



**KARBON ELYAF TAKVİYELİ POLİFENİLEN SÜLFÜR
TERMOPLASTİK KOMPOZİT MALZEMENİN GRAFEN VE ÇİNKO
BORAT İLE KAPLANARAK ALEV GECİKTİRİCİ ÖZELLİĞİNİN
İNCELENMESİ**

Kübra TAŞYÜREK

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
KİMYA ANA BİLİM DALI**

**GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

TEMMUZ 2023

ETİK BEYAN

Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Tez Yazım Kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada;

- Tez içinde sunduğum verileri, bilgileri ve dokümanları akademik ve etik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
 - Tüm bilgi, belge, değerlendirme ve sonuçları bilimsel etik ve ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
 - Tez çalışmada yararlandığım eserlerin tümüne uygun atıfta bulunarak kaynak gösterdiğimi,
 - Kullanılan verilerde herhangi bir değişiklik yapmadığımı,
 - Bu tezde sunduğum çalışmanın özgün olduğunu,
- bildirir, aksi bir durumda aleyhime doğabilecek tüm hak kayıplarını kabullendiğimi beyan ederim.

Kübra TAŞYÜREK

06/07/2023

KARBON ELYAF TAKVİYELİ POLİFENİLEN SÜLFÜR TERMOPLASTİK
KOMPOZİT MALZEMENİN GRAFEN VE ÇİNKO BORAT İLE KAPLANARAK
ALEV GECİKTİRİCİ ÖZELLİĞİNİN İNCELENMESİ

(Yüksek Lisans Tezi)

Kübra TAŞYÜREK

GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Temmuz 2023

ÖZET

Polimer matrisli termoplastik kompozit malzemelerin gösterdikleri üstün özellikleriyle havacılık sektöründe kullanımları giderek artmaktadır. Uçaklarda kullanılan kompozit malzemelerin yanmazlık özelliklerinin iyi olması beklenmektedir. Bu çalışmada ticari olarak üretilmiş %50 karbon elyaf (KE) takviyeli polifenilen sülfür (PPS) kompozit plakanın yüzeyi alev geciktirici özelliği bilinen indirgenmiş grafen oksit (r-GO) ve çinko borat ile sprej püskürtme yöntemi kullanılarak kaplandı. Kaplama yapılmayan ve yapılan numunelerin karakterizasyonları yapısal olarak, temas açısı ölçümleri, yüzey morfolojisi tayini, yanma analizleri, ısıl analizler ve mekanik analizler ile araştırıldı. Kaplama yapılmayan 50KE/PPS kompozit plakanın yanma analizi sonucunda limit oksijen indeksi (LOI) değeri $59,2 \pm 0,25$ olarak ölçüldü. Grafen oksit kaplanmış numunenin LOI değeri $61,0 \pm 0,25$ iken grafen oksit ve çinko borat kullanılarak kaplama yapılan numunenin LOI değeri $61,8 \pm 0,57$ olarak ölçüldü. Grafen oksit ve çinkoboratin birlikte kaplanması kompozit malzemenin LOI değerini sinerjik etki yaratarak artırdığı tespit edildi. Çalışma sonuçlarının endüstriyel kullanılabilir olabileceği sonucuna varıldı.

Bilim Kodu : 20115
Anahtar Kelimeler : Termoplastik kompozit malzemeler, Polifenilen sülfür, yanma geciktirici malzemeler, grafen, çinko borat
Sayfa Adedi : 81
Danışman : Prof. Dr. Halil İbrahim ÜNAL

INVESTIGATION OF FLAME RETARDANT PROPERTIES OF CARBON FIBER
REINFORCED POLYPHENYLENE SULFIDE THERMOPLASTIC COMPOSITE
MATERIAL BY COATING WITH GRAPHENE AND ZINC BORATE

(M. Sc. Thesis)

Kübra TAŞYÜREK

GAZİ UNIVERSITY

GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES

July 2023

ABSTRACT

The use of polymer matrix thermoplastic composite materials with superior properties in the aviation sector is increasing. Composite materials used in airplanes are expected to have good fire resistance properties. In this study, the surface of a commercially produced 50% carbon fiber (CF) reinforced polyphenylene sulfide (PPS) composite plate was coated using a spray coating method with reduced graphene oxide (r-GO) and zinc borate, both known for their flame-retardant properties. The structural characterization, contact angle measurements, surface morphology determination, combustion analysis, thermal analysis, and mechanical analysis of both coated and uncoated samples were conducted. The limit oxygen index (LOI) value of the uncoated 50CF/PPS composite plate was measured as 59.2 ± 0.25 . The LOI value of the graphene oxide coated sample was 61.0 ± 0.25 , while the LOI value of the sample coated with both graphene oxide and zinc borate was measured as 61.8 ± 0.57 . It was determined that coating with both graphene oxide and zinc borate synergistically increased the LOI value of the composite material. The results of the study are believed to be industrially applicable.

Science Code : 20115
Key Words : Thermoplastic composites, polyphenylene sulfide, flame retardants,
graphene, zinc borate
Page Number : 81
Supervisor : Prof. Dr. Halil İbrahim ÜNAL

TEŞEKKÜR

Tez çalışmam boyunca tüm bilgi ve birikimini benimle paylaşan, sabrı ve yönlendirmeleriyle akademik anlamda gelişme göstermeme katkısı olan, öğrencisi olmaktan her zaman gurur duyduğum değerli danışman hocam Prof. Dr. Halil İbrahim ÜNAL'a, teşekkürlerimi sunarım. Tezimin ortaya çıkmasında katkısı olan Türk Havacılık ve Uzay Sanayii (TUSAŞ)'a, çalışmamda her türlü bilgi ve tecrübelerini aktararak beni yönlendiren TUSAŞ Araştırma ve Geliştirme Teknolojileri Bölümü Şefi Doç. Dr. Yahya ÖZ'e, tez çalışmam süresince kıymetli desteklerini esirgemeyen TUSAŞ Özel Prosesler Müdürü Emel BOYACIOĞLU'na ayrıca teşekkür ederim. Tez çalışmama her zaman destek olan Ar. Gör. Dr. Gökçe Çalış İSMETOĞLU'na teşekkürlerimi sunarım. BOREN'de yapılan LOI ve UL-94 yanma testlerini gerçekleştirmeme müsaade eden Hüseyin Doyuran'a ve deneyleri birlikte yaptığımız sevgili arkadaşım Nasibe ARSLAN'a, Optik Mikroskop analizleri için laboratuvarını bana açan Gazi Üniversitesi, Biyoloji Bölümünden kıymetli hocam Prof. Dr. Fatma ÜNAL ve Ar. Gör. Ece AKBAŞ'a, DSC ve TGA analizleri için destek olan Gazi Üniversitesi Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliğinden Öğr. Gör. Gözde ALTUNTAŞ'a, ATR-FTIR ve SEM analizini yapmamda kıymetli desteği olan Sakarya Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliğinden Prof. Dr. Fatih ÜSTEL ve Doç. Dr. Ekrem ALTUNCU hocalarıma teşekkürü bir borç bilirim. Hayatımın her döneminde ve aldığım her kararda beni koşulsuz destekleyen anneme ve babama, varlıklarıyla bana güç veren ablalarım ve ikiz kardeşlerime sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET	iv
ABSTRACT.....	v
TEŞEKKÜR.....	vi
İÇİNDEKİLER	vii
ÇİZELGELERİN LİSTESİ.....	x
ŞEKİLLERİN LİSTESİ.....	xi
RESİMLERİN LİSTESİ.....	xiii
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	xv
1. GİRİŞ.....	1
2. GENEL BİLGİ VE LİTERATÜR ARAŞTIRMASI.....	3
2.1. Kompozit Malzemeler.....	3
2.1.1. Kompozit malzemelerin sınıflandırılması	4
2.2. Polimerler Hakkında Genel Bilgi.....	6
2.3. İleri Mühendislik Termoplastikleri	7
2.4. Polifenilen Sülfür (PPS).....	9
2.4.1. Karbon elyaf takviyeli PPS kompozitleri	10
2.5. Kompozit Malzemelerin Kaplanabilirliği/Nanokaplamalar.....	10
2.6. Polimerlerin Yanma Mekanizmaları	12
2.7. Alev Geciktirici Malzemeler.....	14
2.7.1. Halojen içeren alev geciktirici katkı maddeleri	16
2.7.2. Fosfor içeren alev geciktiriciler	17
2.7.3. Bor esaslı alev geciktirici malzemeler	18
2.7.4. Nanomalzeme ve nanokil esaslı alev geciktiriciler	19
2.7.5. Grafen ve grafen oksitin yanma geciktirici olarak kullanılması.....	21

	Sayfa
2.8. Havacılık Sektöründe Yanma Geciktirici Malzemelerin Önemi	23
2.9. Literatür Araştırması	25
3. DENEYSEL KISIM	29
3.1. İndirgenmiş Grafen oksit (r-GO) Dispersiyonunun Hazırlanması.....	29
3.2. Çinko Borat ve r-GO/Çinko borat Dispersiyonların Hazırlanması.....	30
3.3. 50KE/PPS Kompozit plakanın kesilmesi.....	31
3.4. 50KE/PPS Kompozit Plakaların Yüzeylerine Püskürtme ile r-GO ve r-GO/Çinko borat Kaplanması	33
3.5. Yapısal Analiz Çalışmaları	35
3.6. Temas Açısı Ölçümleri	35
3.7. Morfolojik Analiz Çalışmaları	36
3.7.1. Yüzey pürüzlülüğü ölçümleri	36
3.7.2. Optik mikroskop ölçümleri.....	36
3.6.3. SEM analizi	37
3.8. Yanma Analizleri	39
3.8.1. Limit oksijen indeksi (LOI) analizi	39
3.8.2. Dikey yanma testi (UL-94).....	39
3.9. Isıl Analizler.....	40
3.9.1. Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) analizi.....	40
3.9.2. Termogravimetrik analiz (TGA)	41
3.10. Mekanik analizler.....	41
3.10.1. Çekme testi	41
3.10.2. Üç nokta eğme testi	42
4. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ VE TARTIŞMA.....	43
4.1. Yapısal Analiz Sonuçları.....	43
4.2. Temas Açısı Ölçümleri	45

	Sayfa
4.3. Yüzey Morfoloji Analizleri.....	46
4.3.1. Yüzey pürüzlülüğü ölçümleri	47
4.3.2. Optik mikroskop görüntüleri	48
4.3.3. SEM analizi sonuçları.....	49
4.4. Yanma Analizi Sonuçları	52
4.4.1. Sınırlayıcı oksijen indeksi (LOI) sonuçları	52
4.4.2. UL-94 test sonuçları	56
4.5. Isıl Analiz Sonuçları.....	57
4.5.1. DSC sonuçları.....	57
4.5.2. TGA sonuçları	60
4.6. Mekanik Analiz Sonuçları.....	64
4.6.1. Çekme testi	64
4.6.1. Üç nokta eğme testi sonuçları.....	67
5. SONUÇ VE ÖNERİLER	69
KAYNAKLAR	71
ÖZGEÇMİŞ	81

ÇİZELGELERİN LİSTESİ

Çizelge	Sayfa
Çizelge 2.1. Cam ve karbon elyafların yoğunluk değerleri	5
Çizelge 2.2. Matris malzemeye göre kompozitlerin sınıflandırılması.....	6
Çizelge 2.3. Fosfor içeren alev geciktirici malzemeler.....	18
Çizelge 2.4. Grafenin bazı önemli özellikleri.	21
Çizelge 4.1. 50KE/PPS, 50KE/PPS/r-GO ve 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat numunelerinin temas açıları	46
Çizelge 4.2. Numunelerin yüzey pürüzlülüğü değerleri	48
Çizelge 4.3. Numunelerin LOI (%) değerleri	53
Çizelge 4.4. UL 94 test sınıflandırılması	56
Çizelge 4.5. 50KE/PPS, 50KE/PPS/r-GO ve 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat numunelerin UL-94 Test değerleri.....	57
Çizelge 4.6. Numunelerin TGA sonuçları	60
Çizelge 4.7. Numunelerin çekme dayanımı test sonuçları.....	655
Çizelge 4.6. Numunelerin üç nokta eğme test sonuçları.....	68

ŞEKİLLERİN LİSTESİ

Şekil	Sayfa
Şekil 2.1. Tipik bir kompozit malzeme yapısı	3
Şekil 2.2. Takviye malzemeye göre kompozitlerin sınıflandırılması	4
Şekil 2.3. Termoset polimerlerdeki çapraz bağlar	7
Şekil 2.4. Termoplastik yapıdaki polimerlerin şematik gösterimi	7
Şekil 2.5. İleri mühendislik termoplastiklerinin gruplandırılması	8
Şekil 2.6. Polifenilen sülfür yapısı	9
Şekil 2.7. Polifenilen sülfür sentez tepkimesi	9
Şekil 2.8. Polimerik malzemelerin kaplanmasında kullanılan yöntemler.....	11
Şekil 2.9. Polimerlerin yanma mekanizması.....	13
Şekil 2.10. Alev geciktirici malzemelerin sınıflandırılması	15
Şekil 2.11. Grafenin yapısı.....	20
Şekil 2.12. a) Grafen, b) grafen oksit, c) indirgenmiş grafen oksitin yapısı	21
Şekil 2.13. Grafenin yanma geciktirici olarak çalışma mekanizması	22
Şekil 4.1. 50KE/PPS ATR-FTIR diyagramı	43
Şekil 4.2. 50KE/PPS, 50KE/PPS/r-GO ve 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat numunelerinin FTIR görüntüleri	44
Şekil 4.3. a) Kürlleme yapılmayan 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat numunesi, b) Kürlleme yapıldıktan sonra 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat numunesi.....	49
Şekil 4.4. 50KE/PPS numunesinin SEM görüntüleri.....	49
Şekil 4.5. 50KE/PPS numunesi SEM/EDX analizi görüntüsü	50
Şekil 4.6. 50KE/PPS numunesinin SEM/EDX analiz sonuçları.....	50
Şekil 4.7. 50KE/PPS/r-GO numunesinin SEM görüntüleri	51
Şekil 4.8. 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat numunesinin görüntüleri a) 5000X, b) 10000X.....	52
Şekil 4.9. Numunelerin LOI (%) değerleri	53
Şekil 4.10. 50KE/PPS termoplastik kompozitlerinin yanma ürünleri	54

Şekil	Sayfa
Şekil 4.10. 50KE/PPS DSC diyagramı	59
Şekil 4.11. 50KE/PPS/r-GO DSC diyagramı (içerideki termogram T_g bölgesidir).....	59
Şekil 4.12. 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat DSC diyagramı	60
Şekil 4.13. r-GO ve PPS kompoziti	61
Şekil 4.14. 50KE/PPS numunesinin TGA termogramı.....	63
Şekil 4.15. 50KE/PPS/r-GO numunesinin TGA termogramı	63
Şekil 4.16. 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat numunesinin TGA termogramı	64
Şekil 4.17. Çekme dayanımı sonuçları	65
Şekil 4.18. 50KE/PPS numunesinin gerilim-%uzama sonuçları	66
Şekil 4.19. 50KE/PPS/r-GO numunesinin gerilim-%uzama sonuçları.....	66
Şekil 4.20. 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat numunesinin gerilim-%uzama sonuçları.....	67

RESİMLERİN LİSTESİ

Resim	Sayfa
Resim 3.1. Grafit tozunun H ₂ SO ₄ içinde dağıtılması.....	29
Resim 3.2. a) Genişletilmiş grafitin buz banyosunda karıştırılması, b) GO görüntüsü, c) r-GO	30
Resim 3.3. a) Ağırlıkça %5'lik hazırlanan çinko borat dispersiyonu, b) Ağırlıkça %5 r-GO ve %5 çinko borat dispersiyonları	31
Resim 3.4. 50KE/PPS kompozit plaka	31
Resim 3.5. Su-jeti ile kesilen 50KE/PPS kompozit plakalar ve numaralandırılması	32
Resim 3.6. 120 grit zımpara ile aşındırılan 50KE/PPS numuneleri.....	32
Resim 3.7. Tabanca ile yüzeye püskürtme uygulaması	33
Resim 3.8. Yüzeylerine püskürtme yapılmış numunelerin görüntüsü.....	34
Resim 3.9. Sprey kaplama yapıldıktan sonra fırınlanan numuneler	34
Resim 3.10. ATR-FTIR cihazının görüntüsü.....	35
Resim 3.11 Temas açısı ölçüm cihazı.....	36
Resim 3.12. Optik mikroskop cihazı.....	37
Resim 3.13. Altın kaplama yapılan 50KE/PPS numunesi	38
Resim 3.14. SEM cihaz görüntüsü.....	38
Resim 3.15. LOI test cihazı.....	39
Resim 3.16. UL-94 test cihazı.....	40
Resim 3.17. DSC cihazı.....	41
Resim 3.18. Çekme testi cihazı.....	42
Resim 3.19. Üç nokta eğme test cihazı	42
Resim 4.1. 50KE/PPS numunesinin LOI test görüntüleri.....	54
Resim 4.2. 50KE/PPS/r-GO numunesinin LOI test görüntüleri	55
Resim 4.3. 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat numunesinin LOI test görüntüleri.....	55
Resim 4.4. 50KE/PPS, 50KE/PPS/r-GO ve 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat numunelerine uygulanan UL-94 Test görüntüleri.....	57

Resim	Sayfa
Resim 4.5. Çekme testi sonrası numunlerin görüntüleri a) 50KE/PPS, b) 50KE/PPS/r-GO c) 50KE/PPS/r-DO/Çinko borat	65
Resim 4.6. Numunelerin üç nokta eğme testi sonundaki görünüşleri	67



SİMGELER VE KISALTMALAR

Bu çalışmada kullanılmış simgeler ve kısaltmalar, açıklamaları ile birlikte aşağıda sunulmuştur.

Simgeler

Açıklamalar

°C	Sıcaklık, celsius
cm	Santimetre
dak	Dakika
GPa	Giga Pascal
Hz	Hertz
mL	Mililitre
mm	Milimetre
s	Saniye
TPa	Tera Pascal
θ _{temas}	Temas açısı
µm	Mikrometre

Kısaltmalar

Açıklamalar

ASTM	American Society for Testing and Materials
ATR-FTIR	Attenuated total reflectance fourier transform infrared spektrometre
Br	Brom
CE	Cam Elyaf
CF	Carbon Fiber
Cl	Klor
CNT	Carbon Nanotubes
DSC	Diferansiyel Tarama Kalorimetresi
EDX	Enerji Dağılımlı X-Işını Spektrometresi
EFRA	European Flame Retardant Agency (Avrupa Alev Geciktiriciler Derneği)
EPA	Environmental Protection Agency (Çevre Koruma Ajansı)

Kısaltmalar	Açıklamalar
F	Flor
GO	Grafen oksit
I	İyot
KE	Karbon elyaf
kN	Kilo Newton
LOI	Limit Oksijen İndeksi
MPa	Mega Pascal
PA	Poliamid
PP	Polipropilen
PPS	Poli(fenilen sülfür)
PVC	Pol(ivinil klorür)
Ra	Roughness Average (Ortalama Yüzey Pürüzlülüğü Değeri)
r-GO	İndirgenmiş grafen oksit
S	Kükürt atomu
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
T_e	Erime sıcaklığı
T_g	Camsı geçiş sıcaklığı
TGA	Termogravimetrik Analiz
T_i	İlk bozunma sıcaklığı
T_k	Kristallenme sıcaklığı
T_s	Son bozunma sıcaklığı
TSB	Transportation Safety Board of Canada (Kanada Ulaştırma Güvenliği Kurulu)
UHMWPE	Ultra yüksek molekül ağırlıklı polietilen
UL-94	Underwriters Laboratory Test (Dikey Yanma Testi)

1. GİRİŞ

Kompozit malzemeler iki veya daha fazla malzemenin bir araya gelerek oluşturduğu yeni tür malzemelerdir. Kompozit malzemeler matris ana fazı ve bunun içine dağılmış olan takviye malzemesinden oluşur. Dolgu maddelerinin bir polimer matrisine eklenmesiyle polimer kompozitler oluşur. Savunma sanayiinde gösterdikleri üstün özellikleri nedeniyle termoplastik kompozit malzemeler daha çok tercih edilmektedir. Poli(fenilen sülfür) PPS, yüksek performanslı bir mühendislik termoplastığıdır. Savunma sanayiinde PPS; karbon elyaf (KE), cam elyaf (CE) ve karbon nanotüpten (CNT) oluşan kompozitleri şeklinde kullanılmaktadır. Bu kompozitlerden KE/PPS, gelişmiş sertliği, tokluğu, aşınma direnci, yükseltgenme direnci, ısı direnci ve düşük özgül ağırlığı nedeniyle özellikle tercih edilmektedir. Havacılık sektöründe kullanılan malzemelerin yanma özelliklerinin yüksek olması beklenmektedir. Termoplastik malzemeler de her malzeme gibi belirli sıcaklık değerinin üstünde yanmaktadır. Bu yüzden malzemelerin yanma özelliklerini iyileştirmek için alev geciktirici katkı malzemeleri yapıya eklenmektedir.

Alev geciktiriciler genellikle halojen, metal hidroksitler, fosfor, boratlar ve inorganik malzeme esaslı olarak matris malzemeye katkılanabilmektedir bu malzemelerin her biri yanma sırasında farklı mekanizmalar üzerinden etki ederek yanmayı bastırırlar. Halojen içeren alev geciktiricilerin çevre ve insan sağlığına zararlı etkilerinden dolayı bazı ülkelerde kullanımını kısıtlanmış veya yasaklanmıştır. Bu yüzden yeşil kimya ilkelerine uygun yeni tür alev geciktirici maddelere ihtiyaç duyulmaktadır [1].

Paris Yeşil Mutabakatında dile getirilen çevresel kaygılar nedeniyle, çevre dostu ve yanma direnci yüksek katkı maddelerinin PPS yüzeylerine kaplanması önemlidir. Bu gereksinimleri karşılamak için grafen ve çinko borat uygun birer aday olup bu konuda pek çok araştırma rapor edilmiştir. Polimerik malzemelerin yanma direncinin artırılmasında grafenin ve çinko boratın etkisinin incelendiği birçok çalışma literatürde rapor edilmiştir. Grafenin yanma esnasında kömürleşme (char yield) oluşumu mekanizması üzerinden yanmayı engellediği [2], çinko boratın malzeme yanarken camsı bir faza dönüşüp yalıtkan bariyer tabakası oluşturma mekanizması üzerinden yanmayı baskıladığı bilinmektedir [3].

Literatürde kompozit malzemelerin üretilmesi için çok fazla yöntem önerilmiştir. Yanma özelliklerini iyileştirmek için kullanılan alev geciktirici katkı malzemeleri genellikle

kompozit üretim aşamasındayken eklenmektedir. En az iki farklı malzemeden oluşan kompozit yapılar üretim aşamasındayken bazı sorunlarla karşılaşmaktadır. Bunlar kullanılan malzemelerin kompozit yapı içinde homojen dağılmaması, malzemelerin maliyetinin yüksek olması ve uzun üretim süreçleri gerektirmesi olarak sıralanabilir. PPS reçinesinin ticari olarak yüksek maliyetli olması, karbon elyaf ile üretimi için ekstruder cihazlarının kullanım süresinin uzun ve yüksek işlem sıcaklığı gerektirmesinden [4] dolayı bu çalışmada TUSAŞ tarafından ticari olarak hazır temin edilen 50KE/PPS kompozit plaka kullanıldı.

Bu çalışmada matris olarak %50KE ve %50PPS içeren plakalar (50KE/PPS) alınarak yüzeyleri çeşitli tekniklerle kaplamaya hazır hale getirildikten sonra indirgenmiş grafen oksit (r-GO) ve r-GO/çinko borat ile kaplandı. Hazırlanan 50KE/PPS/r-GO ve 50KE/PPS/r-GO/çinko borat hibrit kompozit malzemelerin yapısal karakterizasyonu (FTIR), temas açısı ölçümleri, yüzey enerjisi tayini, yüzey morfolojisi (yüzey pürüzlülüğü, ışık mikroskop ve SEM) yanma direnci (UL-94, LOI), ısıl direnci (DSC, TGA) ve mekanik özellikleri çeşitli teknikleri ile aydınlatıldı. r-GO ile kaplandıktan sonra, 50KE/PPS plakaların LOI değerinin yanma direncinin hedeflendiği gibi hafifçe artırılabilirdiği sonucuna varıldı.

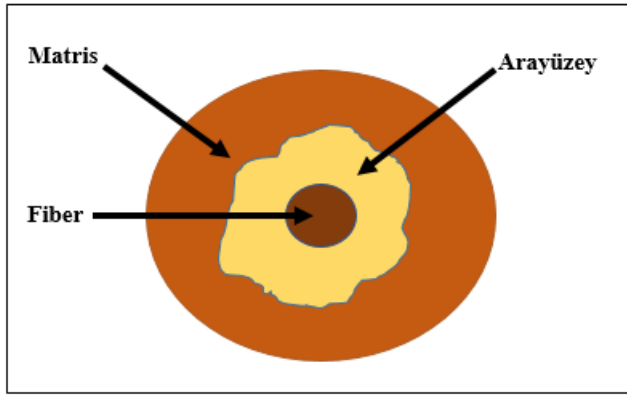
50KE/PPS ham kompozitin LOI değeri $59,2 \pm 0,25$ iken, yüzeyine r-GO kaplandıktan sonra elde edilen 50KE/PPS/r-GO kompozit plakanın LOI değerinin $61,2 \pm 0,25$ 'ye bu kompozit yapının yüzeyine çinko borat eklendikten sonra elde edilen 50KE/PPS/r-GO/çinko borat yapısının LOI değerinin ise $61,8 \pm 0,25$ 'e çıktığı tespit edildi.

2. GENEL BİLGİ VE LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

2.1. Kompozit Malzemeler

20. yüzyılın ortalarından itibaren ortaya çıkan kompozit malzemeler günümüzde malzeme biliminin ve ileri teknolojinin en önemli araştırmalarına konu olmuştur. Gelecek vaat eden üstün özellikleri onları havacılık, inşaat, otomotiv, spor, biyo-medikal ve diğer endüstriyel alanlardaki muazzam uygulamalar için kullanılabilir hale getirmektedir. Araştırmalar sonucunda kompozit malzemelerin üstün yapısal ve mekanik özelliklere sahip olduğu; kimyasallara, yangına, korozyona ve aşınmaya karşı direnç gösterdiği rapor edilmiştir [5].

Kompozit malzemeler iki veya daha fazla farklı tip malzemenin bir araya gelerek fiziksel anlamda arayüzey oluşturup tek bir malzeme gibi davrandığı yeni tür yapılardır. Ana malzeme dolgu maddelerini çevreleyen bağlayıcı malzeme veya matris olarak adlandırılır. Dolgu malzemesi ise takviye amaçlı kullanılan doğal veya yapay malzemelerden oluşur.



