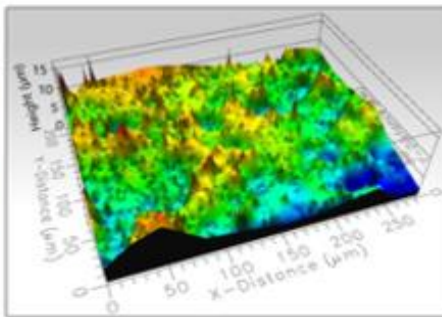
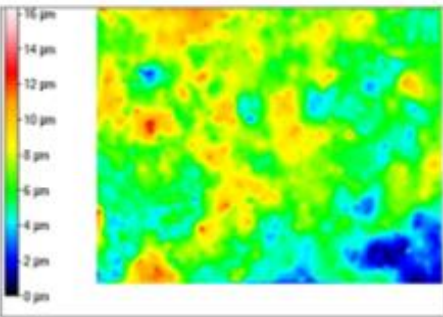
(a)



Çift Kat Nano
ZnO Kaplamalı

Sa: 3.148

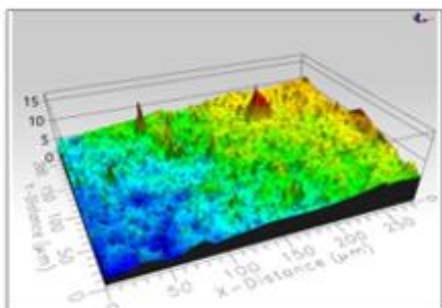
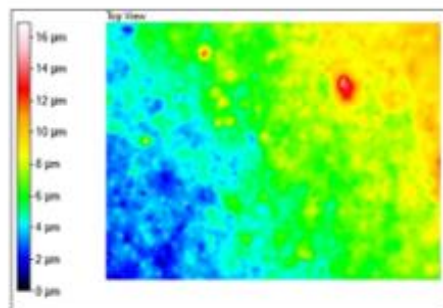
(b)



Tek Kat Mikro
ZnO Kaplamalı

Sa: 1.51

(c)



Çift Kat Mikro
ZnO Kaplamalı

Sa: 1.73

(d)

Şekil 4.18. Tek ve çift katmanlı çözelti ile kaplanmış kompozit yüzeylerin tipik bir 3 boyutlu optik profilometre görüntüleri ve pürüzlülük sonuçları, (a) tek, (b) çift katmanlı nano ZnO katkılı çözelti, (c) tek, (d) çift katmanlı mikro ZnO katkılı çözüm

5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Çalışmada kullanılan ıskarta seramik ürünlerin öğütülüp farklı boyutlarda ebatlandırılması ile elde edilmiş kompozit numunelerde en iyi sonuçlar, fiziko-mekanik özellikler, kompozit maliyeti ve döküm özellikleri açısından düşünüldüğünde, Seramik toz-polyester oranının 1.0 olduğu ve tane boyutunun 90 µm altı olan KT2 numunesinde elde edildi. Oran 1,5 olan numunelerde döküm özellikleri iyi olmadığı için bu numunelere yönelik sonuçlar belirlenemedi.

Polyester yüzeyinde ve kompozit yüzeyinde farklı numaralara sahip zımpara kâğıtları kullanılarak yapılan pürüzlendirme sonrası en yüksek temas açısı sonuçları, 600 lük zımpara işlemi sonrası elde edildi.

Çift ve tek kat kaplama sonrası temas açıları çok değişmediği için daha iyi bir kaplama elde edilmesi açısından çift kat kaplama yapılmıştır.

Seramik takviyeli polyester matrisli kompozit yüzeylerin ıslanabilirliği ve kolay temizlenebilme özellikleri, kompozit yüzey üzerine nano/mikro ölçekli ZnO parçacıkları içeren hidrofobik bir çözeltinin püskürtülmesiyle oluşturulan kompozit yüzeyine ait sonuçlar incelendiğinde, elde edilen bulgular aşağıda verilmiştir.