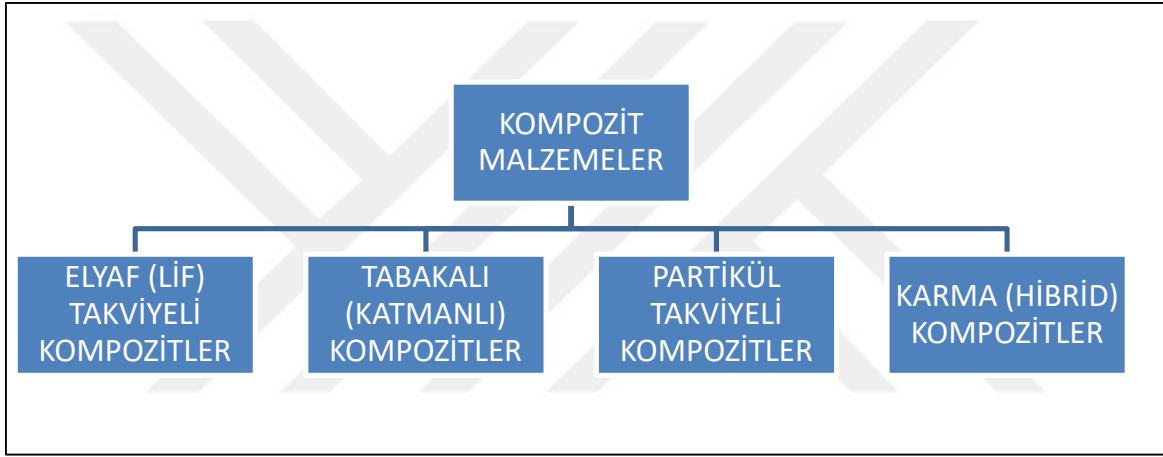
Şekil 2.1. Tipik bir kompozit malzeme yapısı

Matris malzeme genel olarak şekillendirilebilirliği ve ısı iletkenliği yüksek, sünek, belirli mekanik ve fiziksel özelliklere sahip nispeten daha yumuşak özellik gösteren fazdır. Takviye malzeme ise kompozit yapının mukavemetini sağlayan, yüksek sertlik (rijitlik) ve düşük ısı genleşmeye sahip bileşendir. Bu nedenle takviye fazı, örneğin KE lifler, kompozit malzemeye (örneğin KE/PPS) uygulanan yükü taşıdığı için matristen (PPS) daha sert ve güçlüdür [6].

En yaygın olarak kullanılan takviye malzemeleri elyaf grubundan karbon ve cam elyafıdır. Takviye edilen elyafların basma ve kesme mukavemeti ne kadar yüksek olursa bu liflere sahip polimer kompozitler o kadar yüksek yüklere dayanabilmektedir [1,2].

2.1.1. Kompozit malzemelerin sınıflandırılması

Kompozit malzemelerin sınıflandırılması içerdikleri bileşenlere göre farklı şekillerde yapılabilmektedir. En yaygını, kompozit malzemenin yapısındaki takviye ve matris malzemesine göre yapılan sınıflandırma olup Şekil 2.2 de verilmiştir [7].



Şekil 2.2. Takviye malzemeye göre kompozitlerin sınıflandırılması

Elyaf (lif) takviyeli kompozitler

Kompozit malzemelere elyaf takviyesinin temel amacı, elastik modülü ve mukavemeti yüksek kompozit malzemeler elde etmektir. Mukavemetin artması, lif ve matris arasında oluşan arayüzey etkileşiminden ve lif ve matrisin yapı içinde hizalanmasından etkilenmektedir. Elyaf lifleri sürekli veya rastgele hizalanabilir. Elyaf ve matris malzemesi seçimi elde edilecek kompozit malzemenin hangi uygulamalarda ve hangi gereksinimlerde kullanılacağına bağlıdır [8].

Elyaf takviyeli kompozitlerin mekanik davranışları, öncelikle takviye görevi gören elyafın mukavemetine, matrisin mukavemetine ve elyaf/matris arasındaki arayüzey yapışma kuvvetine bağlıdır [9]. Elyaf oranının artması mukavemet özelliklerini önemli derecede arttırmaktadır [10]. En çok kullanılan elyaf takviye malzemeleri cam ve karbon elyaflardır.

Cam Elyafar: Cam elyafı, en yaygın olarak kullanılan polimer takviye malzemelerinden biridir. En çok kullanılan cam elyaf türü E-cam (alkaliliği düşük) veya elektrikli camdır. Cam elyafları yaklaşık 7000 N/mm²'lik çekme gerilimlerine karşı direnç gösterirken, ticari olan cam elyafları 2800 ila 4800 N/mm²'ye ancak direnç gösterebilir [11].

Karbon Elyafar: Takviye olarak kullanılan lifler arasında, en yüksek mukavemet ve özgül modülü sunan malzemedir. Karbon elyaflar, yüksek sıcaklıklarda bile çekme mukavemetini korurlar, nemden etkilenmezler, cam ve diğer organik elyafların aksine stres altında kırılmazlar, ısıl genişleme katsayıları nispeten düşüktür, ısıl ve elektrik iletkenlikleri yüksektir, doğrudan bitmiş ürün ya da ön ürün olarak işlenebilir [12].

Elyaf seçimi, kompozit malzemenin nihai özelliklerine karar verirken önemli rol oynar. Bu yüzden, uygun elyaf seçimi ve elyaf matris malzemelerinin birbiri ile uyumu özel uygulama gereksinimlerine uyacak şekilde kompozit yapıların oluşuma yol açar [8].

Çizelge 2.1. Cam ve karbon elyafların yoğunluk değerleri

Lif Türü	Yoğunluk (g/cm ³)
Cam Elyaf	2,58
Karbon Elyaf	1,45

Tabakalı (Katmanlı) kompozitler

Birden fazla farklı malzemeler bir araya gelerek katmanlar halinde kompozit malzemeler oluşturur. Kompozit malzemenin tabakalı olması yapının aşınma ve korozyon direncini, mukavemetini, rijitliğini ve ısıl izolasyonunu iyileştirir [13]. Isıya ve neme dayanıklı olan tabakalı kompozit yapılar metallere daha hafif ve mukavemetli olmaları sebebiyle yaygın kullanılan kompozit malzemelerdendir [7].

Tanecik takviyeli kompozitler

Takviye malzemesi olarak genellikle seramik esaslı takviye malzemelerin bir metal matris içinde dağıtılmasıyla oluşan kompozit yapılarıdır, elyaf takviyeli kompozitlere kıyasla izotropik özellik gösterirler, dövme, haddeleme ve ekstrüzyon gibi geleneksel metal şekillendirme işlemleriyle şekillendirilebilir. Tanecik takviyeli kompozitlerde karbürler

(SiC, B₄C), oksitler (Al₂O₃, SiO₂), nitrürler (Si₂N₄, AlN), paslanmaz çelik, Si, C, gibi elementlerden oluşan takviye malzemeleri kullanılır [14].

Karma (Hibrid) kompozitler

Bir kompozit malzemede birden çok takviye elemanın kullanıldığı yapılardır. Tek bir takviye elemanın kullanıldığı kompozit malzemelere göre gelişmiş mekanik özellik ve iyi aşınma direnci göstermeleri sebebiyle kullanım alanları giderek artmaktadır [15]. Kompozit malzemenin kullanım amacına göre matris malzemeler değişebilir. Kullanılacak matris malzemeleri metal, seramik veya polimer olabilir. Kullanılan matris malzemeye göre kompozit malzemelerin sınıflandırılması Çizelge 2.2.'de gösterilmiştir.

Çizelge 2.2. Matris malzemeye göre kompozitlerin sınıflandırılması

Matris Malzemeye Göre Kompozit Malzemelerin Sınıflandırılması	
Polimer Matrisli Kompozitler	Termosetler, termoplastikler, elastomerler
Seramik Matrisli Kompozitler	Karbürler, nitrürler, borürler vb.
Metal Matrisli Kompozitler	Alüminyum, magnezyum, titanyum vb.

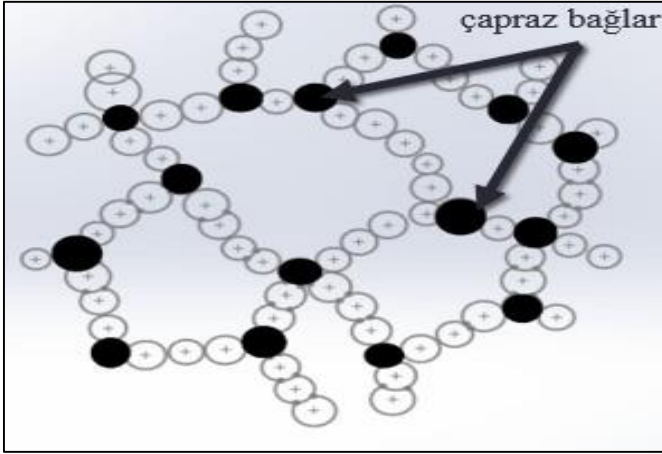
Polimer matrisli kompozit malzemeler

Matris malzemesi olarak polimerlerin kullanıldığı kompozit malzemelerdir.

2.2. Polimerler Hakkında Genel Bilgi

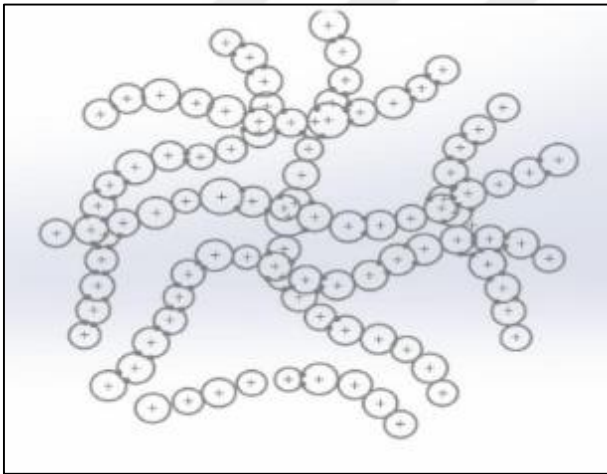
Polimerler birden çok monomerin polimerizasyonu ile oluşmuş yüksek mol kütleli yapılardır. Polimerleşme, monomerlerin polimer zinciri oluşturarak kimyasal reaksiyonla birbirlerine bağlanma olayıdır. Polimerler karbon temelli oldukları için yapılarında kovalent bağlar içerirler. Molekül içi atomlar arasındaki kovalent bağlar güçlü olsa da polimer yapısını oluşturan kovalent bağların zayıf olması polimerlerin mukavemetlerinin düşük olmasına sebep olmaktadır.

Termosetler: Yapılarında buldukları çapraz bağlar nedeniyle bir kere şekillendirilip üretildikten sonra tekrar ısıtılıp şekillendirilemeyen yapılardır (Şekil 2.3).



Şekil 2.3. Termoset polimerlerdeki çapraz bağlar

Termoplastikler: Oda koşullarında katı olan ancak ısıtıldıkları zaman yumuşayan ve camsı geçiş sıcaklığının (T_g) geçilmesi sonucu akışkan hale gelen malzemelerdir. Termoplastikler işlenirken kimyasal çapraz bağlanma olmaz. Bu malzemelerin ısıtılıp/soğutulup yeniden şekillendirilmeleri tersinirdir [19, 20].

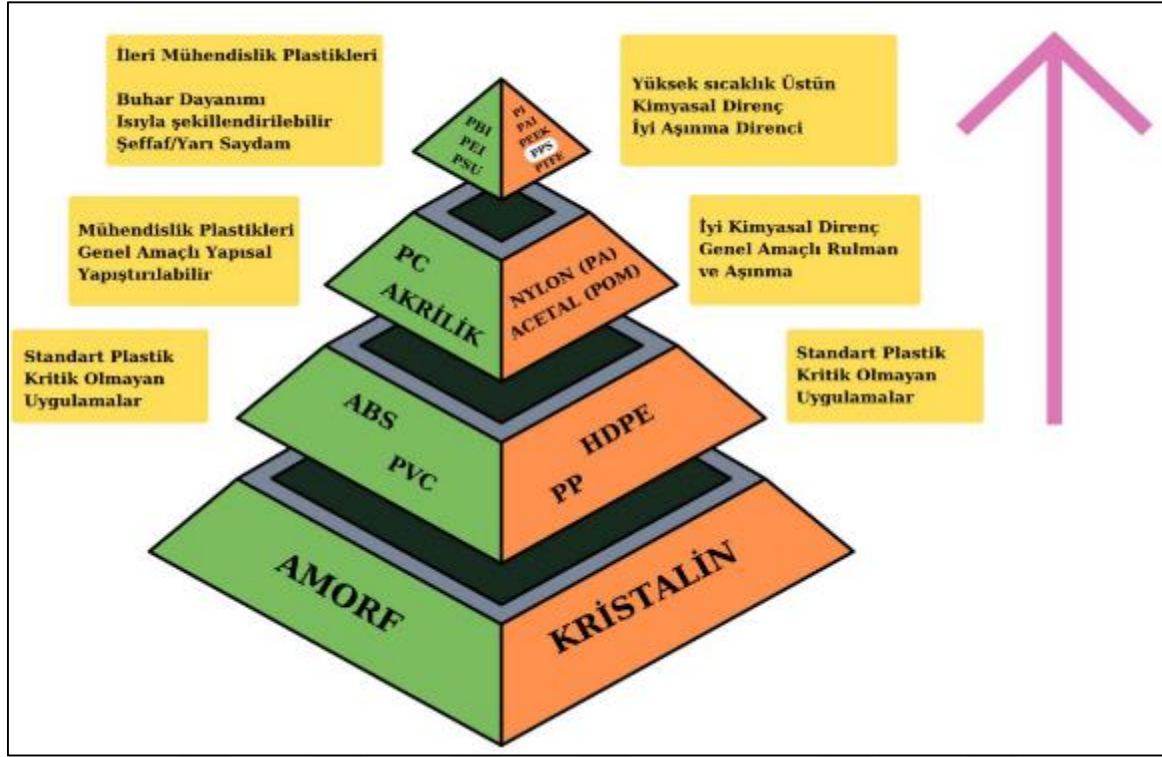


Şekil 2.4. Termoplastik yapıdaki polimerlerin şematik gösterimi

2.3. İleri Mühendislik Termoplastikleri

İleri mühendislik termoplastikleri yüksek performans göstermeleri sebebiyle günümüzde yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu malzemeler doğru bir şekilde formüle edildiği zaman mekanik, fiziksel ve kimyasal özellikleri üstün olan parçalara dönüştürülebilirler [21]. Son yıllarda polimer kimyası ve teknolojisinin ilerlemesiyle, gösterdikleri özelliklere göre yeni malzeme grupları formüle edilmektedir. Fiziksel yapılarına, çalışma sıcaklıklarına,

kimyasallara olan dirençlerine bağlı olarak standart plastikler, mühendislik plastikleri ve ileri mühendislik plastikleri olarak sınıflandırılmaktadır (Şekil 2.5).



Şekil 2.5. İleri mühendislik termoplastiklerinin gruplandırılması

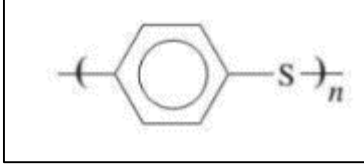
Hafif olmaları, patlamalara karşı dayanıklılıkları, tekrar kullanılabilmeleri, iyi balistik özellik göstermeleri ve kolay şekil alma özellikleri sebebiyle termoplastik malzemelerin kompozit yapıların oluşumunda kullanımları günden güne artmaktadır. İleri mühendislik termoplastikleri olarak da adlandırılan bu malzemeler özellikle savunma sanayii ve otomotiv gibi birçok sektörde yapı malzemesi olarak kullanılmaktadırlar [22].

Karbon elyaflarla güçlendirilmiş yüksek performanslı termoplastik kompozitler mukavemet/yoğunluk oranları nedeniyle Airbus A350 ve Boeing 737 uçaklarında yaklaşık %50 oranlarında kullanılmaktadır [23].

Poli(fenilen sülfür) (PPS), maliyet/performans özellikleri göz önünde bulundurulduğunda polipropilen (PP), poliamid (PA) ve ultra yüksek molekül ağırlıklı polietilen (UHMWPE) gibi yaygın veya orta sınıf polimerlerden daha kapsamlı mekanik ve üstün ısıl özelliklere sahiptir [24].

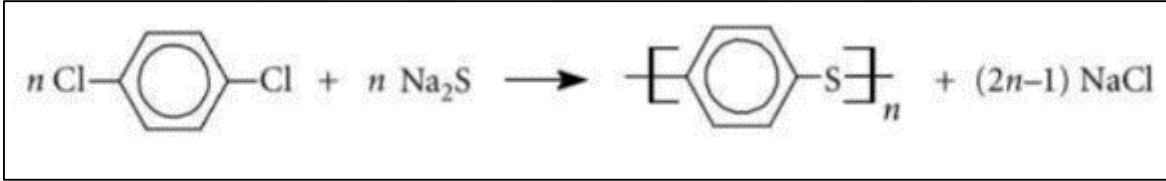
2.4. Poli(fenilen Sülfür) (PPS)

Poli(fenilen sülfür) (PPS) kükürt bağları içeren aromatik halkalı yapıda ve yüksek performanslı termoplastik polimerlerden biridir [25, 26].



Şekil 2.6. Polifenilen sülfür yapısı

PPS, sodyum sülfür (Na_2S) ve p-diklorbenzen'in ısı altındaki polikondenzasyon tepkimesi sonucunda oluşur [27].



Şekil 2.7. Polifenilen sülfür sentez tepkimesi

PPS liflerinin yoğunluğu $1,37 \text{ g/cm}^3$ 'tür. İlk olarak 1988 yılında James Mason Crafts ve Charles Friedel tarafından keşfedilen PPS, o yıllardan beri büyük merak uyandırmış ve son zamanlarda birçok araştırmaya konu olmuştur. "Ryton" adıyla Phillips Petroleum Company tarafından ticari olarak seri üretimine başlanmıştır. Camsı geçiş sıcaklığı (T_g) 85°C , erime sıcaklığı (T_e) ise 285°C olan PPS'in, 200°C 'nin altında çözücülerde neredeyse hiç çözünmediği için üstün çözücü ve kimyasal dirence sahip olduğu rapor edilmiştir [28,29]. PPS 200°C 'e kadar olan sıcaklıklarda sahip olduğu özelliklerinde herhangi bir kayıp göstermezken, uzun süreli uygulamalarda maksimum kullanım sıcaklığı $218\text{-}240^\circ\text{C}$ arasında değişir [30,31,32].

PPS, kimyasal yapısı ve alev maruz kaldığında kömürleşme özelliği nedeniyle, doğası gereği alev geciktirici özelliktedir. Oksijen ortamında PPS'in yanması için gerekli limit

oksijen indeksi (LOI) 44'tür. Isıl direnci oldukça yüksek olan ve LOI sonucuna göre yanmaz olarak kabul edilen bu lifler yüksek sıcaklıklarda hasar görmektedir [33,34].

Kalıpla biçimlendirilebilen PPS lifleri, lif olarak çekilerek reçine ya da film gibi formlarda değerlendirilmekte ve bu formlar da kompozit yapılarda kullanılabilir. PPS, birçok takviye malzemesi ile birlikte kullanılarak çeşitli kompozit yapıları oluşturmaktadır. Daha çok karbon elyaf takviyesi ile üretilmiş PPS kompozitleri günümüzde araştırmacıların ilgi odağı haline gelmiştir.

2.4.1. Karbon elyaf takviyeli PPS kompozitleri

Matris olarak PPS'in, takviye olarak ise belirli oranlarda karbon elyafların (KE) kullanıldığı kompozit malzemelerdir. KE takviyeli termoplastik kompozitlerin mekanik performanslarının yüksek olması ve özgül ağırlıklarının düşük olması sebebiyle havacılık sektörü başta olmak üzere birçok sektörde kullanımı giderek artmaktadır. Bu malzemelerin üstün özellikleri bilinmesinin yanında, maliyetlerinin yüksek olması sebebiyle kullanımları nispeten kısıtlıdır [35].

PPS'in mekanik özellikleri KE takviyesi ile artırılabilir. KE takviyesi matrise mekanik mukavemet ve sertlik kazandırır. Airbus A380 uçağının yapısında yaklaşık 6 ton termoplastik malzeme kullanıldığı ve bunun yaklaşık 2,5 tonunun PPS'ten oluştuğu rapor edilmiştir [36].

2.5. Kompozit Malzemelerin Kaplanabilirliği/Nanokaplamalar

Kompozit malzemeler hafif olmalarının yanında ısı ve mekanik dayanımlarının yüksek olması sebebiyle günümüzde birçok endüstride yaygın olarak kullanılmaktadır. Ancak aşınma direncinin düşük olması ve tribolojik maruziyetler sebebiyle kompozit malzemelerin yüzeylerinde bazı olumsuzluklar ortaya çıkmaktadır. Bu da kompozit malzemelerin kullanımını sınırlamaktadır. Bu tarz yüzey özelliklerinin iyileştirilmesi amacıyla kompozit malzemeler çeşitli yöntem ve tekniklerle kaplanabilmektedir [37].

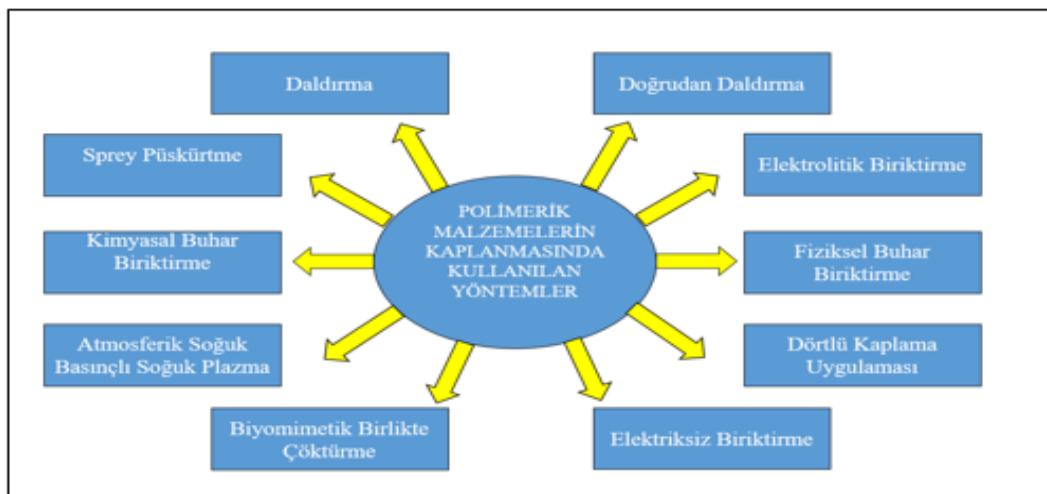
Kompozit malzemeler, havacılık uygulamalarında kullanılan en önemli malzemelerden birisidir. Kompozitin yüzeyini çevresel etkilere (nem, ışık, sıcaklık, oksijen) karşı korumak

için yüzey kaplamaları kullanılır. Bu malzemelerin yüksek sıcaklıklarda güvenli olarak çalışmasını sağlayan kritik özelliklerden birisi ısı dayanıklılığıdır. Yangın söndürmek amacıyla kullanılan dronların yangın mahallinde yüksek sıcaklıklarda güvenli çalışması için dış kaplamalarının ve elektrikli yapılarının ısı olarak dayanıklı olması gerekmektedir. Son yıllarda yüksek sıcaklıklarda kullanılacak kompozit yapılar için çeşitli kaplama teknikleri geliştirilmiştir [38].

Havacılık sektöründe uçaklarda kullanılan bazı malzemelerin yüksek sıcaklıklarda çalışması beklenir. Özellikle uçakların bazı kritik bölgelerinde kullanılacak kompozit yapıların kullanıldığı bölgede malzemenin maruz kalacağı sıcaklık değerine karşı dirençli olması önemlidir. Bu yüzden hafif ve yüksek mukavemetli malzeme kullanımına ek olarak yanma direncinin yüksek, yanmazlık özelliğinin iyi olduğu malzemeler seçilir. Uçaklarda, kendiliğinden sönen veya yanma geciktirici malzemeler kullanılabildiği gibi sonradan uygulanan kaplama süreçleriyle yanma geciktirici özellik kazanmış malzemeler de kullanılabilir.

Polimerik malzemelerin kaplanmasında kullanılan yöntemler

Polimerik malzemelerin kaplanmasında kullanılan yöntemler Şekil 2.8’de gösterilmiştir. Ancak, yaptığımız çalışmada sadece daldırma ile kaplama ve sprey püskürtme ile kaplama yöntemleri kullanıldığından bunlarla ilgili ayrıntı verilmiştir.



Şekil 2.8. Polimerik malzemelerin kaplanmasında kullanılan yöntemler

Daldırma yöntemi ile kaplama

Yüzeyi kaplanacak malzemenin çözelti içine daldırılmasıyla oluşan en kolay ve ucuz kaplama yöntemidir. Kaplanması istenilen malzeme uygun bir hızda çözelti içine atılır ve bekleme süresi dolunca malzeme çıkarılır. Kaplamanın kalitesi; daldırma hızı, bekleme süresi ve çekme hızı gibi parametrelere bağlı olarak değişir.

Bu kaplama yöntemi ile elde edilen kaplama kalitesinin tutarsız olması sebebiyle endüstriyel uygulamalar için tercih edilmediği ve uygun olmadığı rapor edilmiştir [39].

Sprey püskürtme ile kaplama yöntemi

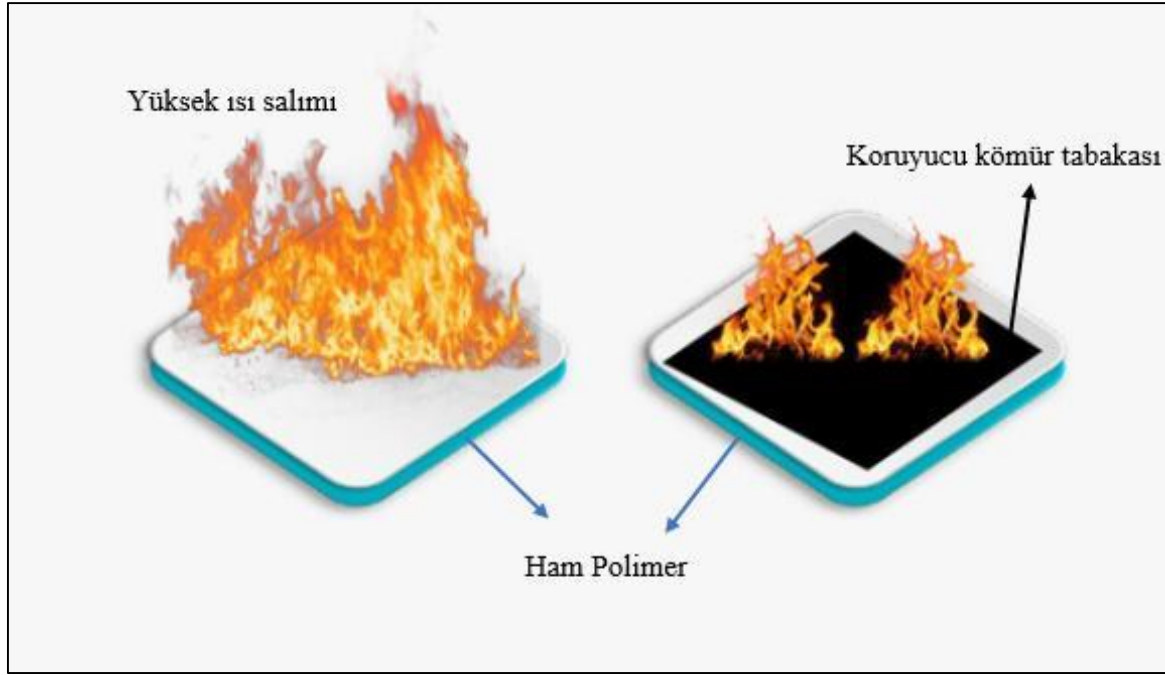
Kaplanacak malzemenin sprej tabanca makinesinden püskürtülmesiyle elde edilen basit kaplama yöntem olup, diğer kaplama yöntemlerine göre daha verimli ve maliyeti düşüktür [40].

2.6. Polimerlerin Yanma Mekanizmaları

Malzeme biliminin gelişmesine paralel olarak kullanımı giderek artan polimerlerin havacılık, uzay, otomotiv ve tıp gibi endüstrilerde kullanımlarının giderek artması polimerlerle ilgili araştırmaların da artmasına sebep olmuştur. Kullanılacakları endüstriye göre malzeme özelliklerinin geliştirildiği araştırmalar yapılmaktadır. Özellikle savunma sanayiinde polimer esaslı termoplastik kompozit malzemeler kullanılmaktadır.

Polimerlerin yapısında karbon, hidrojen ve oksijen atomları bulunduğu için kolaylıkla yanarlar. Bu yanma olayının tahtanın yanmasından 4 kat daha hızlı gerçekleştiği rapor edilmiştir. Polimerlerin yanması esnasında açığa çıkan ısı ile birlikte yanma ürünü olarak zehirli ve yanıcı gazlar ortaya çıkar. Ortaya çıkan gazın türünü polimerin ve katkı olarak kullanılan maddelerin yapısı belirler. Bu zehirli gazlar, en az alevler kadar insan ve çevre sağlığı açısından tehlikelidir. Polimerler birden fazla monomerin birleşmesinden oluştuğu için ısı etkisiyle polimer zincirleri kendilerinden daha küçük moleküllere ayrışır, bu da ortamı daha yanıcı hale getirir. Bu yüzden polimerlerin yanmazlık özelliklerinin artırılması gerekmektedir [41].

Alev geciktirici malzemeler yanıcı maddelerin içine yanma dirençlerini iyileştirmek için katılmaktadır. Bu katkı malzemeleri, özellikle polimerlerin ateşe maruz kaldıklarında malzeme yüzeyi ile alev arasında bariyer bir tabaka oluşturarak görev yaparlar (Şekil 2.9). Oluşan kalın tabaka kömürleşir ve malzemenin içine oksijen nüfuzunu engelleyerek yanmayı geciktirir [42].



Şekil 2.9. Polimerlerin yanma mekanizması

Polimerik malzemelerin yanması için ısı, oksijen, yakıt ve serbest radikal reaksiyonu gibi bileşenlerin bir arada olması gerekir. Polimer esaslı kompozitlerin yanmaması veya alevi geciktirmeleri için bu dört bileşenden birisinin engellenmesi gerekir [43].

Polimerik malzemelerin yanmaya karşı gösterdikleri direncin yüksek olması önemlidir. Avrupa Birliği ve gelişmiş bazı ülkelerde polimerik malzemelerde geliştirilmesi gereken özelliklerin en başında yanmazlık iyileştirilmesi gelmektedir. Günümüzde inorganik esaslı katkı maddeleri de alev geciktirici özellik kazandırmak için polimerlere katılabilmektedir.

Bir malzemenin alev geciktirici özelliği o malzemenin erime sıcaklığına bağlı değildir. Yanma esnasında malzemenin içinde gerçekleşen dönüşümlere ve alev geciktirici malzemenin yüksek sıcaklıklara maruz kaldıktan sonra oluşan bileşiklere bağlıdır [44].

Bir malzeme yanarken ortaya çıkan alevleri yavaşlatma veya dağılmasını engelleme alev geciktirici malzemenin doğasına bağlıdır. Alev geciktiriciler yanmanın gerçekleştiği aşamada katı, sıvı ve gaz durumunda bulunabilir.

Genel olarak, iki tür alev geciktirme yöntemi vardır. Birinci yöntem, yanma sırasında ortaya çıkan gazların alevini serbest radikallerle bastırıp yanıcı olmayan gazlar üretilip yanmanın durdurulmasıdır. İkinci yöntem ise alev geciktiricilerin yanan malzemenin yüzeyindeki sıcaklıktan daha düşük bir sıcaklığa inerek yanmayı durdurmalarıdır [45].

2.7. Alev Geciktirici Malzemeler

Alev geciktiriciler, yanmayı önlemek, yanma durumunda tutuşma sonrası alevin ve dumanın yayılmasını engellemek veya geciktirmek amacıyla malzemelere eklenen kimyasallardır.

Yanma olayının hangi sıcaklıkta başladığı, yanan malzemenin yanmaya başladıktan sonraki durumu, yanmanın yayılma hızı ve kendiliğinden sönmeye başlamemesi malzemelerin yanma karakteristikleri için önemli bir konudur. Plastik malzemelerin yanmaya karşı duyarlılıkları fazladır. Özellikle termoplastikler alevle temas ettiği zaman kullanılamaz hale gelebilirler. Yanan malzemelerin yanma hızı, alev geciktirici özelliği gösteren katkılarla yavaşlatılabilir [46].

Alev geciktirici malzemelerin her biri farklı bileşimlere sahip olabilir. Alev geciktirici katkı olarak halojenler, fosfor türleri, metaller, alüminyum ve magnezyum bazlı bileşikler, boraks, antimon trioksit, molibden veya grafen kullanılabilir [47].

Alev geciktirici polimerik malzemelerin eldesinde komonomer eklenmesi, alev geciktirici katkı maddelerinin ilave edilmesi ve yüzey modifikasyonu ile alev geciktirici katkı maddelerinin yüzeye aşılması gibi teknikler uygulanabilir [48].

Alev geciktirici malzemeler yanmayı önlerken genel olarak üç farklı mekanizma üzerinden etki ederler (RTP Company, 2018).

Buhar faz sönmemesi: Bir polimer yanarken yanma esnasında serbest radikaller oluşabilir. Alev geciktirici malzeme yanan malzemenin buhar fazında moleküler düzeyde tepkimeye

girerek serbest radikallerin oluşmasını engeller. Serbest radikallerin oluşumunun engellenmesi yanmayı durdurur. Halojen içeren alev geciktirici katkı malzemeleri bu mekanizma üzerinden yürür.

Kömür oluşumu: Alev geciktirici malzeme yanan malzeme üzerinde kömür (char) oluşturma mekanizmasıyla yanmayı geciktirir veya durdurur. Oluşan kömür tabakası yanma sırasında açığa çıkan gazların salımını baskılar ve alev ile malzeme arasında koruyucu tabaka görevi görür. Halojen içermeyen alev geciktirici katkı malzemeleri bu yöntemle yanmayı durdururlar.

Söndürme ve soğutma: Alev geciktirici malzemenin yanma sırasında gerçekleştirdiği endotermik (ısı alan) tepkime ile su moleküllerinin serbest kalması sonucu yanan polimerin yüzeyi soğutularak yanma baskı altına alınır.

Alev geciktirici malzemeler aşağıdaki şekilde görüldüğü gibi dört grupta incelenmektedir (Şekil 2.10)

Alev Geciktirici Malzemeler
1.Halojen Esaslı Alev Geciktiriciler
2.Fosfor Esaslı Alev Geciktiriciler
3.Bor Esaslı Alev Geciktiriciler
4.Nanomalzeme ve Nanokil Esaslı Alev Geciktiriciler

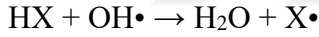
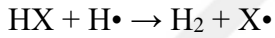
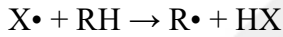
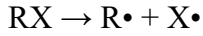
Şekil 2.10. Alev geciktirici malzemelerin sınıflandırılması

2.7.1. Halojen içeren alev geciktirici katkı maddeleri

F, Cl, Br ve I gibi halojen grubu elementler, serbest radikal reaksiyonu oluşturdukları için aktif alev geciktirici görevi görürler.

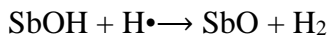
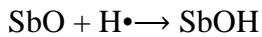
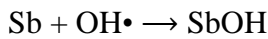
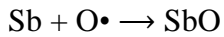
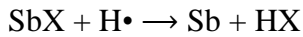
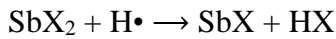
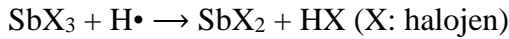
Halojenlerin alev geciktirici etkinliği $F < Cl < Br < I$ sırası ile artar. En yaygın alev geciktirici olarak brom ve klor kullanılır [49].

Yanma sırasında alev yayılmasından sorumlu olan serbest radikaller ($OH\cdot$ ve $H\cdot$)'dir. Halojenli alev geciktiriciler, yapılarındaki kararlı halojen anyonları sayesinde serbest radikallerle yer değiştirerek yanma reaksiyonlarını durdururlar. İlk olarak yanma esnasında gerçekleşen gaz fazında radikalik zincir mekanizmasına kimyasal müdahale yaparak etki ederler. Zincir mekanizması aşağıda gösterilmiştir [50].



Antimon trioksit (Sb_2O_3) kendi başına bir alev geciktirici olmamasına rağmen sinerjik etki ederek alev geciktirici olarak kullanılır. Antimon trioksitin işlevi, hidrojen ve hidroksit radikalleri için bir tuzak görevi gören antimon trihalojenürün oluşumu ile başlar [51,52].

Antimon trihalojenürün tepkimeleri aşağıda gösterilmiştir



Halojenli alev geciktiriciler yanma sürecini keserek etkilerini gösterirler ve böylece ortaya çıkan duman miktarı artar. Bu alev geciktiriciler plastiklerin yanmasını tam anlamıyla önleyemezler. Antimon trioksit ve halojenli bileşiklerin yanma anında toksik gaz salımına neden oldukları için EPA (Environmental Protection Agency) tarafından yasaklandığı rapor edilmiştir. Halojenli bileşiklerin toksik gaz ve duman salımından ve korozif olmalarından dolayı tehlikeli durumlar ortaya çıkardıkları bildirilmiştir [54].

Halojen içeren alev geciktiriciler çevre ve insan sağlığına zararlı etkilerinden dolayı bazı ülkelerde kullanımı yasaklanmıştır. Bu yüzden yeşil kimya ilkelerine uygun yeni alev geciktirici maddelere ihtiyaç duyulmaktadır [1].

Avrupa Alev Geciktiriciler Derneği'ne (European Flame Retardant Agency, EFRA) (CEFIC, 2007) göre, 2006 yılında Avrupa'da alev geciktiricilerin toplam tüketimi 465.000 tondur. Bazı halojenli kimyasalların insan, hayvan ve çevre sağlığı için toksik olduğu kanıtlanmıştır. 1973 yılında klorlu bileşik olan poliklorlubifenillerin üretimi yasaklanmıştır [55]. Halojenli bileşiklerin yasaklanması yeşil kimya ilkelerine uygun alternatif bileşiklerin kullanımını arttırmıştır.

2.7.2. Fosfor içeren alev geciktiriciler

150 yıldan fazla süredir alev geciktirici olarak kullanılan fosfor türevlerinin insan ve çevre sağlığı üzerindeki etkileri bir fosfor bileşiğinden diğerine farklılık göstermektedir. Kullanımı diğerlerine göre en az sorunlu olan fosfor bileşikleri kırmızı fosfor ve amonyum polifosfattır. Ancak genel olarak fosfor esaslı alev geciktiricilerin insan ve çevre sağlığı üzerindeki etkileri göz ardı edilemez [56]. Fosfor içeren alev geciktirici malzemelerin çoğu, yanmakta olan malzemelerin katı fazında kömür oluşumu üzerinden etki mekanizmasına sahiptir. Ancak bazı fosforlu alev geciktiriciler gaz fazında da aktif etki gösterebilirler. Fosforlu alev geciktiriciler reaktif alev geciktiriciler olup, polimerlere kimyasal olarak bağlanırlarken diğer alev geciktirici malzemeler polimerlere karıştırılırlar ya da katkı maddesi olarak eklenirler [57]. Fosfor içeren alev geciktirici malzemelerin çoğu ısıl bozunma sonucunda fosforik asit oluşturur. Bu asitler, polimer ısıya maruz kaldığı zaman kömür oluşumunu teşvik ederek polimerin daha fazla bozunması engeller. Oluşan kömür tabakası serbest radikallerin oluşumunu engelleyerek polimerin alevle olan temasını keser ve alevden korur [58].

Fosfor içeren bazı alev geciktirici malzemeler Çizelge 2.3’de verilmiştir.

Çizelge 2.3. Fosfor içeren alev geciktirici malzemeler [59]

Halojen fosfatlar
Fosfin oksitler ve amonyum polifosfatlar
Amonyum fosfat
Fosfit
Fosfonitrilik esterleri
Fosfonopropionik asit
Alkil-aril fosfonatlar
Halkalı fosfonat esterleri
Fosforik asit Orto-, meta- veya pirofosforik asit gibi inorganik fosforik asitler
Fosfonat ester Organik fosfinat

2.7.3. Bor esaslı alev geciktirici malzemeler

Borun alev geciktirici özellik göstermesi ile ilgili birçok çalışma yapılmıştır. Yüksek sıcaklıklarda dayanıklı pigment özelliği gösteren bor bileşiklerinden olan ve alev geciktirici özellik gösteren çinko borat ve floroboratlar günümüzde sıklıkla kullanılan malzemelerdir [60]. Bor içerikli alev geciktirici malzemelerin çevre dostu oldukları ve toksik gaz salımına neden olmadıkları bildirilmiştir. Bunlar, yanan bir malzeme üzerinde bariyer ve camsı koruma tabakası oluşturarak yanma olayını bastırırlar [54].

Bor bileşiklerinin alev geciktirici olarak kullanıldığı tipik bir tepkime aşağıda verilmiştir [61].



Yukarıdaki endotermik ayrışma tepkimesinden görüldüğü gibi borik asit ve boraks substratın yüzeyinde camsı bir kalıntı oluşturmaktadır. Ayrışma sırasında suda çözünen karışım şişerek köpük oluşturur. Alt tabaka ile alev arasında koruyucu bir etki yaratan camsı bir eriyik oluşur. Bu, oksijen miktarını azaltarak karbonun yükseltgenmesini yavaşlatır ve kömür tabakası oluşumunu arttırır [62].

Çinko borat

Çinko borat ticari olarak da önem taşıyan bor bileşiklerinden biridir. Çinko boratların geneli hidratlı olan ürünleri şeklinde geliştirilmiştir. Genel formülleri $ZnO/B_2O_3/H_2O$ olan çinko boratlar ile ilgili literatürde sekiz farklı molekül yapısı olduğu bildirilmiştir. Günümüzde en çok kullanılan molekül formülü $2ZnO.3B_2O_3.3H_2O$ 'dur. Çinko boratın yoğunluğu $4,22 \text{ g/cm}^3$ ve ergime sıcaklığı 980°C 'dir [63]. Çinko boratlar endüstride farklı yöntemlerle elde edilmektedir. Genellikle ZnO , $ZnCl_2$ gibi çinko tuzları ile boraks veya borik asitin sulu ortamda tepkimeye girmesiyle $xZnO.yB_2O_3.zH_2O$ yapısı elde edilmektedir. Alev geciktirici özellik gösteren inorganik katkı malzemesi ailesinden olan boratlar arasından çinko boratlar, en çok kullanılan alev geciktirici malzemelerdir. Çinko boratın plastik ve kauçuk maddelere katkı olarak uygulandığında alev geciktirici olarak işlev gördüğü bildirilmiştir [64].

Yangın performansını iyileştirmek için çinko borat kullanılabilir. Çinko borat camsı bir yüzey bariyeri oluşturarak alev geciktirici görevi görür. Çinko boratın elektrik endüstrisinde kullanılan malzemelerin yüzeyindeki elektrik özelliklerini iyileştirdiği bildirilmiştir. Çinko borat yanmayı azaltmada fiziksel olarak etki etmektedir. H_2O ve CO_2 salımı yaparak yanma esnasında ortamdaki yanıcı gazları seyreltir ve yanan malzemenin yüzeyinde koruyucu bir seramik veya camsı tabaka oluşumunu teşvik ederek yanmayı azaltır [65].

Çinko boratın koruyucu tabaka oluşturması esnasında; yanma anında bor bileşikleri kolayca eriyip yanan cismin yüzeyini kaplar, böylece yanan bölgeye oksijen girişi engellenmiş olur. Çinko boratın alev seyreltici etkinliği esnasında; bazı boratlar ve halojenli polimerler (çinko borat ve PVC) yanma anında tepkimeye girerler, tutuşma sıcaklığı kısmen düşük olan çinko klorür ve triklorür gibi halojenli bileşikler elde edilir, bu da malzemenin yanabilirliğini azaltır. Çinko boratın soğutma etkisi göstermesi mekanizması ise; borik asit ve bazı boratların yüksek sıcaklığa maruz kaldığında ortama yapı suyunu salarak alevin soğumasına neden olduğu şeklindedir.

2.7.4. Nanomalzeme ve nanokil esash alev geciktiriciler

Polimer/kil nanokompozitleri 1960'lı yıllarda Blumstein tarafından açıklanmıştır. 1990'lı yıllarda nanokompozit malzemeler polimerlerde alev geciktirici olarak kullanılmaya başlanmıştır. Bu malzemelerin içinde bulunan kilin yoğunlaşmış fazda çalışıp kömür

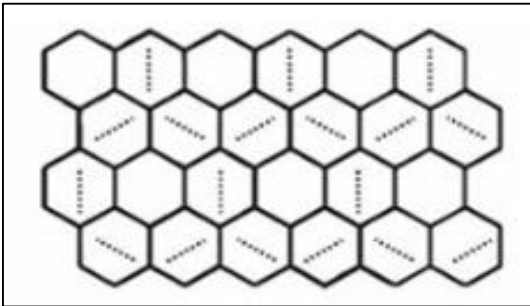
tabakası oluşturduğu ve bu kömürün de koruyucu bariyer gibi davranarak matris bozulmasını yavaşlattığı öne sürülmüştür [66]. Polimer nanokompozitlerin yanma olayının nano-dolgu maddeleri tarafından oluşturulan koruyucu bariyer etkisi ile kömürleşme mekanizması üzerinden sağlandığı yorumu yapılabilir.

Grafen

Canlılar için en önemli yaşam kaynaklarından olan karbon organik kimyanın temelini oluşturmaktadır. Periyodik Çizelgede 4A grubunda yer alan karbon bir ametaldir. Karbonun farklı allotropları vardır. Bu allotroplardan en iyi bilinen elmas ve grafitir. Sıfır boyutlu fullerenlerin [67] ve bir boyutlu nanotüplerin [68] keşfedilmesiyle karbonun allotropları bilim dünyasında merak uyandırmaya başlamıştır.

Grafenin yapısı

Grafen, bal peteği şeklinde düzenlenmiş iki boyutlu (2D) yapıdaki karbon katmanlarından oluşmaktadır. Benzersiz ısı, mekanik, fiziksel ve manyetik özelliklere sahip olmasından dolayı birçok araştırmalara konu olmuştur. Grafenin yapısı Şekil 2.11’de gösterilmiştir.



Şekil 2.11. Grafenin yapısı

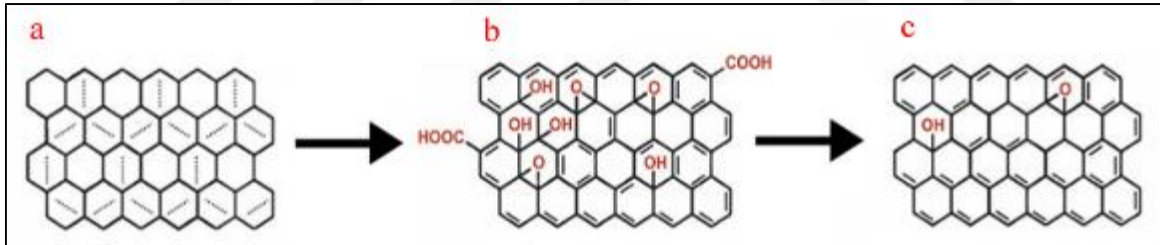
Grafen, Andre Geim ve Konstantin Novoselov tarafından 2004 yılında keşfedilmiştir. Araştırmacılar bu keşif ile 2010 yılında Nobel Fizik Ödülü'nü kazanmışlardır [69]. Grafenin bazı önemli özellikleri Çizelge 2.4’de verilmiştir.[70].

Çizelge 2.4. Grafenin bazı önemli özellikleri.

Isıl İletkenlik	5000 W m ⁻¹ K ⁻¹
Young Modülü	1.0 TPa
Mekanik Sertlik	130 GPa
Özgül Yüzey Alanı	2630 m ² g ⁻¹
Optik Geçirgenlik	%98

Grafenin Young modülü yaklaşık 1 TPa değerine kadar çıkmakta olduğundan güçlü malzeme olarak rapor edilmiştir [71]. Grafen; grafit, karbon nanotüpler (CNT) ve fullerenler gibi karbonun allotropları olarak kabul edilmektedir.

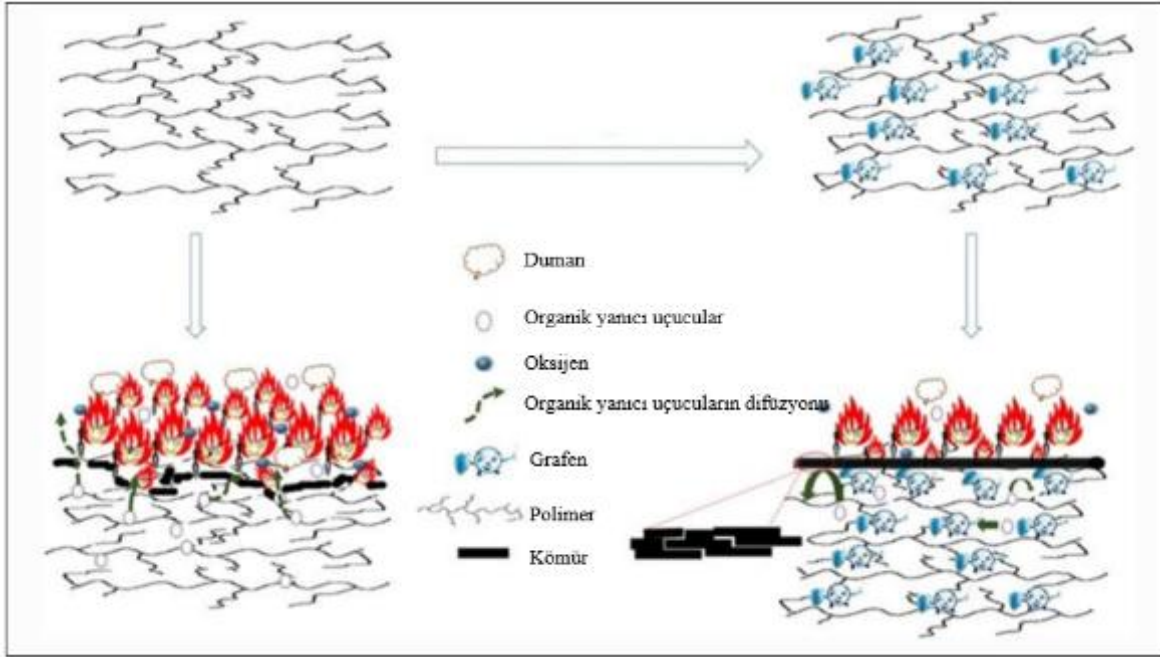
Grafenin bazı yöntemlerle eldesi mümkündür. Bunlar; kimyasal, ısı, uv veya mikrodalga yöntemleridir. Düşük maliyet ile çok miktarda grafen elde etmenin en basit yolu kimyasal yöntemdir. Grafite yükseltgeme işlemi ile fonksiyonel gruplar kazandırılan bu yöntemde hidrofilik özellik gösteren grafen oksit (GO) sentezlenmektedir. Bazı indirgeyici malzemeler ile hidrofilik GO'nun tepkimesinden hidrofobik özellik gösteren indirgenmiş grafen oksit (r-GO) elde edilmektedir (Şekil 2.12) [72].



Şekil 2.12. a) Grafen, b) grafen oksit, c) indirgenmiş grafen oksitin yapısı

2.7.5. Grafen ve grafen oksitin yanma geciktirici olarak kullanılması

Grafen, mühendislik uygulamalarında özel bir öneme sahip olan çevre dostu olarak nitelendirilen yüksek alev geciktirici bir malzemedir [73]. Grafen esaslı malzemeler, mükemmel kimyasal dirençleri, gazlara karşı geçirimsizlikleri, adsorpsiyon kapasiteleri, antibakteriyel özellikleri, mekanik dayanımları, kayganlıkları ve ısı kararlılıkları nedeniyle yeni ve gelişmiş koruyucu kaplamaların geliştirilmesinde büyük ilgi görmüştür [74]. Grafen ve grafen oksitin yanma olayının gerçekleşmesi için ortamdaki ısı ve yakıt bileşenlerini engelleyerek polimerin alev geciktirici özelliğini geliştirdiği raporlanmıştır [75].



Şekil 2.13. Grafenin yanma geciktirici olarak çalışma mekanizması

Grafen ve GO üç mekanizma üzerinden alev geciktirici etki gösterirler:

Birinci mekanizmada, grafen ve GO iki boyutlu katmanlı yapıları sayesinde yanma esnasında kömür tabakası oluşturarak yanmayı azaltırlar. Bu kömür tabakası ısı kaynağından ısı transferini önler ve koruyucu bariyer görevi görür. Grafen ve GO yapılarındaki karbon iskeletinden dolayı ısı kararlılıkları yüksek olup, kömür oluşumu için şablon görevi görebilir. Literatürde ‘Labirent etkisi’ olarak adlandırılan bu olay çoklu kömür tabakası oluşumunu teşvik eder.

İkinci mekanizmada, grafen ve GO’in geniş yüzey alanına sahip olması sayesinde yanıcı organik uçucuları hemen adsorbe edebilirler ve yanma anında ortaya çıkan uçucu malzemelerin difüzyonunu ve bunların yayılmasını engellerler.

Üçüncü mekanizmada ise, grafen ve GO yapılarında yeterince bol miktarda bulunan oksijen grupları düşük sıcaklıklarda ayrışarak dehidrasyona uğrar ve böylece yanma anında oluşan ıyı emerler. Yanan malzemeyi soğuturlar. Ek olarak bu iki eşsiz ısı iletkenlikleri sayesinde polimer matrisinde üç boyutlu ağ yapısı kurarak polimerik malzemelerle iyi bir uyum yakalarlar [72].