- Saf polyester yüzeyleri neredeyse hidrofobik bir davranış sergiler. Hidrofilik seramik fazın eklenmesiyle polyester yüzeyinin temas açısı 80,70°'den 60,80°'ya düştü.
- Yüzeyler aşındırıldıktan sonra temas açıları arttı; kompozit yüzeyin temas açısı 66,21° ve polyesterin yüzeyinin temas açısı 84,90° idi.
- Yüzeyin nano ve mikro ZnO parçacıklarından oluşan tek kat hidrofobik çözelti ile kaplanması temas açısını arttırdı ve süperhidrofobikliğe (143°-147°) yaklaştırdı.
- Mikro ZnO parçacıkları içeren hidrofobik bir çözeltiyle kaplama, nano ZnO parçacıklarıyla kaplamaya göre daha iyi performans gösterdi. Nano ZnO parçacıklarının yeterince dağılmaması nedeniyle yüzeydeki kusurlar tespit edildi.
- Nano ZnO partikülleri içeren solüsyonla kaplanan yüzeylerde kendi kendini temizleme etkisi görülmezken, mikro ZnO katkılı yüzeylerde hem süperhidrofobik hem de kendi kendini temizleme etkisi görüldü.
- Kompozit yüzey üzerinde çok sayıda nano/mikrokraterler olduğundan taşlama işlemi boyunca yüzey pürüzlülüğü artar. Pürüzlendirmenin etkisi ve yüzey kimyasındaki değişiklikler nedeniyle, kompozit yüzeylerde mikro/nano kraterler aracılığıyla hava ceplerinin oluşması, temas açısının artması ve spesifik yüzey enerjisinin azalması nedeniyle uygulanan kaplama kompozit yüzeye daha iyi yapışmıştır.
- Çalışmada en iyi sonuçlar mikro ZnO içeren kaplamanın çift kat uygulanmasıyla elde edilmiştir (CA: 157.8° ve $\Delta\theta \sim 5^\circ$ civarındadır).

KAYNAKLAR

- Açıkbaş, G., and Göçmez, H., (2017). Polyester Matrisli Kompozit Özelliklerine Vitrikiye Seramik Sağlık Gereci Atık Miktarının Etkisi. *Academic Platform Journal*, Vol.8, pp.138-145.
- Açıkbaş, G., Çalış Açıkbaş, N., (2021). Effect of Sintering Regime on Superhydrophobicity of Silicon Nitride Modified Ceramic Surfaces. *J. Asya Ceramics*. Vol. 9, No. 2, pp. 734–744.
- Açıkbaş, G., Çalış Açıkbaş, N., (2021). Nanoarchitectonics for Polymer-Ceramic Hybrid Coated Ceramic Tiles for Antibacterial Activity and Wettability. Vol. 127, pp. 734–744.
- Adeakin, O.A.S., Popoola, A.V., and Ajekwene, K.K., (2022). *Fibers Polym. Journal of Applied Sciences and Environmental Management*, Vol. 26, No. 5, pp.789-792.
- Al-Naamani, Dobretsov, L., Dutta, S.J., and Burgess, J.G., (2017). *Chemosphere. Journal of Agricultural and Marine Sciences*. Vol. 23, pp. 92– 98.
- Attar, R.M.S., Alshareef, M., Snari, R.M., Alaysuy, O., Aldawsari, A.M., Abu-Melha, S., El-Metwaly, N.M., and Mater. J., (2022). Development of Novel Photoluminescent Fibers From Recycled Polyester Waste Using Plasma-Assisted Dyeing Toward Ultraviolet Sensing and Protective Textiles. *Technol*. Vol. 21, pp.1630–1642. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt>.
- Beaumont, P.W.R., and Zweben, C.H., (2018). *Comprehensive Composite Materials II*, 2nd edn. (Elsevier, Amsterdam).
- Erbil, H.Y.A., Demirel, Avcı, L., and Mert, Y.O., (2003). Transformation of a Simple Plastic Into a Super-Hydrophobic Surface, *Science*. Vol. 299, pp.1377-1380.
- Fowkes, F.M., (1964) *Attractive Forces at Interfaces*. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, Vol. 56, pp.40-52.
- Han, J.T., Lee, D.H. Ryu, C.Y., Cho, K., and Am. J., (2004). Fabrication of Superhydrophobic Surface From a Supramolecular Organosilane With Quadruple Hydrogen Bonding. *Chem. Soc*. Vol. 126, No. 15, pp.4796–4797.
- Han, J.T., Jang, Y.D., Lee, Y., Park, J.H., Song, S.H., Ban, D.Y., and Cho, K.J., (2013). Correction: Reconstruction of the ZIF-67 Structure and Boosted Hydrogen Evolution Reaction in an Alkaline Medium. *Alemayehu Paulos Washe Dipòsit*. pp.475.