2.8. Havacılık Sektöründe Yanma Geciktirici Malzemelerin Önemi

Hava araçlarının üretiminde kullanılan tüm yapısal parçaların iyileştirilmiş malzemeler seçilerek üretilmesi önemlidir. Uçak üretiminde kullanılan lifli malzemeler güvenlik seviyesinin artırılmasında önemli rol oynar. Havacılık tarihinde yangın sebebiyle meydana gelen uçak kazalarının can ve mal kaybına sebebiyet verdiği bilinmektedir. TSB (Transportation Safety Board of Canada) tarafından açıklanan raporda yaşanan 290 tane uçak kazasının 193 tanesinin önemli olduğu ve bu kazaların %11'nin yangın sebebiyle meydana geldiği raporlanmıştır. 2014 yılında yapılan 'Havacılık için yüksek performanslı yanıcılık gereksinimlerinin karşılanması' konferansında havacılık endüstrisinde çevre dostu ve yüksek performanslı alev geciktirici özellik gösteren malzemelerin kullanımının önemli olduğu raporlanmıştır. Bir hava veya uzay aracının uçuş sırasındayken oluşan yangın önlenemezse araç, insan ve çevrede önemli zararlar oluşur. Hava araçlarında yaşanan yangınlar genel olarak üç tiptir. Bunlar motor yangınları, kabin yangınları ve gizli yangınlardır. Motor yangınları yangın algılama ve söndürme sistemleriyle kontrol edilse de türbinin patlayıp parçalanması durumunda yangının kanatlara ve gövdeye dağılmasıyla sonuçlanabilir. Kabin yangınları nispeten tespit edilebilir ve görevliler tarafından yangın söndürme sistemleri kullanılarak kontrol altına alınabilir. Gizli yangınların kaynağını tespit etmek ise genellikle zordur. Yangının tespit edilememesi ve kontrol altına alınamaması önemli hasarlar meydana getirir. Bu istenmeyen yangınları önlemek için uçak üretiminde ve tasarımında tutuşabilirliği azaltılmış alev geciktirici malzemelerin kullanılması gerekmektedir. Üstün mukavemet gösteren yüksek performanslı lifler, sergiledikleri olağanüstü fiziksel özellikler sayesinde alev geciktirici katkı maddeleri olarak havacılık sektöründe kullanılabilir. Pararamid lifi, karbon elyafı, ultra yüksek moleküler ağırlıklı polietilen lifleri, poli(p-fenilen-2,6-benzobizoksazol) lifi ve poliketon lifleri bunlardan bazılarıdır Karbon liflerin yüksek ısı kararlılık göstermeleri sebebiyle askeri hava araçlarının, uçak frenlerinin, bazı füzelerin ve uzay araçlarının imalatında tercih edildiği bilinmektedir [76].

Yüksek kapasiteli uçaklarda gövde en büyük yapısal bileşenlerden biri olduğundan, elyaf takviyeli kompozit malzemeler kullanılarak uçak gövde ağırlığı azaltılabilir. Alev yayılmasını engellemek amacıyla gövdenin yapısında alev geciktirici laminantlar kullanılır. Kullanılan bu çeşitli türlerdeki laminant kaplamaların LOI değerleri (%) 20-55 arasında değişir [77].

Alev geciktirici malzemelerin gövde yapısına eklenmesinin alev yayılma süresini 3-4 dakika civarında artırdığı ve uçak kazasında uçağın yere çarpmasından sonra yakıt deposunun tutuşması nedeniyle dışarıda başlayan ve içeriye nüfuz etme süresi yaklaşık 30-60 saniye civarında olan yangının bu difüzyonunu yavaşlattığı rapor edilmiştir [76].

Hava ekipmanları için çevresel koşullar ve test şartlarını içeren, Radyo Teknik Havacılık Komisyonu (Radio Technical Commission for Aeronautics) (RTCA) tarafından yayınlanan DO-160 standartlarına göre hava araçlarında kullanılacak malzemelerin yanmazlık özelliği göstermesi uçuş için kritik şartlar arasında belirtilmiştir. DO-160 standartlarına göre yapılacak testlerin amacı hava araçlarında kullanılacak malzemelerin havada çalıştırılmasında karşılaşılabilecek çevre koşullarında malzemelerin performansını izlemek ve güvence altına almaktır. Yangın ve yangınlık test koşulları RTCA DO-160 bölüm 26.0'da tanımlanmıştır. Yangınlık testleri, hava araçlarında motor gibi yangınlık alanlarda ve hava aracının herhangi bir bölgesinde bulunan malzemelerin ve cihazların yangınlık ve yangına dayanıklılığını kontrol etmektedir.

RTCA-DO-160G yangınlık testleri kapsamında üç ekipman kategorisi belirlenmiştir:

Kategori A: Yanmaz

Yangın bölgesinde kurulan, yangının ilk beş dakikasında çalışması ve en az on beş dakika süreyle güvenlik fonksiyonlarını sürdürmesi beklenen ekipmandır.

Kategori B: Yangına dayanıklı

Yangın bölgesinde kurulu olan ve yangının ilk beş dakikasında yapısal bozunma göstermemesi ve tehlikeli duruma sebebiyet vermemesi gereken ekipmandır.

Kategori C: Tutuşabilirlik

Hava araçlarında basınçlı veya basınçsız bölgelere kurulan, metalik olmayan ekipman veya malzemelerdir. Bu testin amacı ekipmanın içinde veya dışında tutuşma durumunda alevin yayılıp yayılmadığını kontrol etmektir [78].

Hava araçlarında kullanılan malzemelerin hafif olma ve yüksek mukavemet gereksinimlerine ek olarak uçakların belirli kısımlarında yanma direnci yüksek malzemelerin kullanılması gerektiği açıktır. Yüksek sıcaklıklara dayanıklı elyaf takviyeli kompozit yapıların uzun vadede kullanılması havacılık endüstrisi için önem arz etmektedir.

2.9. Literatür Araştırması

Park ve diğerleri (2002) yaptıkları çalışmalarda karbon elyaf takviyesi ile hazırlanan kompozitlerin hafif olmalarının yanında yüksek mukavemet ve sertlik gösterdiğini, korozyona karşı dirençli olmaları sebebiyle de metal malzemelere göre daha avantajlı kullanım sunduklarını rapor etmişlerdir [79]. Zhang, Gu, ve Zhang (2014) karbon liflerinin kompozit yapılara eklenmesiyle mekanik ve ısı özelliklerinin önemli derecede arttığını raporlamışlardır [80]. Khan, Arsad, Mohamad, Habib ve Zaini (2021) epoksi matrisine ağırlıkça %40, %50 ve %60 oranlarından karbon ve cam elyaf eklenmesiyle hazırladıkları kompozit yapıların termo-mekanik özelliklerindeki değişimleri araştırmışlardır. Sonuç olarak karbon elyaf takviyeli kompozitlerin termo-mekanik değerlerinin cam elyaf kullanılan kompozitlere oranla çok daha iyi olduğunu gözlemlemişlerdir. Karbon elyaf içeriğinin artmasının epoksi matrisin hem çekme mukavemetini hem de yüzde gerinim değerini arttırdığını bildirmişlerdir [81]. Farahani ve diğerleri havacılıkta kullanılan malzemelerin hafif olmaları ve yüksek mukavemet göstermeleri gerektiğini bildirmişlerdir. Malzeme biliminin gelişmesiyle birçok araştırmaya konu olan polimerlerin havacılık için bu gereksinimleri karşıladıkları bildirilmiştir. Polimerik malzemelerin iyi fiziksel ve kimyasal özelliklere sahip olmalarının yanında mekanik özelliklerinin de güçlü olması sebebiyle havacılık uygulamalarında kullanıldığı çalışmalar yapılmıştır. Nanoteknolojinin ilerlemesiyle nanokompozit malzemelerin polimerlerle birleşmesinin malzemelerin kullanılabilirliğini ve öz direncini arttırdığını aynı zamanda maliyeti ve ağırlığı düşürdüğünü raporlamıştır [82].

Termoplastik kompozitler, mühendislik çalışmalarında metal malzemelerin yerini almaya uygun oldukları için havacılıkta etkin olarak kullanılmaktadırlar. Airbus A350 ve Boeing 787 uçaklarının yapısal bileşenlerinin yaklaşık %50'sini termoplastik kompozitler oluşturmaktadır [83]. Hofmann ve diğerleri (2013), ağırlıkça %0,5 ve %0,7 oranındaki polipropilene indirgenmiş grafen oksit (r-GO) ve çok duvarlı karbon nanotüp kattıklarında katkı maddelerinin polimerin ısı kararlılığına ve yanma davranışına olumlu katkıda

bulduğunu ve alev geciktirici etkinin dolgu maddelerinin derişimine bağı olduğunu rapor etmişlerdir [84].

Huang, Gao, Wang, Liang ve Ge (2012) yılında yaptıkları bir araştırmada polimer nanokompozitlerin yanmasına grafenin etkisini incelemişlerdir. Grafenin levhalar halinde kullanılmasının ısı yayılım oranını en yüksek değere getirdiğini ve kömür oluşumunu arttırdığını, bunun da ısı ve kütle transferini engellediğini rapor etmişlerdir [85].

Wang, Song, Yang, Lu ve Hu (2011), şişen alev geciktirici poli(bütülen süksinat) kompozitin yanma direncini arttırmak için grafeni sinerjik etki göstermesi için kullanmışlar ve ağırlıkça %2 grafen katkısının malzemenin LOI değerini 23'ten 33'e yükselttiğini bildirmişlerdir. Grafenin eklenmesi polimerin viskozitesini arttırdığı için kompozit malzemenin UL-94 analizinde hiç damlama göstermeyerek V0 derecesine geldiğini ifade etmişlerdir [86].

Sang, Li, Z.W., Li, X.H., Yu ve and Zhang (2016) polimer matrisli kompozit malzemelerin üretim aşamasında polimer matrislere alev geciktirici olarak grafen eklenmesinin grafen ve polimer arayüzey etkileşimini geliştirdiğini, bu yüzden grafenin başka inorganik alev geciktirici malzemelerle birlikte kullanılmasının sinerjik bir etki yaratabileceğini, inorganik nanomalzemelerin polimer matris içindeki dağılımındaki sorunların çözülmesi halinde daha başarılı sonuçlar alınabileceğini rapor etmişlerdir [77].

Kabeb ve diğerleri (2022), epoksi reçineye GO ve montmorillonit (MMT) katkılayarak katkı malzemelerinin epoksi reçinenin yanma direncindeki artışı araştırmışlardır. Epoksi reçinen LOI değerinin ağırlıkça %0,6 GO ve %0,4 MMT ilavesiyle 23'ten 23,05 değerine ulaştığını bildirmişlerdir. GO/MMT'nin sinerjik etki yaratarak kompozit malzemenin ısıl stabilitesini arttırdığı ve alev geciktirici olarak vazifesini yerine getirdiğini raporlamışlardır [87].

Çavdar, Mengeloğlu ve Karakus (2015) bor katkılı yüksek yoğunluklu polietilenin alev geciktirici özelliğini araştırmışlardır. Takviye oranlarının artması ile kömür oluşumunun arttığını bunun da yanmayı geciktirdiğini, yanma hızını %50 oranında azalttığını gözlememişlerdir [88].

Garba (1999) çinko boratın bazı ahşap malzemeler üzerinde alev geciktirici olarak etkisini araştırmıştır. Çinko boratın yapıya eklenmesiyle ahşap malzemenin LOI değerinde artışın olduğunu ve ısı kararlılığının arttığını bildirmişlerdir [89].

Peter ve diğerleri (2021) karbon fiberlerle güçlendirilmiş polimer matrisli kompozitlerde kompozit üretim sırasındayken yüksek sıcaklıklarda kovalent bağların teorik olarak oluştuğunu bu yüzden kovalent olmayan etkileşimlerin ve mekanik olayların malzemenin yüksek performans göstermesinin ana sebebi olduğunu söylemişlerdir. PPS gibi aromatik halkaya sahip polimerlerin karbon fiberler ile π - π örtüşmeleriyle etkileşim kurabileceklerini bildirmişlerdir [90].

Çinko borat ısı varlığında camsı bir faza dönüşmekte ve yalıtkan bir bariyer oluşturmaktadır. Oluşan bu camsı faz yanmayı engellemektedir. $Al(OH)_3$ varlığında çinko borat yüksek sıcaklıklarda malzemenin mekanik özelliklerini korumaktadır [3].

Gürü ve Yalçın (2006) tahta numunelerin üzerini çinko borat içeren boya ile kaplayarak tahtanın yanma özelliğini araştırmışlar, kaplama yapılmamış tahtanın LOI değerinin %23,7'den çinko borat katkısı ile %55'in üzerine çıktığını ve LOI değerinde ciddi artışa sebep olduğunu belirtmişlerdir [46].

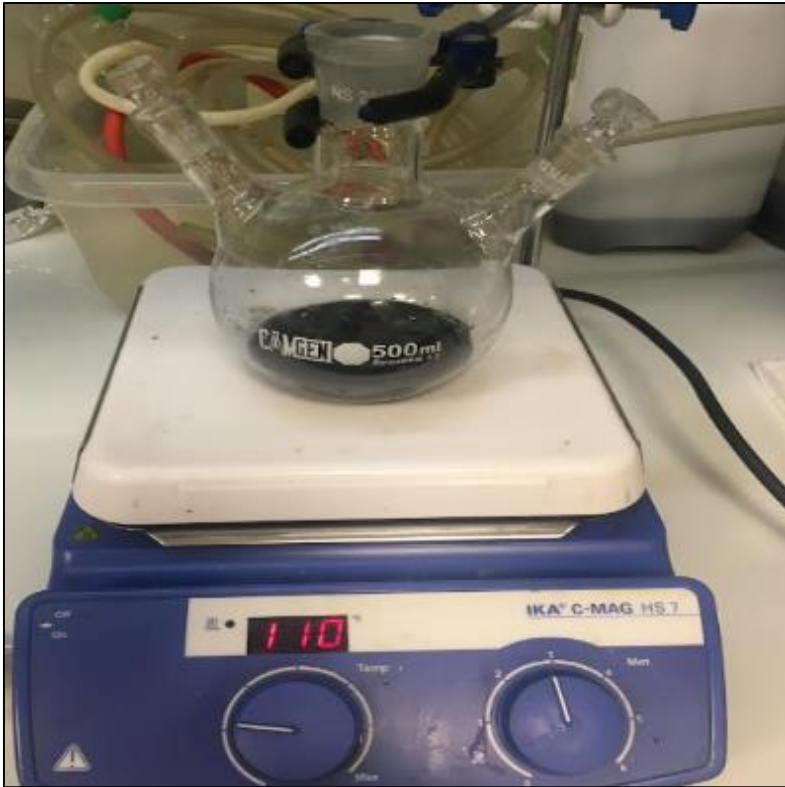
Literatür incelendiğinde çinko borat, grafen ve türevlerinin yanma geciktirici olarak kullanıldığında verimli sonuçlar gösterdiği anlaşılmıştır. Yapılan bu tez çalışmasında 50KE/PPS kompozit malzemenin yanmazlık özelliğini iyileştirmek ve LOI değerini artırmak amacıyla r-GO ve çinko borat kullanılmıştır.



3. DENEYSEL KISIM

3.1. İndirgenmiş Grafen oksit (r-GO) Dispersiyonun Hazırlanması

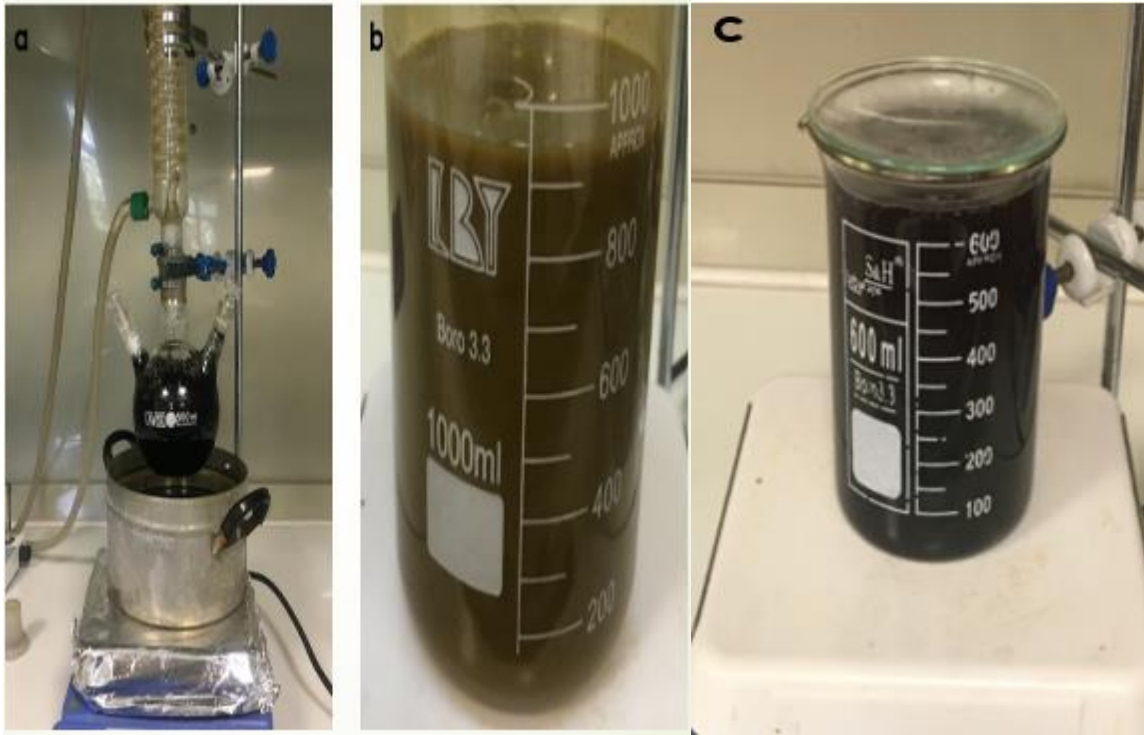
Saf grafit tozu kullanılarak grafen oksit (GO) modifiye edilmiş Hummers yöntemi ile hazırlandı. Bu amaçla, 10 g grafit 500 mL'lik balon jojeye alındı, üzerinde 45 mL %98'lik (%m/m) sülfürik asit (H_2SO_4) eklendi ve manyetik karıştırıcıda iyice dağıtılması sağlandı.



Resim 3.1. Grafit tozunun H_2SO_4 içinde dağıtılması

Daha sonra bu karışıma 5 g $K_2S_2O_8$ ve 5 g P_2O_5 yavaşça eklendi. 80 °C'de 6 saat boyunca karıştırıldı. Reaksiyonu sonlandırmak için karışım bir behere alındı ve üzerine bir miktar saf su ilave edildi (yaklaşık 90 mL). Bu karışım bir gece bekletilerek çökmesi sağlandı. Çöken karışım santrifüj ile toplandı ve 4 kere peş peşe saf su ile yıkandı. 60 °C etüvde kurutuldu. Böylece siyah görünümde genişletilmiş (expanded) grafit elde edildi. 2 g genişletilmiş grafit içinde 50 mL H_2SO_4 bulunan behere eklendi. Karışım sıcak olduğu için 30 dakika buz banyosunda karıştırıldı. 90 mL saf su ilave edilerek tepkime sonlandırıldı. Daha sonra 300 mL saf su ve 16 mL %30 H_2O_2 çözeltisi eklendi. Bir gece çökmesi için bırakıldı. Çöken malzemeler santrifüj ile toplanarak 5 kere HCl ile peş peşe yıkandı. Daha sonra karışımın

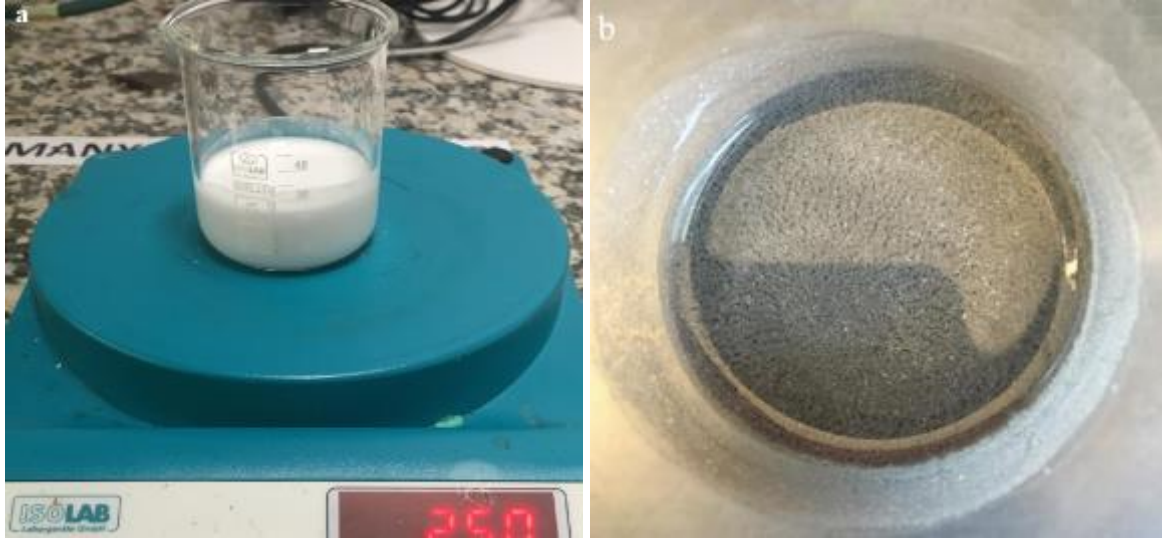
pH'ı 3 olana kadar üç kere saf su ile yıkandı. Kahverengi GO elde edilmiş oldu. Bir gece dinlendirilen GO çözeltilisine 1M 5 mL NaOH eklendi ve ultrasonic banyoda karıştırılarak pH ayarlaması yapıldı. Üç kere beşer mL NaOH eklendi ve pH 10 olarak ölçüldü. Elde edilen bu karışıma 2,20 g NaBH₄ eklenerek 80 °C'de 6 saat karıştırıldı. Karışım toplamda beş kere saf su ile yıkandı. pH'ı 7 olan siyah indirgenmiş grafen oksit (r-GO) elde edilmiş oldu.



Resim 3.2. a) Genişletilmiş grafitin buz banyosunda karıştırılması, b) GO görüntüsü, c) r-GO

3.2. Çinko Borat ve r-GO/Çinko borat Dispersiyonların Hazırlanması

$3ZnOB_2O_3 \cdot 5H_2O$ molekül formülüne sahip Çinko borattan ağırlıkça %5'lik saf su ile dispersiyon hazırlandı. Ek olarak Resim 3.3.b'de gösterildiği gibi ağırlıkça hazırlanan %5'lik r-GO ve çinko borat dispersiyonlarından yeni bir karışım elde edildi.



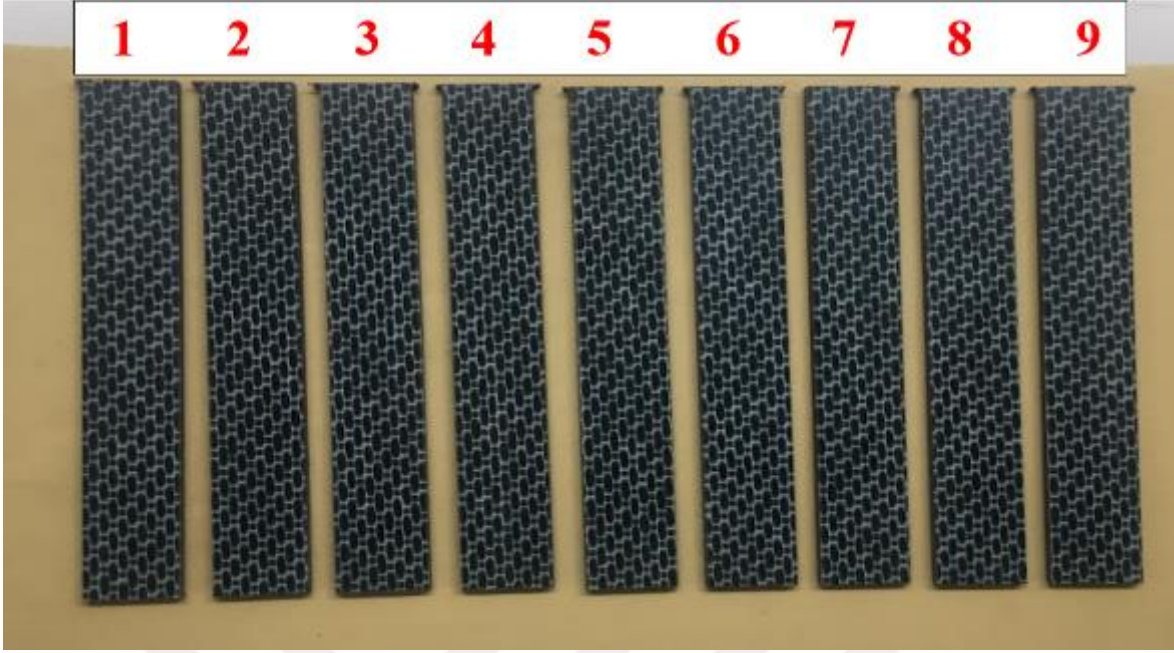
Resim 3.3. a) Ağırlıkça %5'lik hazırlanan çinko borat dispersiyonu, b) Ağırlıkça %5 r-GO ve %5 çinko borat dispersiyonları

3.3. 50KE/PPS Kompozit plakanın kesilmesi

Türk Havacılık ve Uzay Sanayii A.Ş. (TUSAŞ) tarafından sağlanan 50KE/PPS kompozit plaka (Resim 3.4) Su-jeti cihazı ile belirli ölçülerde kesildi (Resim 3.5).