- Hozumi, A., and Takai, O., (1997). Preparation of Ultra Water-Repellent Films by Microwave Plasma-Enhanced CVD. Elsevier. Vol. 303, No.1–2, pp.222-225.
- Ishida, E.H., (2004). Channelling the Forces of Nature–Human And Earth Conscious Materials May Create New Waves. (Qualicer Ceramic tile quality, 2004), <https://www.tib.eu/en/search/id/World-Congress-on-Ceramic-Tile>. Accessed 21 July 2023.
- Kaelble, D.H.J., (1970). Dispersion-Polar Surface Tension Properties of. Organic Solids, The Journal of Adhesion Vol. 2, No. 2, pp.66-81.
- Kramer, H., (2016). Ullmann's Polymers and Plastics: Products and Processes, ed. By B. Elvers (Wiley, Weinheim. E-Book.
- Lathe, S.S., Terashima, C., Nakata, K., and Fujishima, A., (2014). Superhydrophobic Surfaces Developed by Mimicking Hierarchical Surface Morphology of Lotus Leaf, Molecules. Vol. 19, No. 4, pp.4256-4283.
- Li, G., Wei, X., Wang, W., He, T., and Li, X., (2010). Super-hydrophobic Surface on Pure Magnesium Substrate by Wet Chemical Method. Appl. Surface Science, Vol. 256, No. 12, pp.3837-3840.
- Nakajima, A., Abe, K., Hashimoto, K., and Watanabe, T., (2000). Preparation of Hard Super-Hydrophobic Films with Visible Light Transmission, Thin Solid Films, Vol. 376, pp.140-143.
- Neinhuis, C., and Barthlott, W., (1997). Characterization and Distribution of Water-Repellent, Self-Cleaning Plant Surfaces. Ann. Bot. Vol. 79, pp.667–677.
- Nosonovsky, M., and Bhushan, B., (2005). Roughness Optimization for Biomimetic Superhydrophobic Surfaces, Langmuir, Vol. 11, pp.535-549.
- Nosonovsky, M., and Bhushan, B., (2008). Patterned Non-Adhesive Surfaces: Superhydrophobicity and Wetting Regime Transitions, Langmuir. Vol. 24, pp.1525-1533.
- Ouir, S., Lachenani, H., Boudeffar, F., Bouaoua, A., Cheraga, H., Zermane, F., and Benmaamar, Z., (2019). Structural, Morphological and Optical Characterization of CuO/ZnO Nanocomposite Films. Applied Physics A. pp.12-06.

- Owens, D.K., Wendt, R.C., and Appl. J., (1969). Estimation of the Surface Free Energy of Polymers. *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 13, pp.1741-1747.
- Özcan, S., Açıkbay, G., and Açıkbay, N.C., (2018). Induced Superhydrophobic And Antimicrobial Character Of Zinc Metal Modified Ceramic Wall Tile Surfaces *Appl. Surf. Sci.* pp.438 136–46.
- Özcan, S., Açıkbay, G., Çalış, A.N., (2018) Induced Superhydrophobic And Antimicrobial Character Of Zinc Metal Modified Ceramic Wall Tile Surfaces. *Appl Surf Sci.* No. 438, pp.136–46.
- Patankar, N.A., (2004). Transition Between Superhydrophobic States on Rough Surfaces. *Journal Langmuir*, Vol. 20, No. 17, pp. 7097-7102.
- Selim, M.S., Yang, H., Wang, F.Q., Fathallah, N.A., Huang, Y., and Kuga, S., (2019). Silicone/ZnO Nanorod Composite Coating as a Marine Antifouling Surface. *Applied Surface Science*, Vol. 466, pp.40-50.
- Sun, H., Wang, Chen, Y.J., and Hillborg, H., (2015). Silicone rubber with improved hydrophobicity. (Curran Associates Proceedings IEEE, 2015), <https://ieeexplore.ieee.org/document/7352048>. Accessed 23 July 2023.
- Wu, X. Zheng, and Wu, L. D. (2005). Fabrication of Superhydrophobic Surfaces From Microstructured ZnO-based Surfaces via a Wet-Chemical Route. *Langmuir*, Vol. 21, pp.2665–2667.
- Zhai, L. Cebeci, F.C. Cohen, R.E. and Rubner, M.F. (2004). Stable Superhydrophobic Coatings from Polyelectrolyte Multilayers. *Nano Letters*, Vol. 4, No. 7, pp.1349–1353.
- Zhan, Z. Zhang, Q. Lu, F. Liu, Y. Liu, W. Li, Z. and Xie, Q. (2019). Reconstructed Orthorhombic V2O5 Polyhedra for Fast Ion Diffusion in K-Ion Batteries. *Chem* Vol. 5, pp. 168–179.