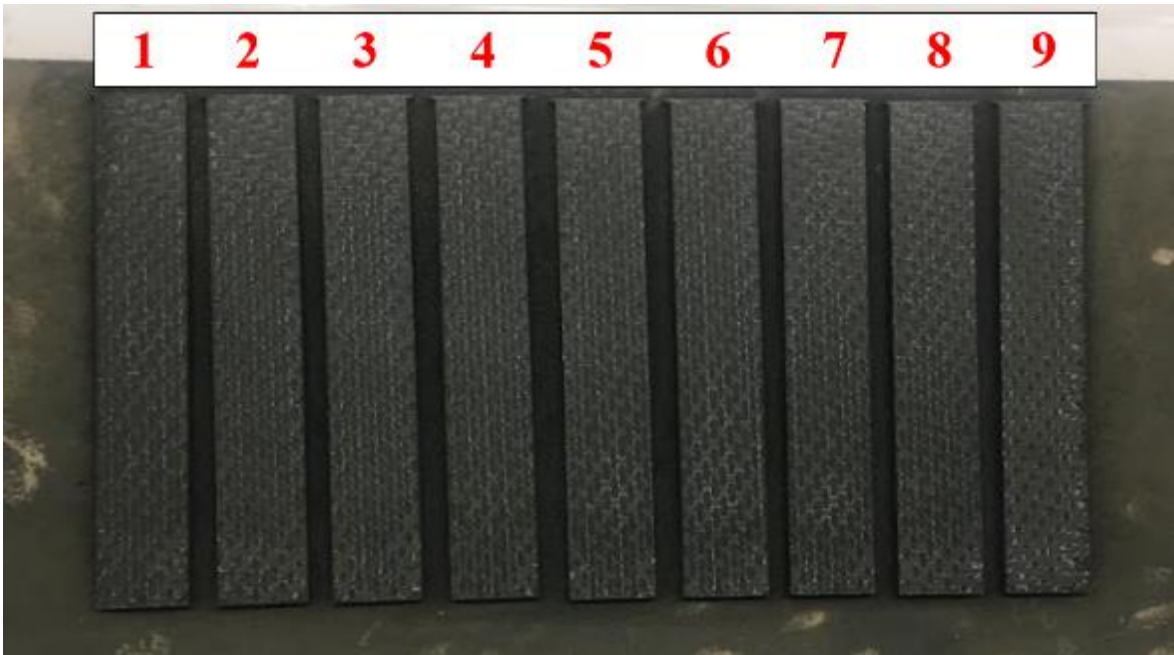
Resim 3.4. 50KE/PPS kompozit plaka



Resim 3.5. Su-jeti ile kesilen 50KE/PPS kompozit plakalar ve numaralandırılması

3.3. 50KE/PPS Kompozit Numune Yüzeylerinin Aşındırılması

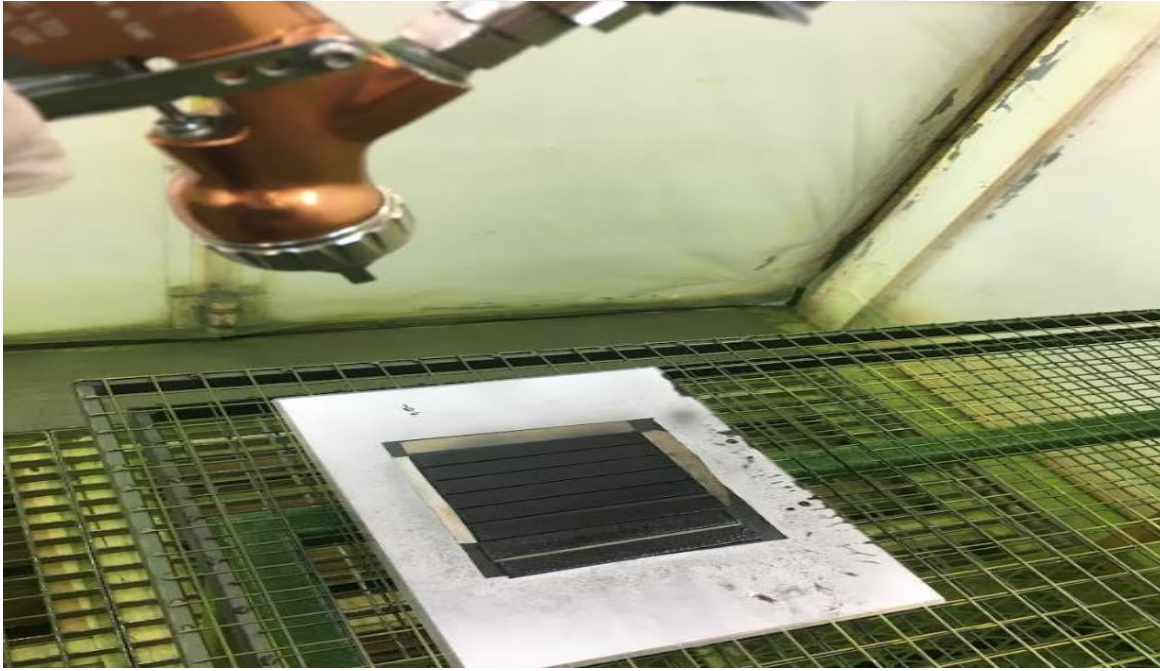
50KE/PPS numuneleri kaymaması için bir bant ile zemine sabitlendi, ardından 120 grit zımpara ile Deburr makinesi kullanılarak aşındırıldı. Aşındırma işlemi yapılırken numunenin her bölgesinin homojen olarak aşındırılmasına özen gösterildi (Resim 3.6.).



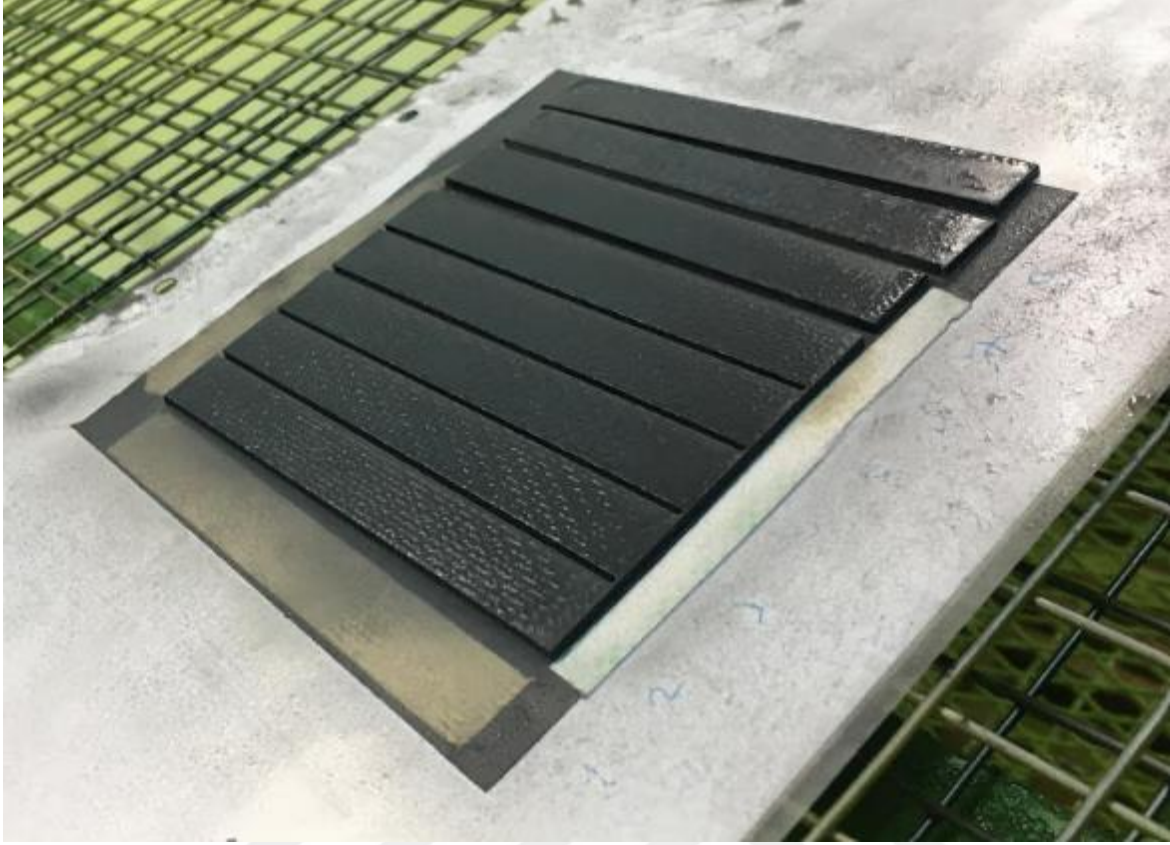
Resim 3.6. 120 grit zımpara ile aşındırılan 50KE/PPS numuneleri

3.4. 50KE/PPS Kompozit Plakaların Yüzeylerine Püskürtme ile r-GO ve r-GO/Çinko borat Kaplanması

Yüzey aşındırma işlemlerinden geçen 50KE/PPS plakaların yüzeylerine r-GO ve r-GO/Çinko borat karışımları püskürtme ile kaplandı. İki farklı numune üzerine çalışıldı. 50KE/PPS plakalardan bazıları sadece r-GO kaplandı. Çinko boratın sinerjik etkisini anlamak amacıyla bazı 50KE/PPS plakalar ise r-GO/Çinko borat ile kaplandı. Püskürtme işlemi için basit boya tabancası kullanıldı. 30 cm mesafe ile 45 ve 90°'lik açılarla kimyasallar püskürtüldü. Püskürtme işlemi yapılırken numunelerin her yüzeyine homojen dağılım olacak şekilde püskürtmeye dikkat edildi. Her 3 dakikada bir yüzey hava ile kurutulurak toplamda 5 mikron kalınlıkta kimyasal püskürtülmesi sağlandı.



Resim 3.7. Tabanca ile yüzeye püskürtme uygulaması



Resim 3.8. Yüzelerine püskürtme yapılmış numunelerin görüntüsü

Kaplama yapılan numuneler 120 °C fırında 1 saat süreyle kürlendi. Fırından çıkan numunelerin görüntüleri Resim 3.9'da verildi.



Resim 3.9. Sprey kaplama yapıldıktan sonra fırınlanan numuneler

3.5. Yapısal Analiz Çalışmaları

50KE/PPS, 50KE/PPS/r-GO ve 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat numunelerin FTIR analizleri Sakarya Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü Termal Sprey Kaplama Laboratuvarında bulunan Shimadzu (Japonya) marka cihaz ile yapıldı.



Resim 3.10. ATR-FTIR cihazının görüntüsü

3.6. Temas Açısı Ölçümleri

Saf 50KE/PPS, 50KE/PPS/r-GO ve 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat numunelerin temas açısı ölçümleri Gazi Üniversitesi Kimya Bölümünde yapıldı (SEO Phoenix 300 10/220 V, 50/60 Hz. Kore)



Resim 3.11 Temas açısı ölçüm cihazı

Ham 50KE/PPS, yüzey işlemi görmüş 50KE/PPS ve spreyle kaplanmış 50KE/PPS/r-GO ve 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat numunelerinin her birisinin ayrı ayrı temas açıları ölçüldü.

3.7. Morfolojik Analiz Çalışmaları

3.7.1. Yüzey pürüzlülüğü ölçümleri

50KE/PPS, 50KE/PPS/r-GO ve 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat numunelerin yüzey pürüzlülüğü ölçümleri TUSAŞ kalite biriminde bulunan Mitutoyo (Çin) cihazı ile gerçekleştirildi. Elde edilen sonuçlar karşılaştırmalı olarak değerlendirildi.

3.7.2. Optik mikroskop ölçümleri

Optik mikroskop analizi için Gazi Üniversitesi Biyoloji Bölümü'nde bulunan Leica DM LB2 (Switzerland) marka optik mikroskop ve Leica MC 17 HD kamera kullanıldı (Resim 4.12). Yüzeyi kaplanmış numunelere 3M 250 bantı kullanılarak yapışma bant testi yapıldı. 3M 250 bandı numunelerin yüzeylerine yapıştırıldı ve 30 saniye arası parmak ucuyla

bastırılarak baskı uygulandı. Bant aniden yüzeyden çekildi ve bandın yüzeyi optik mikroskopla incelendi. 10X ve 20X derecesinde büyütülerek inceleme yapıldı.



Resim 3.12. Optik mikroskop cihazı

3.6.3. SEM analizi

SEM analizleri Sakarya Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Isıl Sprey Kaplama Laboratuvarında ve ODTÜ MERLAB'da yapıldı. İlk olarak numunelere Cressington Sputter Coater, (U.S.A) marka cihaz ile 20 s süreyle 30 A değerinde akım verilerek altın kaplama yapıldı (Resim 3.13). SEM analizi için TESCAN (ÇEK) marka cihaz kullanıldı (Resim 3.14). 50KE/PPS ve spreylendirilmiş 50KE/PPS/r-GO ve 50KE/PPS/GO/Çinko borat numunelerin yüzey morfolojileri incelendi.



Resim 3.13. Altın kaplama yapılan 50KE/PPS numunesi



Resim 3.14. SEM cihaz görüntüsü

3.8. Yanma Analizleri

3.8.1. Limit oksijen indeksi (LOI) analizi

LOI testi Ankara Ulusal Bor Araştırma Enstitüsü TENMAK/BOREN’de yapıldı. LOI analizi için Fire Testing Technology (Çin) cihazı kullanıldı (Resim 3.15). Analizi yapılacak olan numuneler ASTM D2863 standartına göre (120X15X2 mm) ölçülerinde kesildi.



Resim 3.15. LOI test cihazı

3.8.2. Dikey yanma testi (UL-94)

UL-94 testi Ankara Ulusal Bor Araştırma Enstitüsü TENMAK/BOREN’de Fire Testing Technology (Çin, 220 V) cihazı ile ASTM D3801-00 standartına göre yapıldı (Resim 3.16.).



Resim 3.16. UL-94 test cihazı

3.9. Isıl Analizler

3.9.1. Diferansiyel tarama kalorimetresi (DSC) analizi

50KE/PPS, 50KE/PPS/r-GO ve 50KE/PPS/r-Go/Çinko borat numunelerin termal karakterizasyonu, Gaz Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Isıl Analiz Laboratuvarı'nda bulunan HITACHI (Japonya) marka DSC7020 cihazı kullanılarak yapıldı (Resim 3.17). Azot atmosferinde 25 °C-600 °C sıcaklık aralığında 10 °C/dakika tarama hızında çalışıldı.



Resim 3.17. DSC cihazı

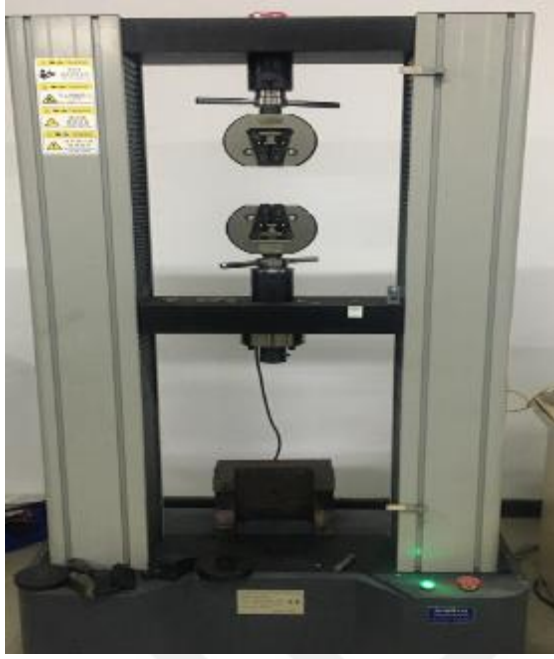
3.9.2. Termogravimetrik analiz (TGA)

Gazi Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvarı'nda 50KE/PPS, 50KE/PPS/r-GO ve 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat numuneleri için TGA ölçümler alındı. Azot gazı atmosferinde 25-600 °C sıcaklık aralığında 10 °C/dak ısıtma hızında tarama yapıldı. Ölçülen tüm numunelerin bozunma sıcaklıkları incelenerek, 50KE/PPS ile 50KE/PPS/r-GO ve 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat numunelerin sıcaklık artışı karşısındaki bozunma hızları ve kütle kayıpları kıyaslı olarak incelendi.

3.10. Mekanik analizler

3.10.1. Çekme testi

50KE/PPS, 50KE/PPS/r-GO ve 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat numuneleri için çekme testi Ostim Teknik Üniversitesi'nde Electronic Universal Testing Machine, WDW-100 model cihaz ile yapıldı (Maksimum test kuvveti: 100 kN) (United Kingdom).



Resim 3.18. Çekme testi cihazı

3.10.2. Üç nokta eğme testi

Üç nokta eğme testleri EN ISO14125'e göre 100X25X2 mm ölçülerinde boyutlandırılan numunelere 2 mm/dak hızında yapılmıştır. Test cihazı olarak Electronic Universal Testing Machine Model WDW-100 (Max. Testing Force 100 KN, Çin) kullanılmıştır (Resim 3.19).



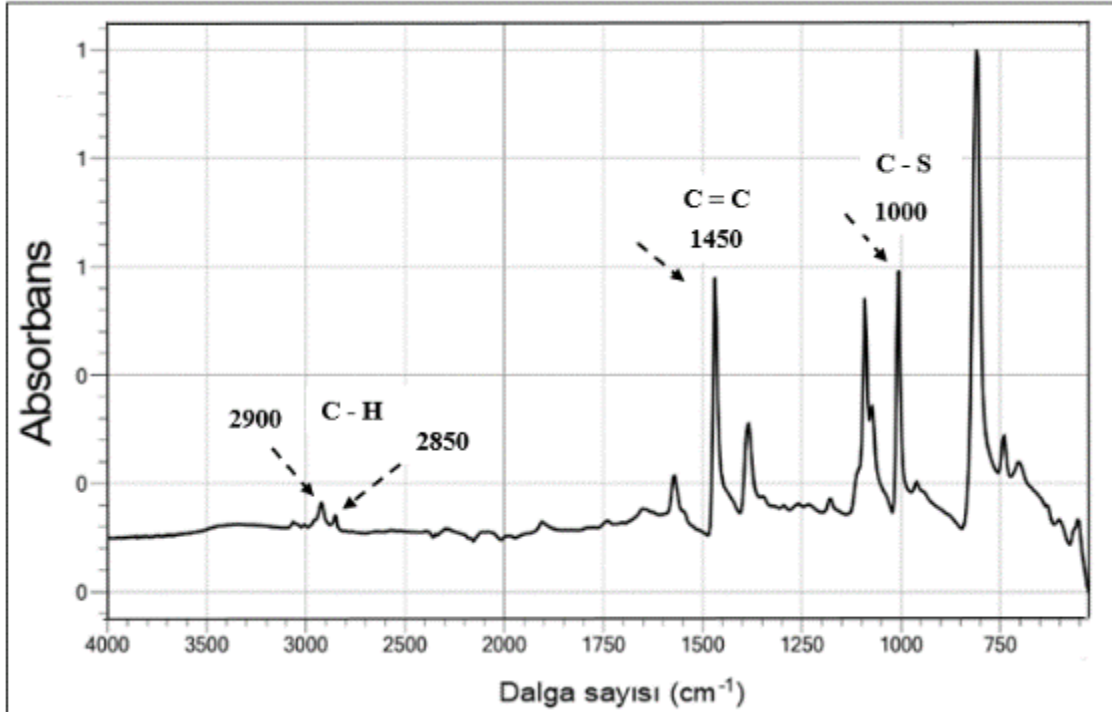
Resim 3.19. Üç nokta eğme test cihazı

4. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ VE TARTIŞMA

4.1. Yapısal Analiz Sonuçları

50KE/PPS kompozit plakanın kaplama yapılmayan ve püskürtme ile kaplama yapıldıktan sonra elde edilen 50KE/PPS/r-GO ve 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat numunelerine ATR-FTIR karakterizasyonları yapıldı. 50KE/PPS plakanın ATR-FTIR spektrumu Şekil 4.1’de verildi. ATR-FTIR spektrumuna göre 1000 cm^{-1} de keskin olarak gözlenen pikler PPS’in yapısında bulunan C-S atomları arasındaki gerilme titreşimlerinden, 1450 cm^{-1} ’de gözlenen pikler ise C=C bağlarından kaynaklanmakta olup literatür ile uyumludur [91].

$2850\text{--}3100\text{ cm}^{-1}$ bölgesinde pikler görüntülendi. Literatürde C–H atomları arasında germe titreşimlerine karşılık gelen $3100\text{--}3000\text{ cm}^{-1}$ bölgesinde birkaç zayıf tepe olmasına rağmen, piklerin çoğunun 2000 ila 4000 cm^{-1} arasındaki düşük frekanslı bölgede bulunduğu raporlanmıştır [92].

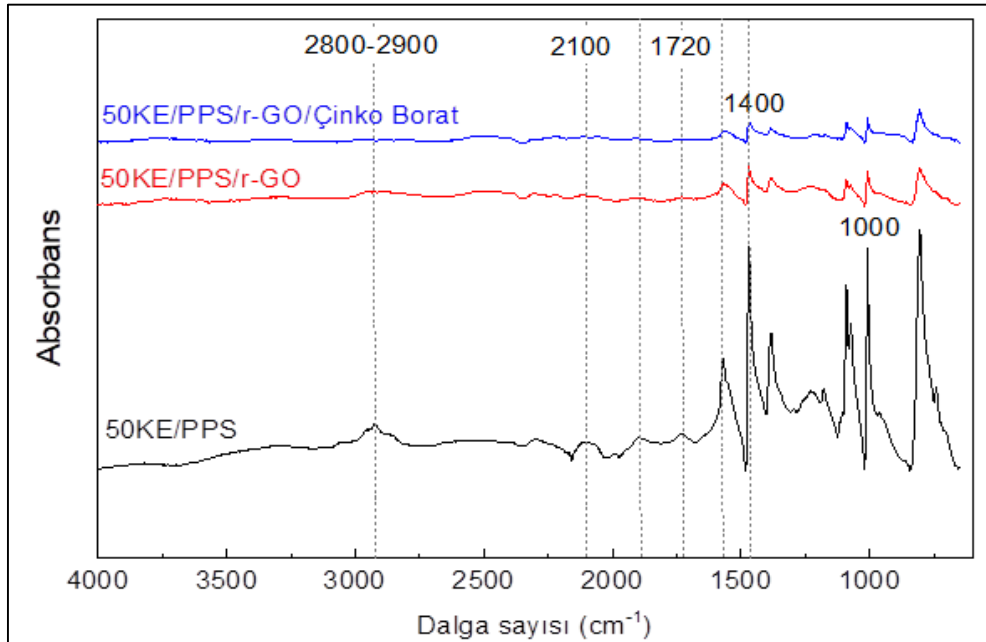


Şekil 4.1. 50KE/PPS ATR-FTIR diyagramı

50KE/PPS numunesinin r-GO ve r-GO/Çinko borat ile kaplandıktan sonra alınan ATR-FTIR görüntüleri Şekil 4.2’de verildi. Karbon elyafların varlığından kaynaklanan $2800\text{--}2900\text{ cm}^{-1}$

'de görülen piklerde kaplama sonrası kayma olmadığı belirlendi. 50KE/PPS numunesi mekanik aşındırma yapıldıktan sonra kaplandığı için numunenin yapısında bulunan karbon elyaf liflerine yapısal olarak zarar verilmediği anlaşıldı. 1400 cm^{-1} 'de görüntülenen pik r-GO'nun yapısında bulunan O-H gerilmelerinden kaynaklanmaktadır. Literatürde GO'nun karakteristik pikinin C-OH gruplarındaki O-H gerilmelerinin 1375 cm^{-1} 'de pik gösterdiği bildirilmiştir [93]. 50KE/PPS numunesi üzerine kaplanan r-GO'nun FTIR spektrumunda literatürle uyumlu pik göstermesi numune yüzeyinde r-GO varlığını kanıtlar durumdadır. 50KE/PPS numunenin yüzeyi ile kaplama malzemeleri olan r-GO ve r-GO/Çinko borat arasında uyum olduğu görülmektedir.

900-1400 cm^{-1} 'de ortaya çıkan piklerin çinko borat varlığından kaynaklandığı bulunmuştur. 1350 cm^{-1} 'de görüntülenen pikin su ile hazırlanan çinko borat dispersiyonun suya bağlı H-O-H bandının titreşimleri 1349 cm^{-1} 'de hafifçe görülmektedir. 3350 cm^{-1} ve 3400 cm^{-1} 'de gösterilen geniş bantların, çinko boratın yapısındaki O-H gruplarından kaynaklandığı raporlanmıştır [94-95]. Yapılan ATR-FTIR analizlerinden 50KE/PPS kompozitine sprej püskürtme ile kaplanan r-GO ve r-GO/Çinko borat bileşenlerinin literatürde bildirilen ATR-FTIR sonuçları ile uyum içerisinde olduğu anlaşıldı.



Şekil 4.2. 50KE/PPS, 50KE/PPS/r-GO ve 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat numunelerinin FTIR görüntüleri

4.2. Temas Açısı Ölçümleri





Bir sıvının katı yüzey ile temasında belli bir açı oluşur. Temas açısı olarak adlandırılan bu açı ıslanabilirlik derecesini ifade eder. Temas açısının sıfır olduğu durumda, yüksek enerjili bir yüzeyde su yüzeyde dağılır, ince bir film oluşturur ve yüzey tamamen ıslanır. Bu durumda temas açısı sıfırdır ($\theta = 0^\circ$). Hidrofilik olarak adlandırılan yüzeylerin temas açıları $0^\circ < \theta_{\text{temas}} < 90^\circ$ aralığındadır. Düşük enerjili yüzeylerde ise temas açısı $90^\circ < \theta_{\text{temas}} < 180^\circ$ aralığındadır ve bu yüzeylere hidrofobik yüzeyler denir. Süperhidrofobik yüzeylerde ise temas açısı 150° ile 180° arasında değişmektedir [96].

Polimerik malzemeler kullanılarak nanokompozit yapılarda yüzey modifikasyonu tipik olarak iki şekilde gerçekleştirilir: Birincisi yüzeyde fiziksel adsorpsiyon gibi kovalent olmayan etkileşimler yaratmak ikincisi ise yüzeye kovalent bağ oluşması üzerinden polimer aşılama [97]. Yapılan bu tez çalışmasında ticari olarak üretilmiş 50KE/PPS kompozit malzemenin yüzeyine fiziksel etkileşimler üzerinden r-GO ve r-GO/Çinko borat kaplanmıştır.

50KE/PPS, 50KE/PPS/r-GO ve 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat numuneleri için temas açısı ölçümleri yapıldı. Temas açısı ölçüm sonuçları Çizelge 4.1'de verildi. 50KE/PPS numunesinin temas açısı 74° olarak ölçüldü. Numune yüzeyinin hidrofilik özellik gösterdiği bulundu. 50KE/PPS numunesinin yüzeyine uygulanan mekanik aşındırma sonucunda temas açısı 102° 'ye çıkarak yüzey hidrofobik özellik kazandı. Numune yüzeyinin hidrofilik özellik gösterirken kaplanan r-GO ve r-GO/Çinko borat varlığında temas açısı sırasıyla 34° ve 45° olarak ölçüldü. r-GO yapısında bulunan karbonil, karboksil, epoksit ve hidroksil gruplarının varlığının r-GO katmanları arasındaki van der Waals etkileşimi sayesinde yüzeyi hidrofilik hale getirdiği literatürde raporlanmıştır [98]. Temas açısı ölçümü sonucunda r-GO yapısında bulunan oksijen grupları yüzeyin hidrofilikliğini artırdı. Saf çinko borat tozlarının temas açısının değişen çözücüler varlığında $21,66^\circ\text{C}$ ve $19,5^\circ\text{C}$ değerlerinde olduğu literatürde bildirilmiştir. Kaplama yapılan r-GO/Çinko borat ilavesinin temas açısının 50KE/PPS numuneye göre daha küçük çıkması literatürle uyum içerisindedir [99]. Sonuç olarak kaplama yüzeyinde sıvı ile katı yüzey arasında ıslanabilirliğin iyi durumda olduğu sonucuna varıldı.

Yüzeyi aşındırılmış 50KE/PPS kompozit plakanın standart sapmasındaki değişim yüzeye uygulanan mekanik aşındırmanın el ile yapılması sebebiyle bazı alanlarda homojen bir dağılım elde edilemediği şeklinde yorumlandı.

Çizelge 4.1. 50KE/PPS, 50KE/PPS/r-GO ve 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat numunelerinin temas açıları, serbest yüzey enerji değerleri ve temas yüzeyi görüntüleri

Numune	Temas açısı (°)	Serbest Yüzey Enerjisi (γ_{sl} , mJ/m ²)	Temas Yüzeyi Görüntüsü
50KE/PPS	74,0 ± 1,0	14,30	
Yüzeyi aşındırılmış 50KE/PPS	102,0 ± 3,2	5,67	
Sprey kaplama yapılmış 50KE/PPS/r-GO	34,0 ± 0,8	29,38	
Sprey kaplama yapılmış 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat	45,0 ± 0,6	25,63	

Bir sıvı katı ile temas ettiğinde katı/sıvı arayüzeyi oluşur. Sıvının veya yapıştırıcı bir malzemenin yüzeye yayılmasını yüzey enerjisi belirler. Yüzey enerjisi birim alan başına düşen enerji miktarıdır ve birimi mJ/m²'dir. Katı sıvı arasındaki serbest yüzey enerjisi Young denklemi kullanılarak hesaplanır.

$$\gamma_{sl} = \gamma_s - \gamma_l \cos \theta \quad (4.1)$$

$$\gamma_{sl} = \gamma_s + \gamma_l - 2(\gamma_s \gamma_l)^{1/2} \quad (4.2)$$

Yukarıda verilen eşitliklerde γ_s katının serbest yüzey enerjisini, γ_l sıvının serbest yüzey enerjisini (su için serbest yüzey enerjisi 72.8 mJ/m^2), γ_{sl} katı ve sıvı arasındaki serbest yüzey enerjisini, θ ise katı/sıvı temas açısını temsil eder [100].

$$\gamma_s - \gamma_l \cos \theta = \gamma_s + \gamma_l - 2(\gamma_s \gamma_l)^{1/2} \quad \dots\dots\dots (4.3)$$

$$\gamma_s = \frac{\gamma_l(1 + \cos \theta)^2}{4} \quad (4.4)$$

50KE/PPS, yüzeyi mekanik aşındırma yapılmış 50KE/PPS, 50KE/PPS/r-GO ve 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat numuneleri için Young denklemi kullanılarak hesaplanan serbest yüzey enerjileri Çizelge 4.1'de verildi. 50KE/PPS numunesinin yüzey enerjisi $14,30'$ dan r-GO/Çinko borat kaplanmasıyla $25,63'$ e çıktığı gözlemlendi.

4.3. Yüzey Morfoloji Analizleri

4.3.1. Yüzey pürüzlülüğü ölçümleri

Numunelere kaplama yapılması için yüzeyin gözenekli yapıda olması önemlidir. Yüzey pürüzlülüğünün hem işlem görmüş numunelerin kalitesine karar vermede hem de işleme performansını tahmin etmede kullanılan ana parametrelerden biri olduğu literatürde bildirilmiştir [101]. Bu nedenle, 50KE/PPS, 50KE/PPS/r-GO ve 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat numunelerin yüzey pürüzlülükleri ölçüldü ve elde edilen değerler Çizelge 4.2'de verildi. İşlem görmemiş 50KE/PPS kompozit plakanın yüzey pürüzlülüğü 8 Ra olarak ölçüldü. Zımpara (no: 120) ile yapılan aşındırma işlemi ile yüzeyde pürüzlülük oluşturulması hedeflendi. Aşındırma yapıldıktan sonra yüzey pürüzlülüğü 101 Ra değerine çıktı. Elde edilen yüzey pürüzlülüğü değeri numunelere r-GO ve r-GO/Çinko boratın püskürtülmesiyle sırasıyla 121 ve 135 Ra değerlerine yükseldi.

Yüzey işlemleri görmemiş 50KE/PPS kompozit plakaların yüzey pürüzlülüğü değeri beklendiği gibi yüzey işlemleri gören numunelerden daha düşük çıkmıştır. Yapılan aşındırma işlemi ile numunenin yüzeyinde gözenek yaratılmış ve yüzey pürüzlülüğü artırılmıştır. r-GO ve r-GO/Çinko borat yüzeye daha iyi tutunması için gerekli pürüzlülük Çizelge 4.2'den görüldüğü gibi sağlanmıştır.

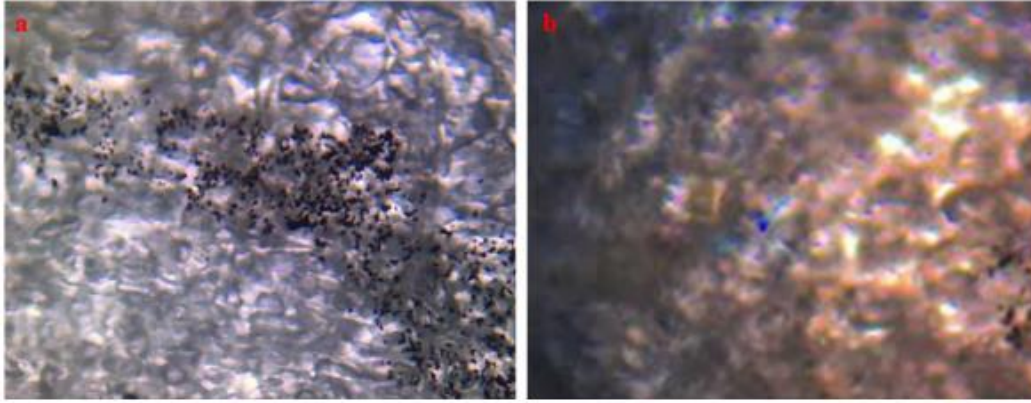
Çizelge 4.2. Numunelerin yüzey pürüzlülüğü değerleri

Numune	Yüzey Pürüzlülüğü (Ra) (μm)
50KE/PPS	8,03 \pm 0,61
Yüzeyi zımparalanmış 50KE/PPS	101,01 \pm 0,14
Yüzeyi spreyle kaplanmış 50KE/PPS/r-GO	135,25 \pm 0,45
Yüzeyi spreyle kaplanmış 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat	141,16 \pm 0,13

4.3.2. Optik mikroskop görüntüleri

Spreyle kaplama yapılan 50KE/PPS/r-GO ve 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat numunelerin yüzey görüntüleri optik mikroskopta incelendi. Kaplama yapılan yüzeylere 3M 250 bantı ile yapışma bant testi yapıldı. Bant yüzeyden hızlıca çekildiği zaman bantta kalan malzemelerin optik mikroskop görüntüleri alındı. İlk olarak 50KE/PPS/r-GO ve 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat numunelerine malzemelerin yüzeyde tutunmasını aydınlatmak ve kürlenmenin yüzeye etkisini görmek amacıyla kürtleme yapmadan ve kürtleme (120 °C fırında, 1 saat) yaptıktan sonra bant testi yapıldı [102]. Kürtleme yapılmadan r-GO ve r-GO/Çinko borat kaplanan numunelerde bant üzerinde kümeleşmiş bir şekilde malzemelerin kalıntı bıraktığı görüldü (Şekil 4.3.a.). Kürtleme yapıldıktan sonra elde edilen görüntülerde bant yüzeyine yapışan malzemelerin daha az olması kürtleme ile malzemelerin yüzeye daha iyi tutunduğu sonucunu ortaya çıkardı (Şekil 4.3.b).

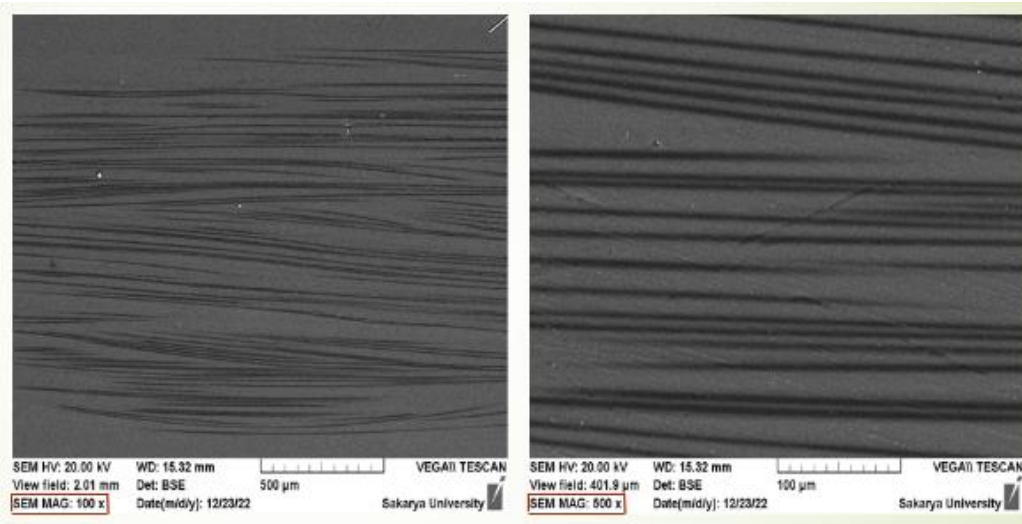
Bant yüzeyinde gözle görülecek makroskobik düzeyde kalkmalar gözlemlenmedi. Püskürtme ile yapılan r-GO ve r-GO/Çinko borat kaplamaların kürtleme etkisi ile yüzeye iyi tutunmuş olduğu sonucuna varıldı.



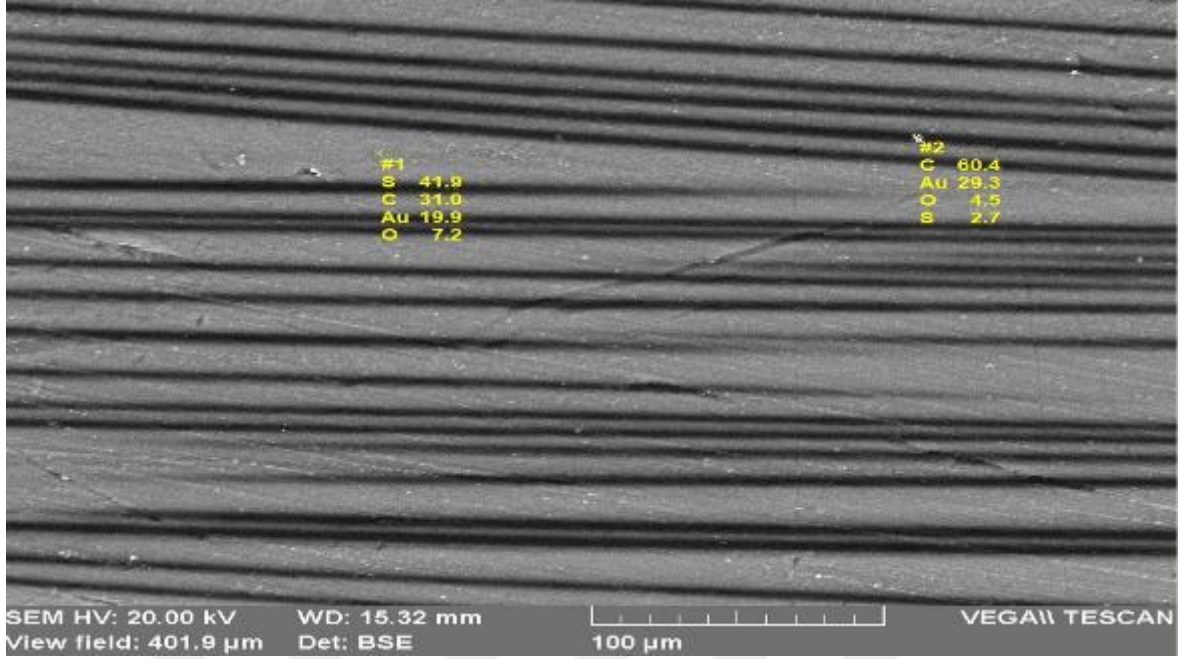
Şekil 4.3. a) K rleme yapılmayan 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat numunesi, b) K rleme yapıldıktan sonra 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat numunesi

4.3.3. SEM analizi sonuları

Taramalı elektron mikroskopunda (SEM) 50KE/PPS, 50KE/PPS/r-GO ve 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat numunelerin y zey morfolojileri incelendi. 50KE/PPS numunesinin SEM g r nt leri (Şekil 4.4) yapının d zg n şekilde istiflenmiŐ karbon elyaflardan oluŐtuĐunu g sterdi. 50KE/PPS iin EDX analiz sonuları Şekil 4.5’de verilmiŐ olup, S atomunun varlıĐı y zde 41,9 olarak belirlendi.

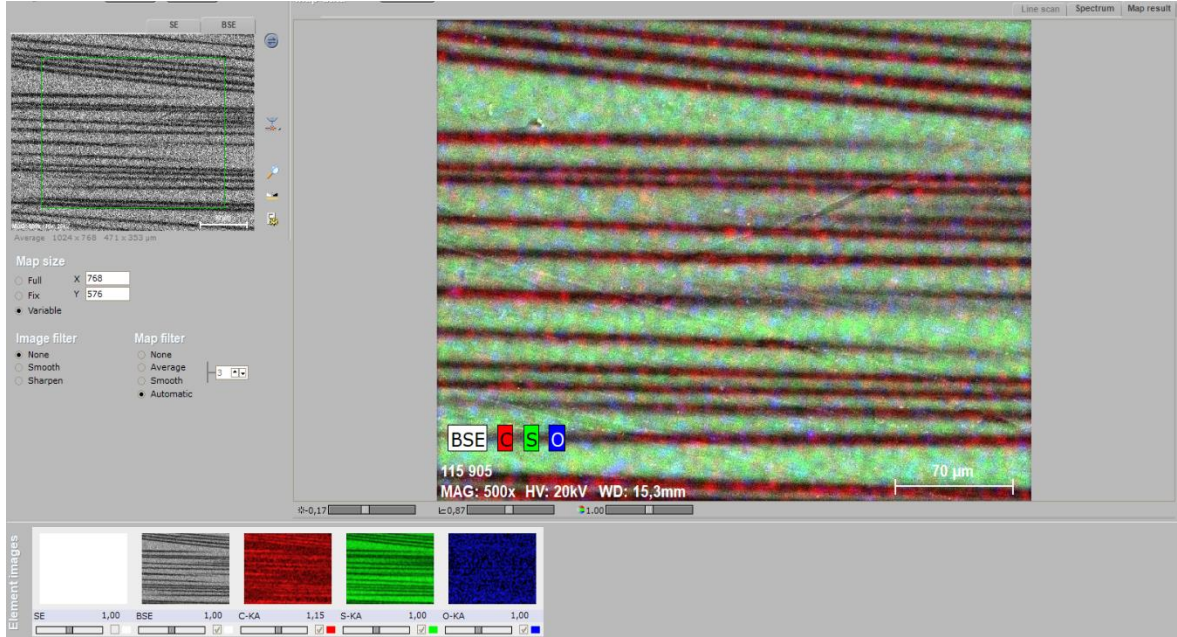


Şekil 4.4. 50KE/PPS numunesinin SEM g r nt leri



Şekil 4.5. 50KE/PPS numunesi SEM/EDX analizi görüntüsü

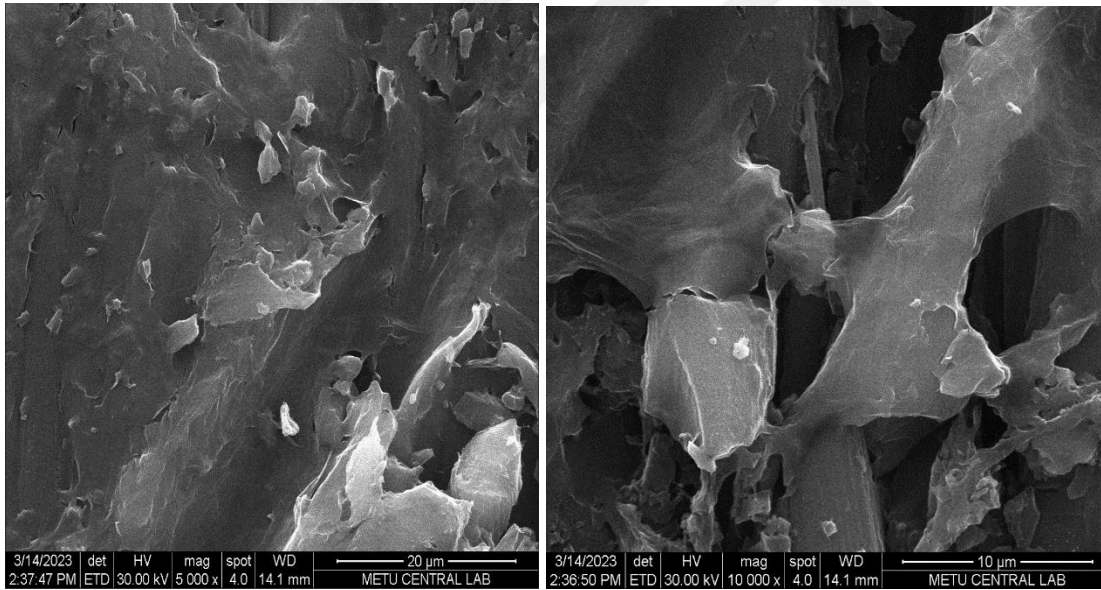
Şekil 4.6'da EDX analizi sonucunda ham 50KE/PPS numunenin yapısında bulunan atomların varlığı renkli olarak gösterilmiştir. 50KE/PPS'de içerik olarak yarı yarıya bulunan karbon elyaflar ve kükürt atomlarının varlığı görülmektedir.



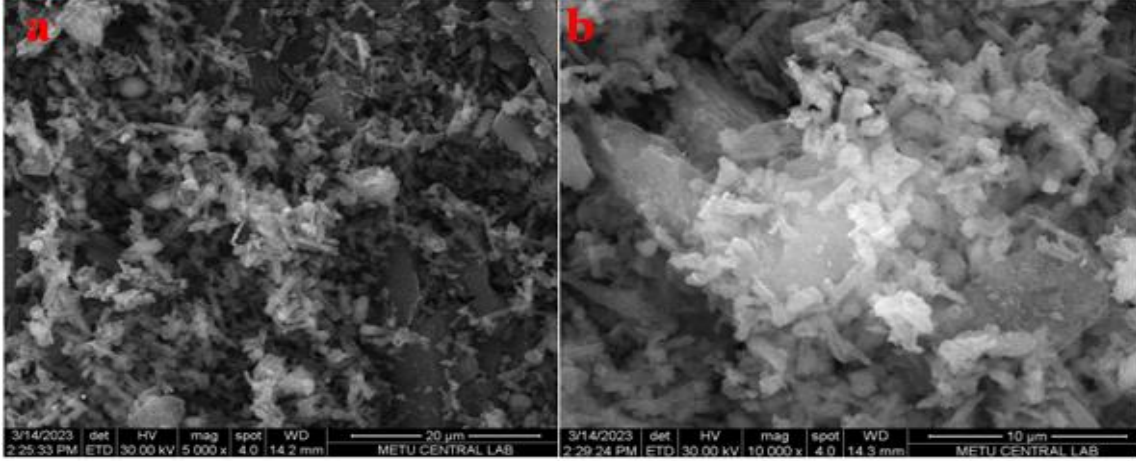
Şekil 4.6. 50KE/PPS numunesinin SEM/EDX analiz sonuçları

50KE/PPS numunesine püskürtme ile kaplanan r-GO kaplaması sonrası elde edilen SEM görüntülerinde görüldüğü gibi yüzeyde yoğun r-GO parçaları mevcuttur (Şekil 4.7). Spreyleme ile yüzeye püskürtülen r-GO'nun SEM görüntülerinden gözenekli ve parçacıklı yapıda toplandığı görüldü. Literatürde r-GO'nun SEM görüntüleri incelendiğinde çeşitli çaplarda, dağınık ve gözenekli formda olduğu anlaşılmaktadır [103]. 50KE/PPS numunesine kaplama yapılan r-GO'in mevcudiyeti SEM görüntüleri ispatlandı.

50KE/PPS numunesine r-GO/Çinko borat dispersiyonu püskürtülerek kaplama sonucu oluşan 50KE/PPS/r-GO/Çinko boratın SEM görüntüleri incelendiğinde çinko boratın çubuk formunda ve kümeleşme şeklinde yüzeyde bulunduğu görüldü [104]. Şekil 4.8.b'de r-GO üzerine sarılmış çinko borat yapıları mevcuttur. r-GO ve çinko boratın birlikte yüzeye kaplanmasının yüzey üzerindeki görüntüsü SEM ile aydınlatılmış ve malzemelerin birbirlerine sarılı olarak bulunması kaplamanın amacına ulaştığı şeklinde yorumlanmıştır.



Şekil 4.7. 50KE/PPS/r-GO numunesinin SEM görüntüleri



Şekil 4.8. 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat numunesinin görüntüleri a) 5000X, b) 10000X

4.4. Yanma Analizi Sonuçları

4.4.1. Sınırlayıcı oksijen indeksi (LOI) sonuçları

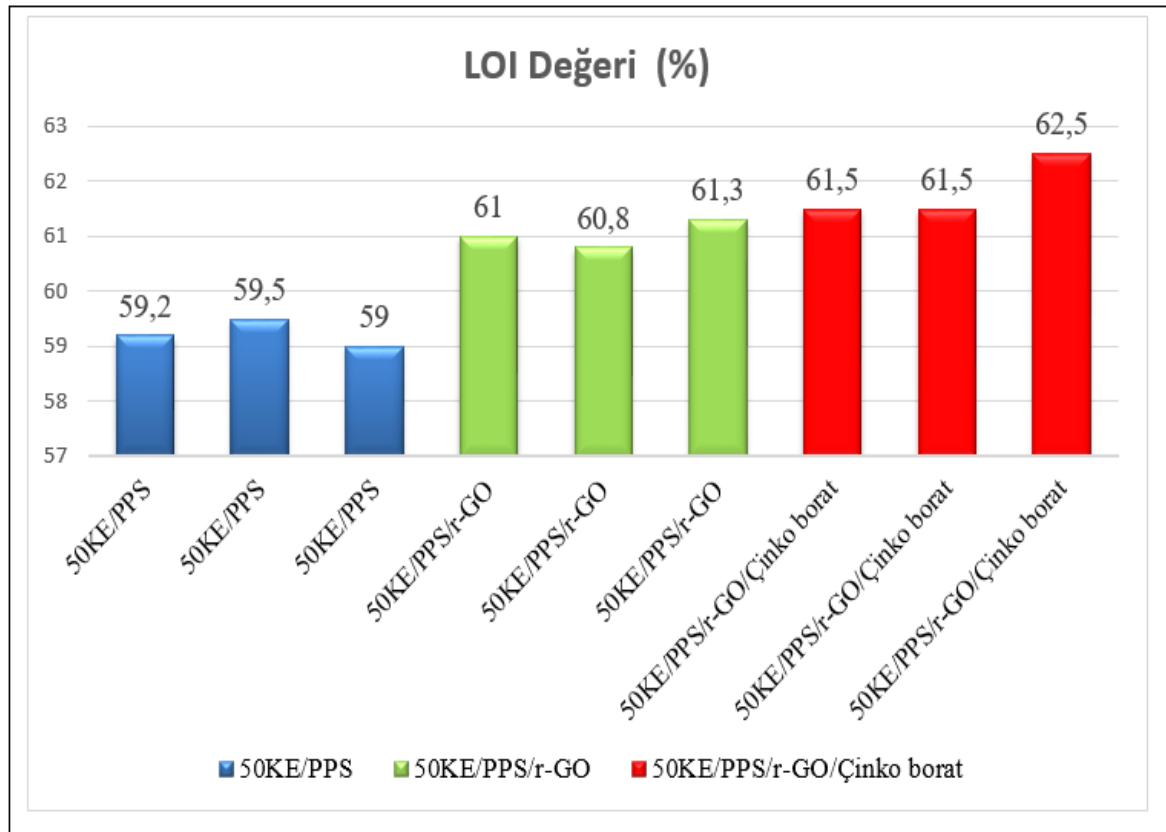
Sınırlayıcı oksijen indeksi (LOI) testi, bir maddenin yanması için ortamda bulunması gereken minimum oksijen miktarının ölçülmesine dayanır. LOI değeri bir malzemenin yanmaya başlaması için gerekli oksijen derişimini gösterir. Malzemenin LOI değeri arttıkça yanmazlık özelliği de artar. 50KE/PPS kompozit numunenin LOI değeri %59,2 olarak ölçüldü. Bu yapıya r-GO kaplanması ile LOI değeri %61,0 değerine ulaştı. Çinko boratın r-GO dispersiyonuna eklenmesi ile ise LOI değeri %61,8 değerine çıktı.

Çalışmalar sonucunda en iyi LOI değerine 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat numunesinde ulaşıldı. Numunelere 60 s boyunca uygulanan alev çekildikten sonra numunelerin bir süre sonra kendi kendine söndüğü gözlemlendi. Yanmanın numune yüzeylerinde gerçekleştiği (Resim 4.2.) ve yanma sonrasında 50KE/PPS numunesinin yüzeyinde r-GO varlığında kömür tabakası oluştuğu gözlemlendi [85]. 50KE/PPS numunesinde yanan alanın uzunluğu 3,5 cm olarak ölçüldü. 50KE/PPS numune yüzeyine sırasıyla r-GO ve r-GO/Çinko borat kaplanmasıyla yanma sonrasında oluşan kömür tabakasının uzunluğu 2,5 cm ve 1,6 cm değerlerine hedeflendiği şekilde düştü. 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat numunesinin yüzeyinde yanan malzemenin uzunluğunun daha az ve yüzeydeki alev ilerlemesinin diğer numunelere göre daha yavaş olduğu tespit edildi. 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat numunesinin yüzeyinde yanma sırasında Çinko borat yapısından su salımı ve köpürme meydana geldi (Resim 4.3). Oluşan bu eriyik köpük tabakasının 50KE/PPS kompozit malzeme ile alev

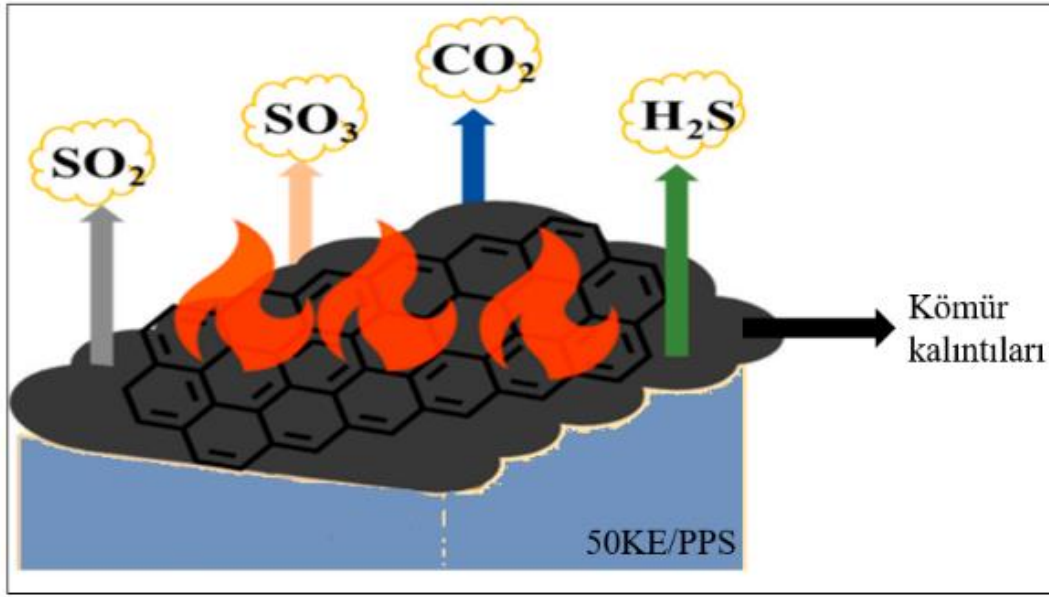
arasında camı bir bariyer oluşturarak (vitrifikasyona yol açarak) LOI değerinde artışa sebep olduğu değerlendirildi [62]. r-GO ve çinko boratın yanan yüzeydeki varlığının 50KE/PPS numunenin alev geciktirici özelliğini artırdığı ve bu artışın yüzeyde bulunan r-GO'ya ek olarak çinko boratın varlığının sinerjik etki yaratması sebebi ile olduğu sonucuna varıldı.

Çizelge 4.3. Numunelerin LOI (%) değerleri (sonuçlar üçer ölçüm ortalamasıdır)

Numune	LOI (%)
50KE/PPS	59,2 ± 0,25
50KE/PPS/r-GO	61,0 ± 0,25
50KE/PPS/r-GO/Çinko borat	61,8 ± 0,57



Şekil 4.9. Numunelerin LOI (%) değerleri

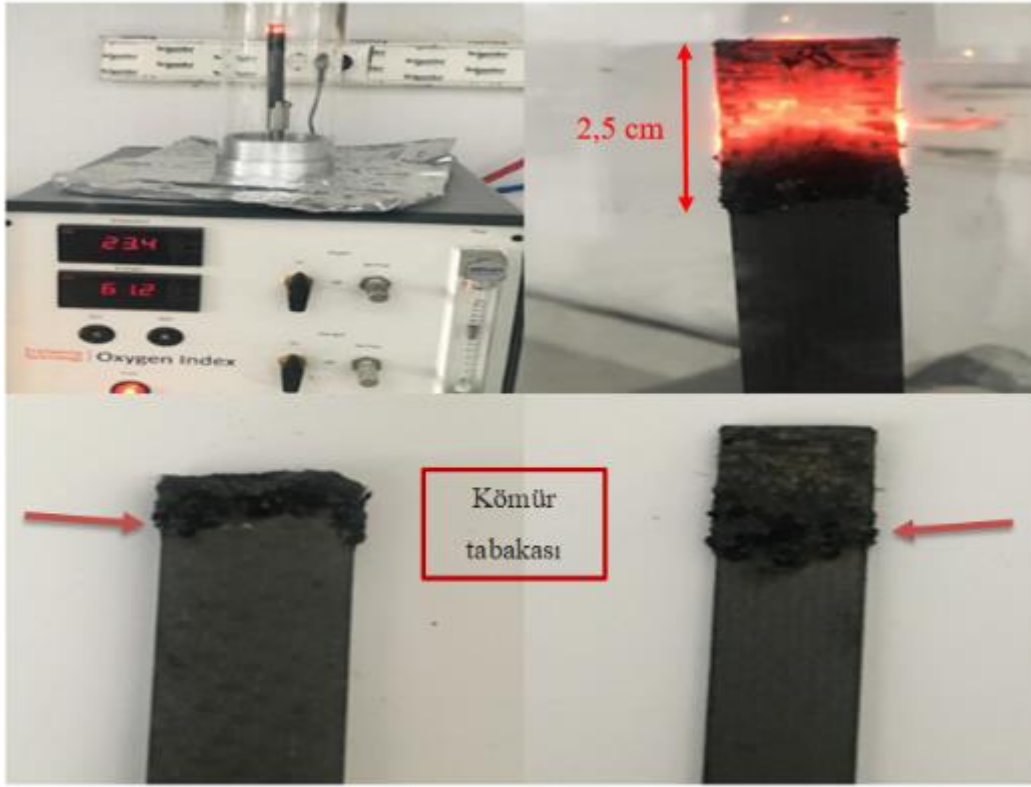


Şekil 4.10. 50KE/PPS termoplastik kompozitlerinin yanma ürünleri

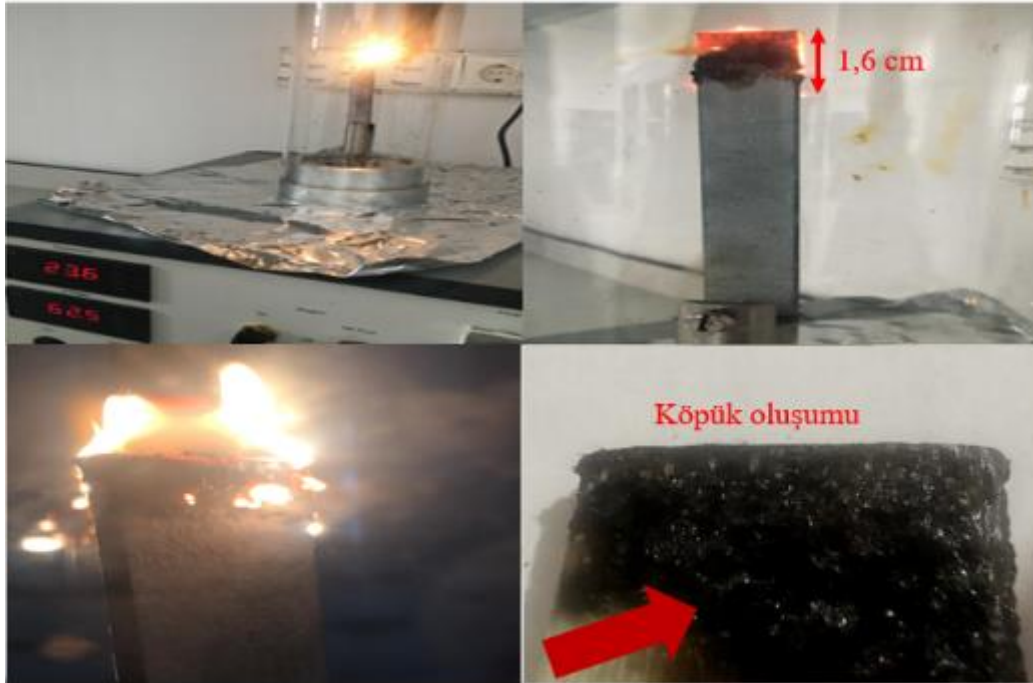
PPS'in yapısında bulunan S atomu ana zincirde C-S-C bağlarını içerir. PPS liflerinin oksidasyonundan sonra C-S-C bağları önce kırılır daha sonra sülfoksit (-SO) ve sülfon grubu (-SO₂) yapıları oluşur. Bu da S atomlarının oksitlendiğini gösterir. 50KE/PPS kompozitlerin yanması sırasında SO_{2(g)}, SO_{3(g)}, CO_{2(g)} ve H₂S_(g) gazları ortama yayılır. (Şekil 4.10) [105].



Resim 4.1. 50KE/PPS numunesinin LOI test görüntüleri



Resim 4.2. 50KE/PPS/r-GO numunesinin LOI test görüntüleri



Resim 4.3. 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat numunesinin LOI test görüntüleri

4.4.2. UL-94 test sonuçları

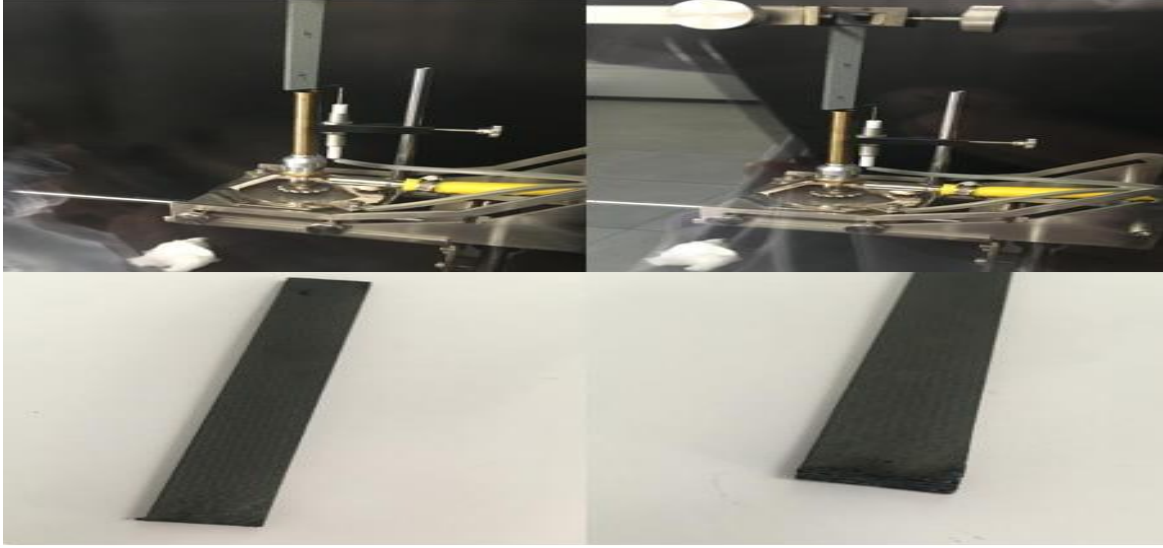
UL-94 testi bir malzemenin dikey konumda alev kaynağına tutulması ve sonrasında yanan malzemenin sönmesi için geçen sürenin ve alevin yayılmasının değerlendirildiği yaygın olarak kullanılan test yöntemlerinden biridir. Test edilen numunelerin yanma geciktirme sırasına göre V2, V1 ve V0 olarak test sonuçları değerlendirilir (Çizelge 4.4.). Malzemenin yanmazlık özelliğinin en iyi olduğu durum V0'dır [106,107].

Çizelge 4.4. UL 94 test sınıflandırılması

UL 94 testi için sınıflandırma	
V0	Her bir numune için t_1 ve t_2 10 saniyeden kısa Beş numune için t_1 ve t_2 50 saniyeden kısa Her bir numune için t_2 ve t_3 30 saniyeden kısa Art arda alev veya parlama yok Yanan damla yok
V1	Her bir numune için t_1 ve t_2 10 saniyeden kısa Beş numune için t_1 ve t_2 250 saniyeden kısa Her bir numune için t_2 ve t_3 60 saniyeden kısa Art arda alev veya parlama yok Yanan damla yok
V2	Her bir numune için t_1 ve t_2 30 saniyeden kısa Beş numune için t_1 ve t_2 250 saniyeden kısa Her bir numune için t_2 ve t_3 60 saniyeden kısa Art arda alev veya parlama yok Yanan damla var

50KE/PPS, 50KE/PPS/r-GO ve 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat numunelerin dikey konumda tutuşabilirliğini ve alevin yayılmasını incelemek amacıyla ASTM D3801-00 standartına göre UL-94 testi yapıldı (Resim 4.4). Yanma sırasında damlama oluşup oluşmayacağına dikkat edildi. Tüm numunelere yapılan UL-94 test sonuçları Çizelge 4.5'de verildi.

UL-94 dikey yanma test sonuçlarına göre 50KE/PPS de yanma ve damlama gözlenmedi, sonuç V0 olarak kaydedildi. 50KE/PPS/r-GO ve 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat için yapılan testlerde de damlama gözlenmediğinden sonuç V0 olarak kayıt edildi.



Resim 4.4. 50KE/PPS, 50KE/PPS/r-GO ve 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat numunelerine uygulanan UL-94 Test görüntüleri

Çizelge 4.5. 50KE/PPS, 50KE/PPS/r-GO ve 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat numunelerin UL-94 Test değerleri

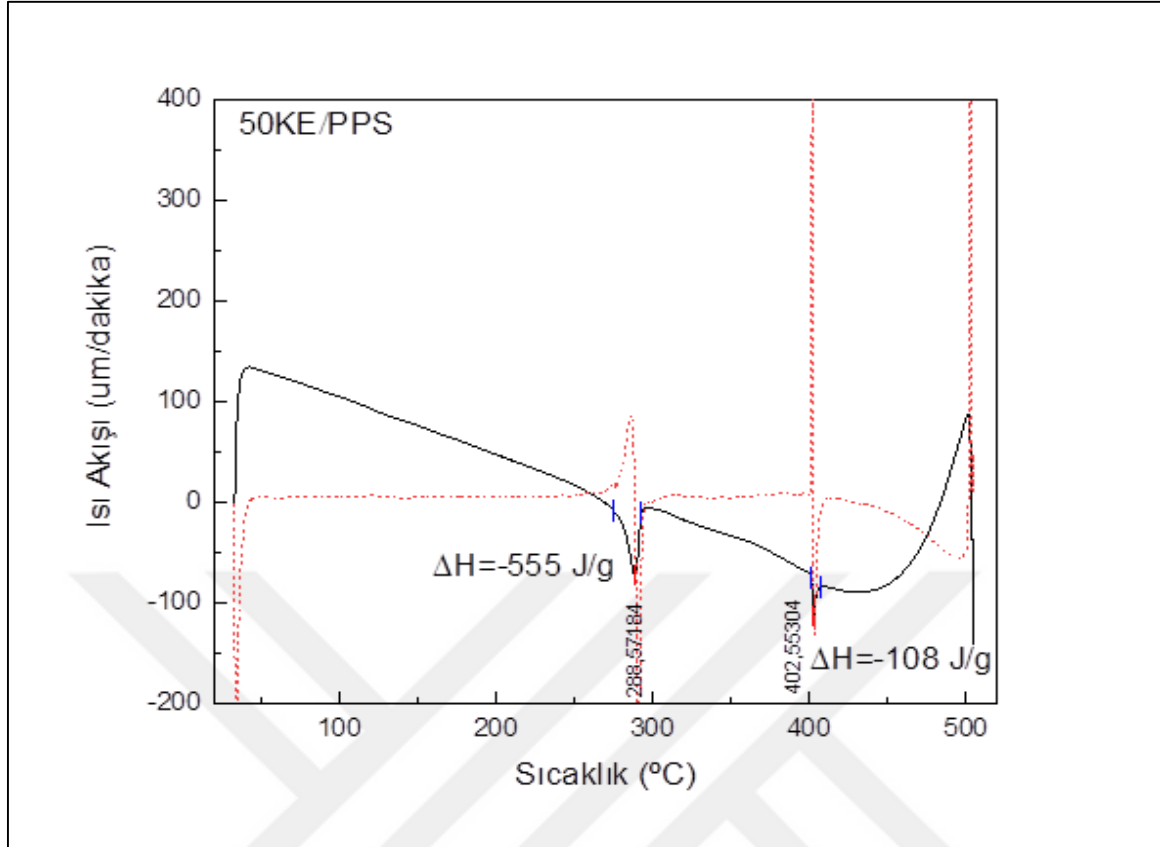
Numune	Damlama	UL-94
Ham 50KE/PPS	Yok	V0
Ham 50KE/PPS	Yok	V0
Ham 50KE/PPS	Yok	V0
Ham 50KE/PPS	Yok	V0
Ham 50KE/PPS	Yok	V0
50KE/PPS/r-GO	Yok	V0
50KE/PPS/r-GO	Yok	V0
50KE/PPS/r-GO	Yok	V0
50KE/PPS/r-GO	Yok	V0
50KE/PPS/r-GO	Yok	V0
50KE/PPS/r-GO/Çinko borat	Yok	V0
50KE/PPS/r-GO/Çinko borat	Yok	V0
50KE/PPS/r-GO/Çinko borat	Yok	V0
50KE/PPS/r-GO/Çinko borat	Yok	V0
50KE/PPS/r-GO/Çinko borat	Yok	V0

4.5. Isıl Analiz Sonuçları

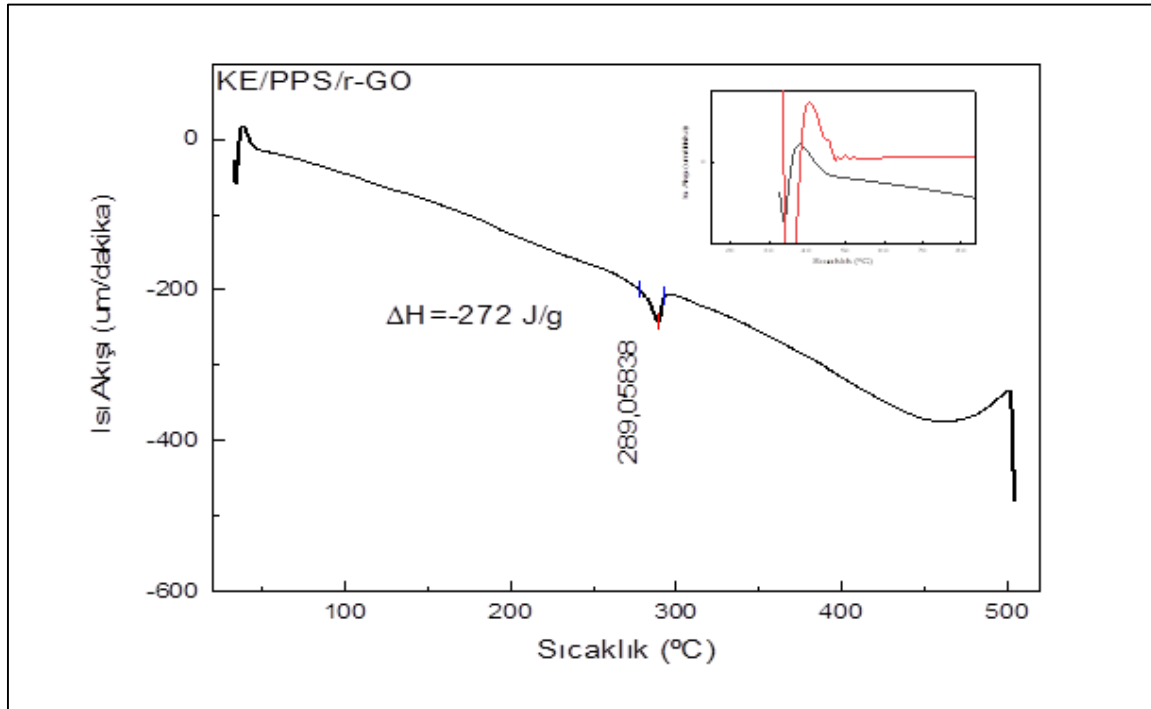
4.5.1. DSC sonuçları

50KE/PPS, 50KE/PPS/r-GO ve 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat numuneleri için DSC termogramlarından elde edilen camsı geçiş sıcaklıkları (T_g), erime sıcaklıkları (T_e) ve özgül entalpi değeri sonuçları sırasıyla Şekil 4.10-12 de verildi. DSC sonuçlarından 50KE/PPS kompozitin T_e değerinin 288 °C olup, literatür ile uyumlu olduğu tespit edildi. Bu durum

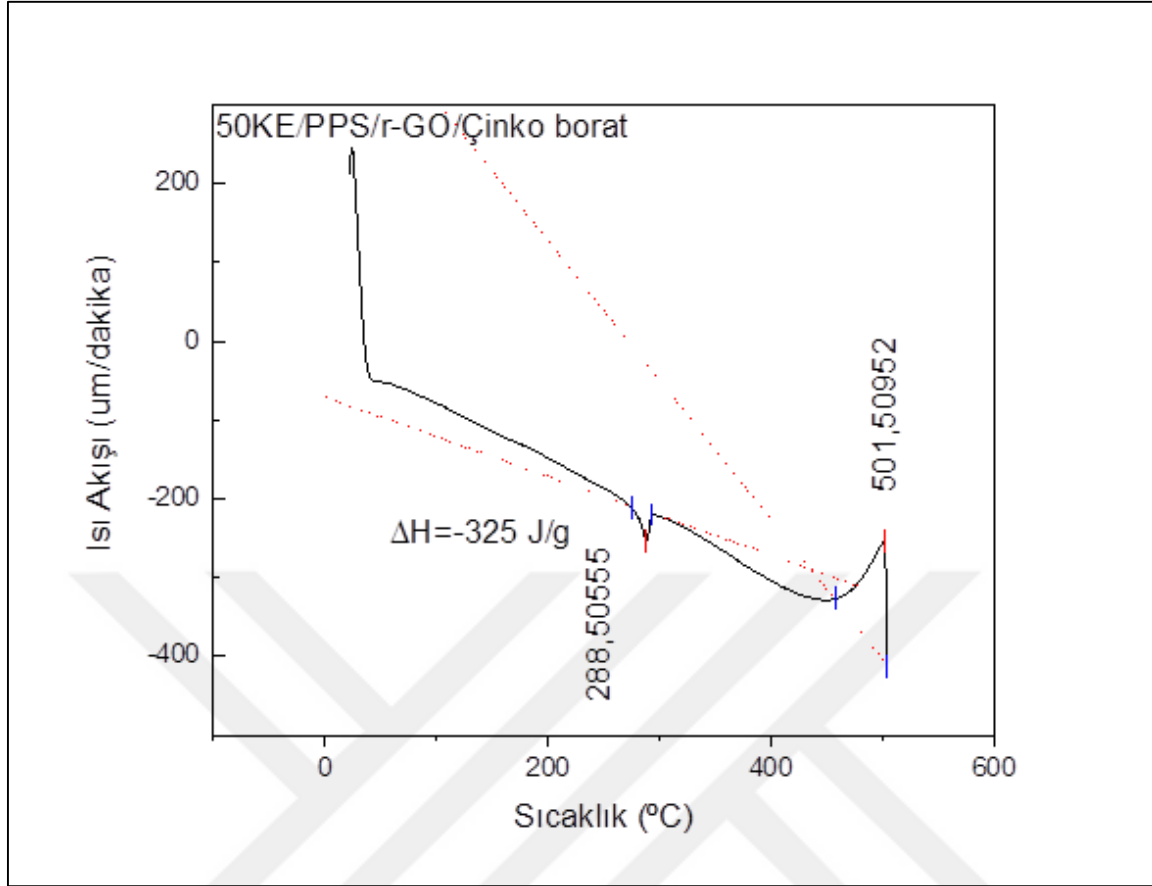
literatürde (%) kristallik oranları yüksek olan kompozitlerin diğer malzemelere göre daha iyi gerilme ve modül özellikleri göstermesine atfedilmiştir. PPS liflerinin T_g değerinin $85\text{ }^\circ\text{C}$ olduğu literatürde rapor edilmiştir [30]. Tez çalışmasında yapılan DSC analizlerinden 50KE/PPS kompozit plakanın T_g değerinin $35\text{-}40\text{ }^\circ\text{C}$ aralığında değiştiği belirlendi. Literatürde yapılan bir çalışmada kompozit malzeme yüzeyine uygulanan işlemler neticesinde moleküler ağırlıktaki azalmaların T_g 'de düşüşler meydana getirdiği raporlanmıştır [108]. T_g 'de meydana gelen bu değişim 50KE/PPS kompozit plakaya uygulanan aşındırmalar sonucu yüzeyden kopan malzemelerin yarattığı ağırlık kaybına atfedildi. Kaplama yapılan numunelerin T_e değerlerinin kaplama yapılmayan ana numunenin T_e değerine göre neredeyse hiç değişiklik göstermemesi r-GO ve r-GO/Çinko borat kaplama yapılmasının PPS'in ana lif yapısı ve kristal bölgesi üzerinde etkisi olmadığını gösterdi [109]. İlave olarak 50KE/PPS için özgül erime entalpisi 555 J/g ve $402\text{ }^\circ\text{C}$ de başlayan bozunma entalpisi 108 J/g olarak hesaplandı. 50KE/PPS/r-GO için alınan DSC termogramında T_g değeri $36\text{ }^\circ\text{C}$, T_e değeri $289\text{ }^\circ\text{C}$ ve özgül erime entalpisi 272 J/g olarak hesaplandı (Şekil 4. 11). 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat için alınan DSC termogramında T_g değeri $40\text{ }^\circ\text{C}$, T_e değeri $288\text{ }^\circ\text{C}$, özgül erime entalpisi 325 J/g ve C-C ve C-S arasında yüksek sıcaklıkta oluşan çapraz bağ oluşum sıcaklığı $\text{N}_{2(g)}$ atmosferinde $501\text{ }^\circ\text{C}$ olarak hesaplandı (Şekil 4.12).



Şekil 4.10. 50KE/PPS DSC diyagramı



Şekil 4.11. 50KE/PPS/r-GO DSC diyagramı (içerideki termogram T_g bölgesidir).



Şekil 4.12. 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat DSC diyagramı

4.5.2. TGA sonuçları

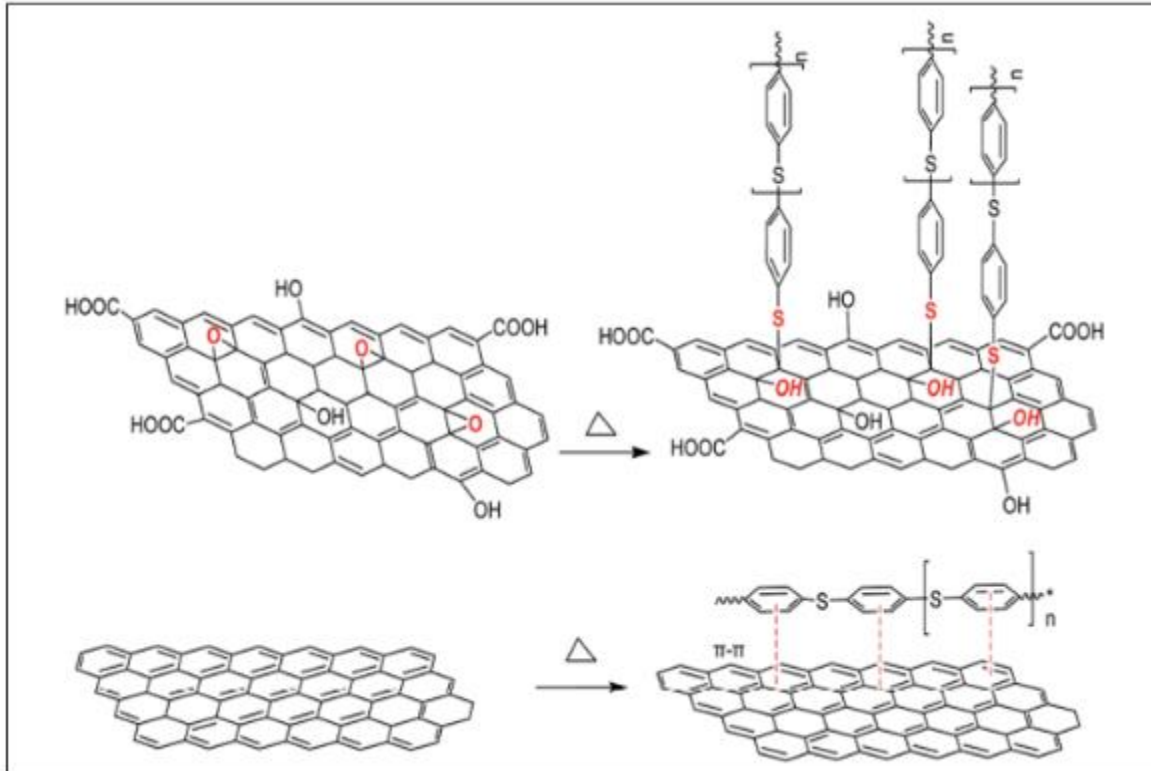
50KE/PPS, 50KE/PPS/r-GO ve 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat numuneleri için TGA termogramlarından elde edilen sonuçlar Çizelge 4.6'da verildi.

Çizelge 4.6. Numunelerin TGA sonuçları

Numune	İlk Bozunma Sıcaklığı (T _i /°C)	Max. Bozunma Sıcaklığı (T _m /°C)	Son Bozunma Sıcaklığı (T _s /°C)	Kalan Madde Miktarı (600 °C'de/%)
50KE/PPS	442	539	563	70
50KE/PPS/r-GO	425	546	566	71
50KE/PPS/r-GO/Çinko borat	450	550	569	71

PPS'in termal bozunması ısıtma hızına bağlı olarak değişir. Termal bozunmanın başlangıcı PPS bazlı kompozitlerde 350 ila 500 °C arasında gerçekleşir ve 500 ila 600 °C arasında önemli kütle kayıpları oluşur [110]. PPS erime sıcaklığının üzerinde (PPS T_e: 288 °C)

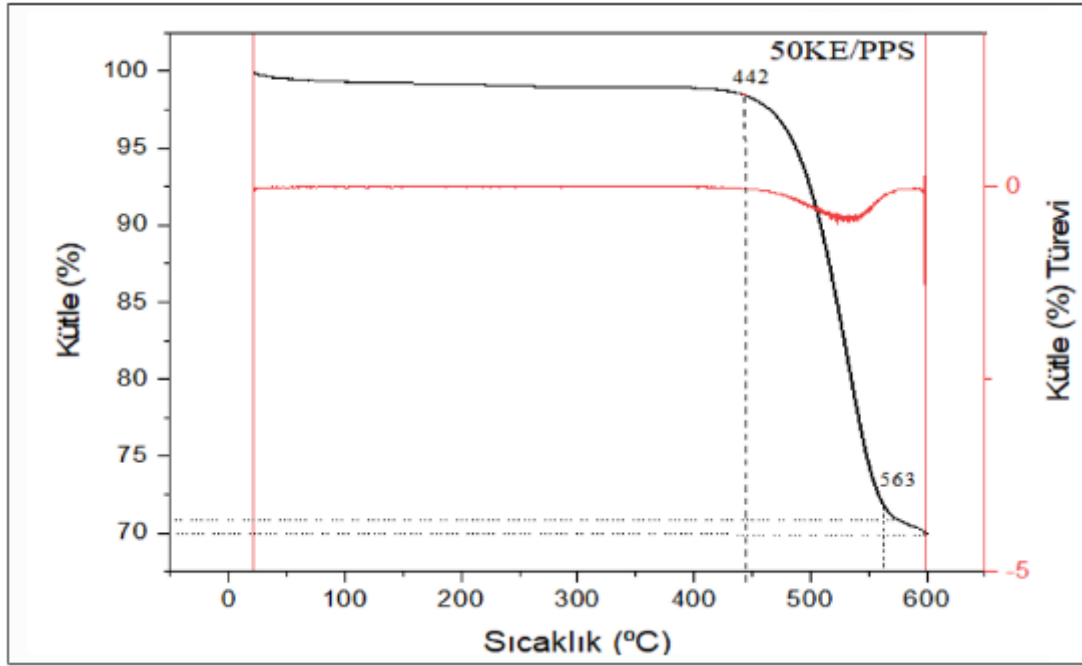
oksitleyici bir atmosferde ısıtıldığı zaman, ısıyla sertleşen bir polimer gibi çapraz bağlanmalar yapabilir ve daha yüksek bir termal stabiliteye sahip olabilir [111]. TGA sonuçları incelendiğinde tüm numuneler için 400 °C'den önce neredeyse kütle kaybının hiç olmadığı ve termal olarak kararlı olduğu gözlemlendi. 50KE/PPS numunesinin 442 °C de ilk bozunmaya başladığı, bu bozunmanın 539 °C de maksimuma ulaştığı ve 563 °C da ikinci bozunmaya uğradığı gözlemlendi. Bu süreçteki düşük sıcaklıklarda C-S bağında kırılmaların olduğu, yüksek sıcaklıklarda ise ana zincir kesilmelerinin olduğu değerlendirildi. Toplam kütle kaybı PPS in yapısında bulunan sırasıyla C-S (269 kJ/mol), C-C (347 kJ/mol) ve C-H (414 kJ/mol) [112] bağlarının bozunması neticesinde %30 olarak termogramdan belirlendi. 50KE/PPS kompozit malzeme yüzeyine r-GO kaplanmasıyla yüzeyde olduğu düşünülen etkileşimler Şekil 4.13'te verildi. PPS yapısında bulunan S-atomunun r-GO yapısındaki C-atomu ile π - π etkileşimleri üzerinden bağ kurduğu bildirilmiştir [113]. Sıcaklığın artmasıyla 50KE/PPS ve r-GO arasında oluşan bu bağlar bağ enerjilerine bağlı olarak en düşük enerjiliden başlamak üzere kırılır.



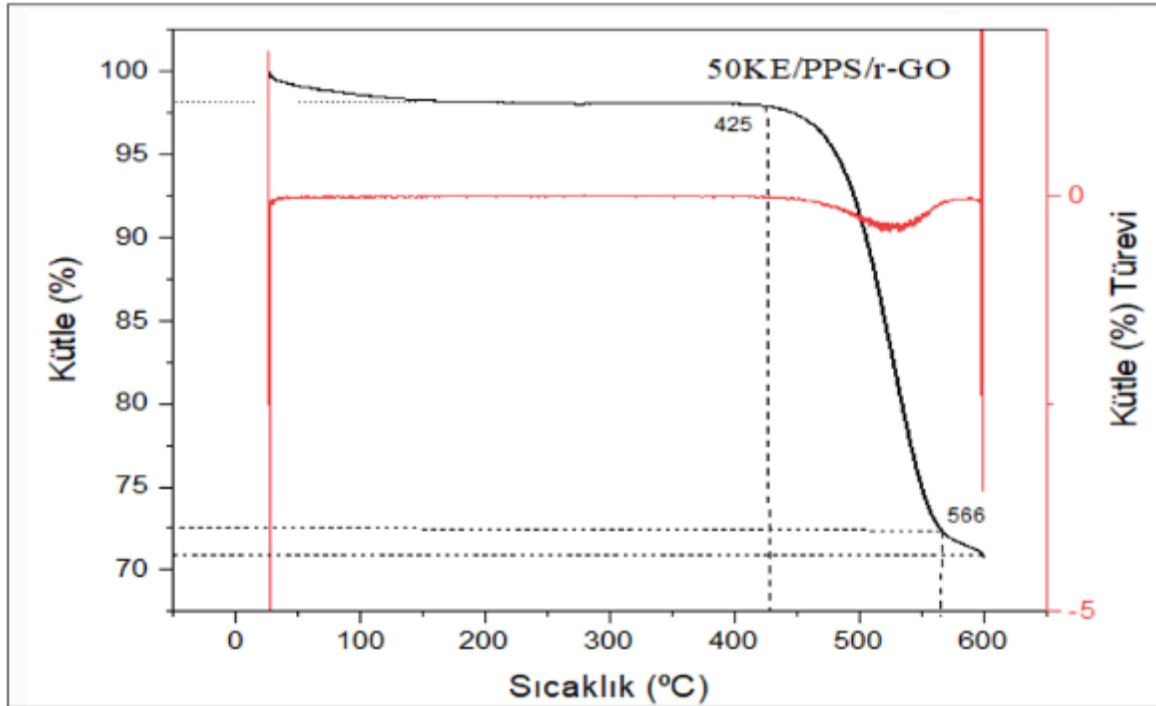
Şekil 4.13. r-GO ve PPS kompoziti [112]

50KE/PPS/r-GO numunesi için 425 °C'a kadar numune içindeki muhtelif uçucu bileşenlerin uzaklaşmasından ve S ve C-atomlarının oksijen ile oksidasyonundan kaynaklanan %2,15 kütle kaybı gözlemlendi. Bu kütle kaybı S-atomunun oksijen ile reaksiyonundan oluşan $SO_{2(g)}$ ve C atomunun oksijen ile reaksiyonundan oluşan $CO_{2(g)}$ gazlarının ortamdaki uzaklaşmasına atfedildi [114]. Ana kütle kaybı 425 ile 566 °C arasında gerçekleşti (%24,93) ve 566 °C da ikinci bozunmaya uğradı ve bu süreçte %29 kütle kaybı gözlemlendi. Bu süreçteki kütle kayıpları yine yukarıda açıklandığı şekilde PPS yapısının kimyasal bozunmasına ve r-GO yapısındaki C-O (360 kJ/mol) bağlarının kırılmasına [112] atfedildi. r-GO, ısıtma etkisiyle oluşan dehidrasyonu sayesinde malzeme yüzeyinde köpük oluşumunu engeller. r-GO tabakalarının dehidrasyonu ve pirolizi sırasında oluşan su ve diğer uçucu moleküllerin bu tabakalarda gözenek oluşturmadıkları rapor edilmiştir [115].

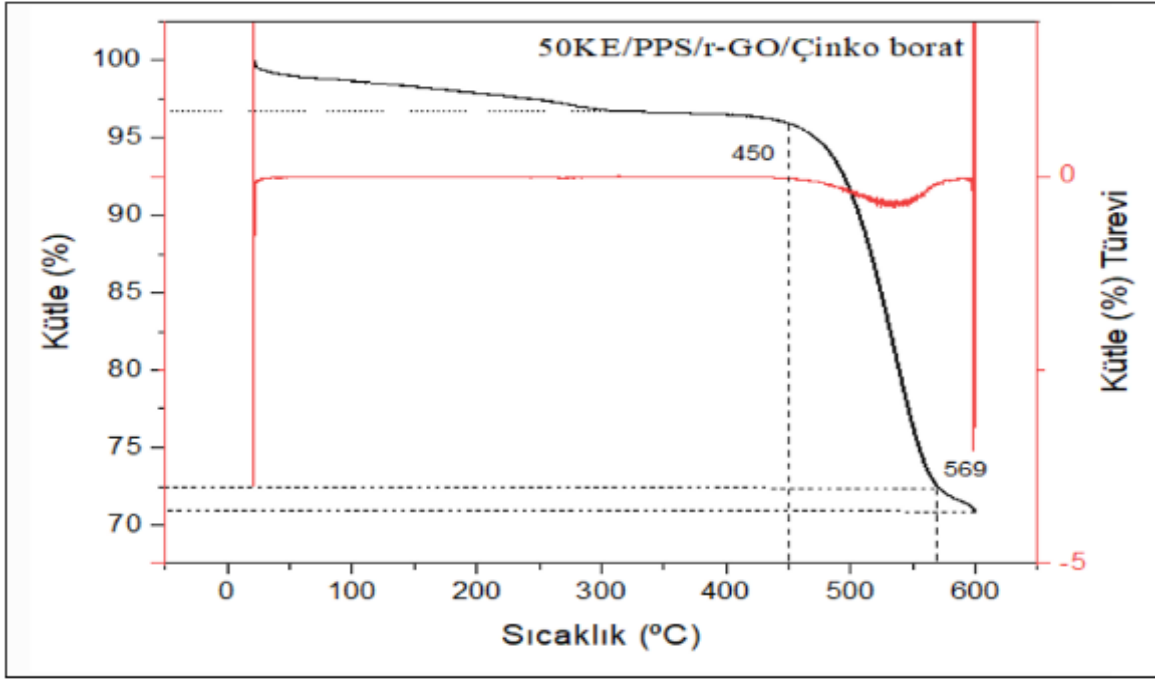
50KE/PPS/r-GO/Çinko borat numunesi için 450 °C ye kadar numune içindeki muhtelif uçucu bileşenlerin uzaklaşmasından kaynaklanan %3,77 kütle kaybı gözlemlendi. Ana kütle kaybı 450-569 °C arasında gerçekleşti (%24,21) ve 569 °C de numune ikinci bozunmaya uğradı ve bu süreçte %29 kütle kaybı gözlemlendi. Bu süreçteki kütle kayıpları yine PPS yapısının kimyasal bozunmasına, r-GO yapısındaki C-O bağlarının kırılmasına atfedildi. 50KE/PPS/r-GO/Çinko boratın TGA termogramından 569 °C'de gözlenen kütle kaybı, çinkoboratın bozunmasına ve kömür oluşumuna atfedildi [116]. Literatürde naylon/çinko kompozitte çinko boratın derişiminin artmasıyla kompozitin termal kararlılığının arttığı ve çinko boratı yapıya eklenmesiyle ana kompozitin T_{max} değerinde hafifçe artma olduğu bunun da yanma sonrasında kömür oluşumunu artırdığı raporlanmıştır [117]. 50KE/PPS ana malzemenin termal kararlılığının çinko borat katkılanmasıyla hedeflendiği şekilde artırıldığı tespit edildi.



Şekil 4.14. 50KE/PPS numunesinin TGA termogramı



Şekil 4.15. 50KE/PPS/r-GO numunesinin TGA termogramı

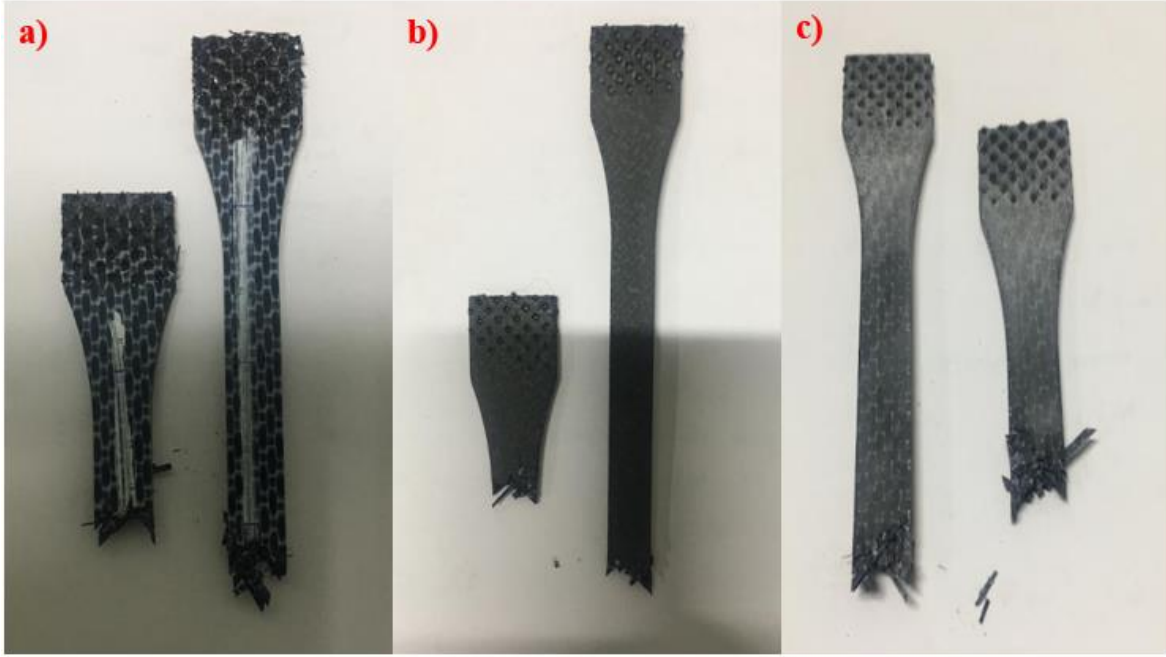


Şekil 4.16. 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat numunesinin TGA termogramı

4.6. Mekanik Analiz Sonuçları

4.6.1. Çekme testi

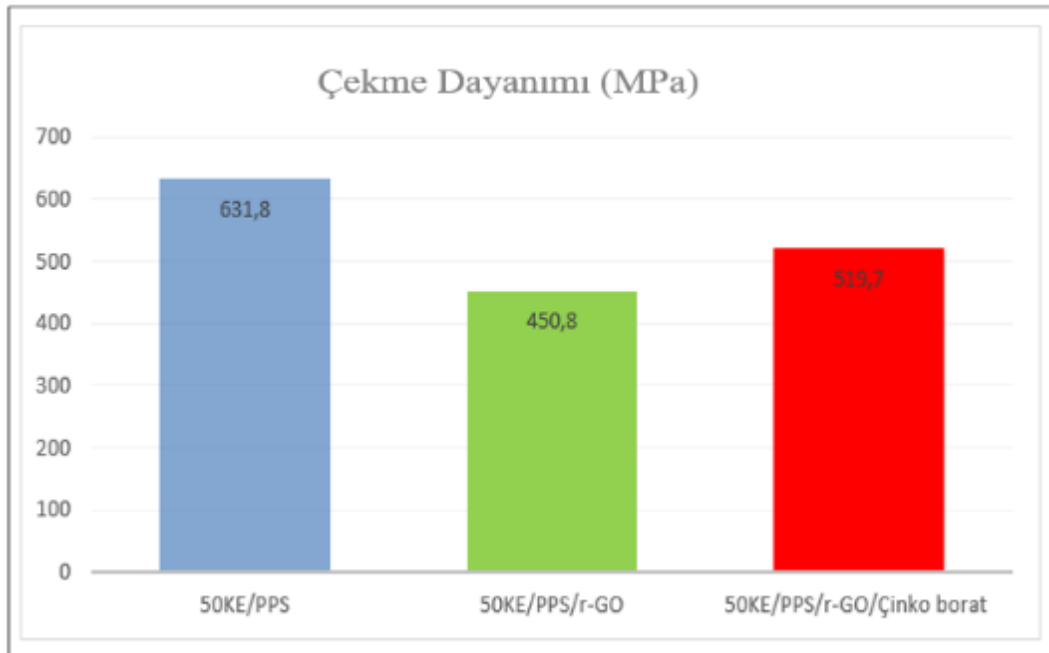
50KE/PPS, 50KE/PPS/r-GO ve 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat numunelerine ASTM D 3039 standartına göre uygulanan çekme testi sonucunda elde edilen veriler Çizelge 4.7 de verildi. 50KE/PPS kompozit plakanın çekme dayanımı 631,8 MPa olarak ölçüldü (Şekil 4.16). 50KE/PPS numunesine r-GO ve r-GO/Çinko borat kaplandıktan sonra çekme dayanımı sırasıyla 450,8 ve 519,7 MPa değerlerine düştü. 50KE/PPS malzemenin çekme dayanımı kaplama yapılan diğer numunelerden daha yüksek çıkmıştır. r-GO ve r-GO/Çinko borat kaplama yapmak için ham 50KE/PPS malzemesine yapılan mekanik aşındırma işleminin mukavemeti düşürdüğü tespit edildi. Mukavemetteki bu düşüş aşındırma sırasında elyaf liflerinin matrisle olan etkileşimini azaltmış olabilir [118]. Numunelerin çekme testi sonrası görüntüleri Resim 4.5’de verildi.



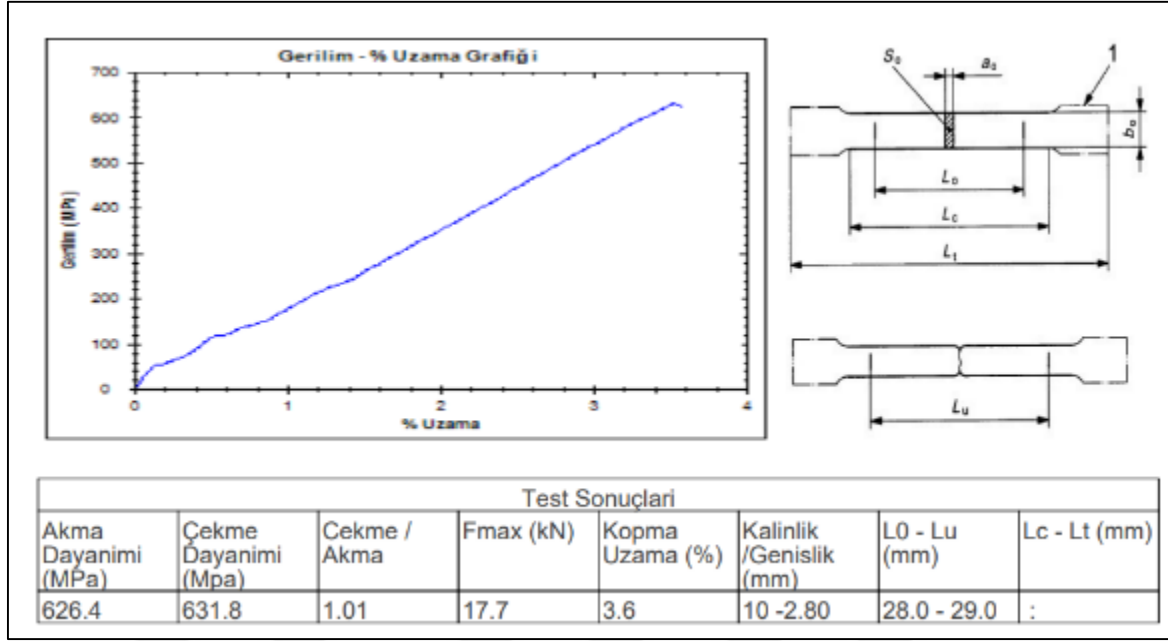
Resim 4.5. Çekme testi sonrası numunelerin görüntüleri a) 50KE/PPS, b) 50KE/PPS/r-GO c) 50KE/PPS/r-DO/Çinko borat

Çizelge 4.7. Numunelerin çekme dayanımı test sonuçları

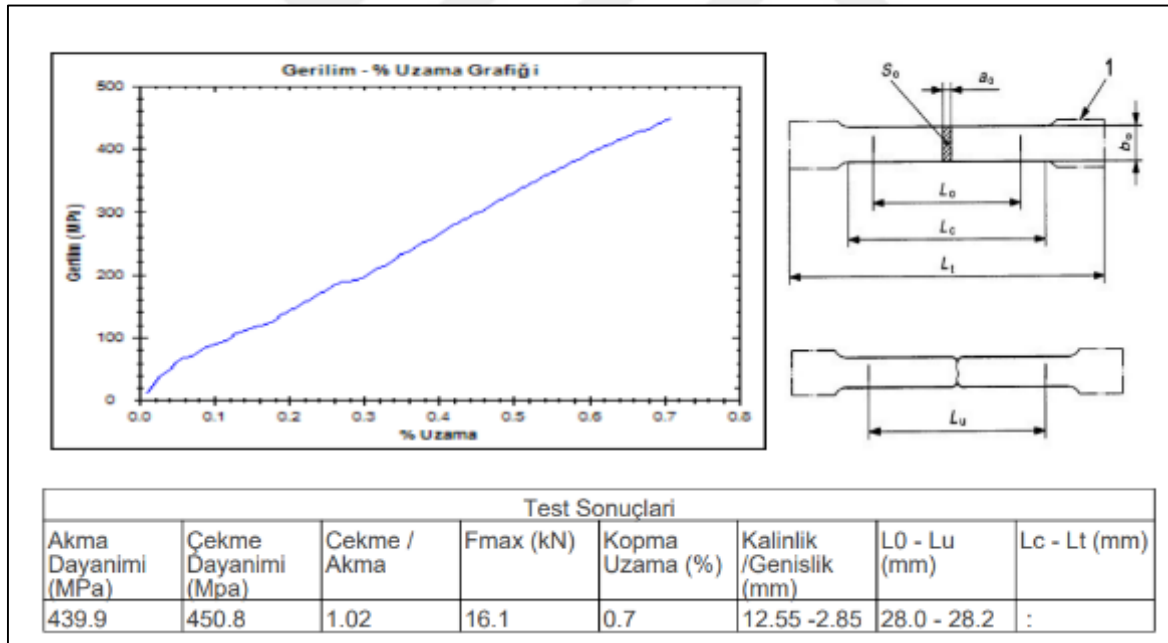
Numune	Çekme Dayanımı (MPa)
Ham 50KE/PPS	$631,8 \pm 0,57$
50KE/PPS/r-GO	$450,8 \pm 1,2$
50KE/PPS/r-GO/Çinko borat	$519,7 \pm 0,64$



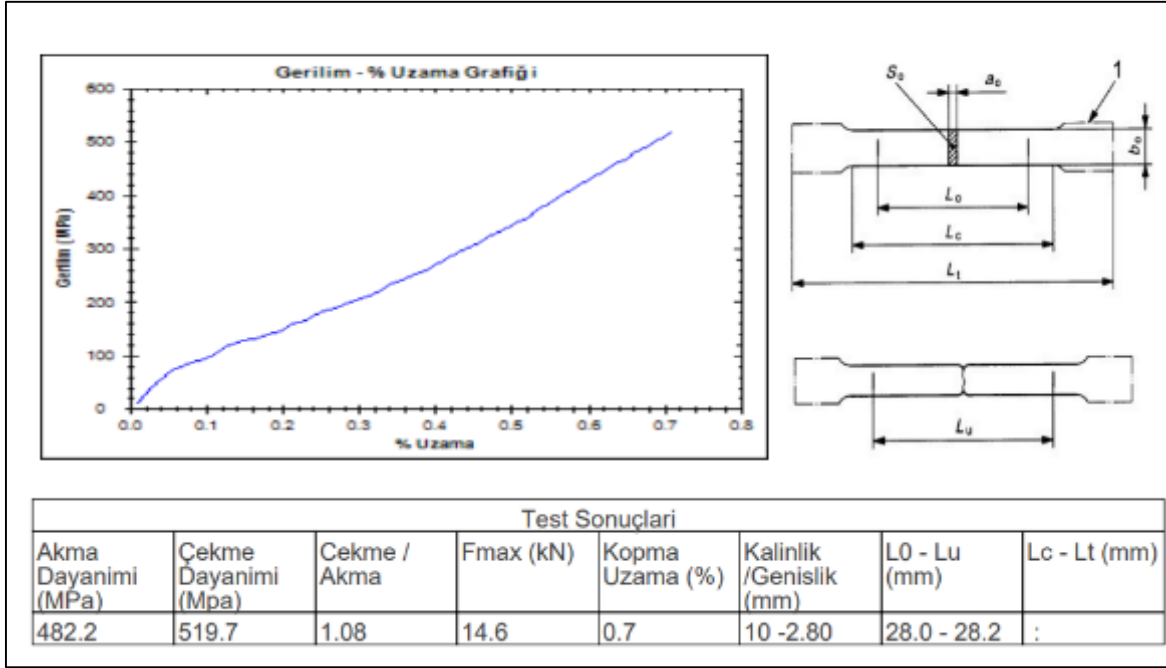
Şekil 4.17. Çekme dayanımı sonuçları



Şekil 4.18. 50KE/PPS numunesinin gerilim-%uzama sonuçları



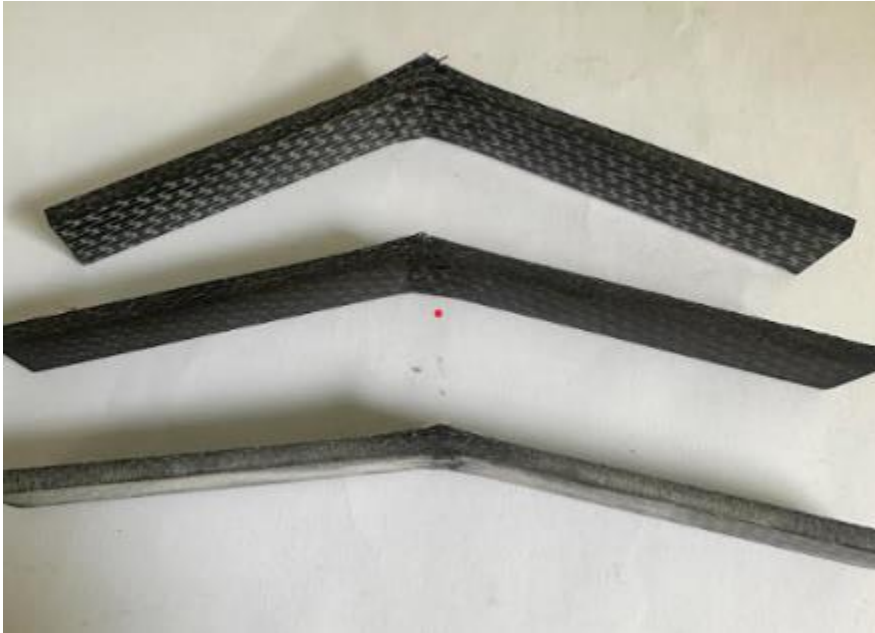
Şekil 4.19. 50KE/PPS/r-GO numunesinin gerilim-%uzama sonuçları



Şekil 4.20. 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat numunesinin gerilim-%uzama sonuçları

4.6.1. Üç nokta eğme testi sonuçları

50KE/PPS, 50KE/PPS/r-GO ve 50KE/PPS/r-GO/Çinko borat numunelerin üç nokta eğme testi sonuçları Çizelge 4.6'da verildi.



Resim 4.6. Numunelerin üç nokta eğme testi sonundaki görünüşleri

Çizelge 4.6. Numunelerin üç nokta eğme test sonuçları

Numune	Gerilme (MPa)	Zaman (s)
Ham 50KE/PPS	14,8	250
50KE/PPS/r-GO	15,7	285
50KE/PPS/r-GO/Çinko borat	13,6	280

Kaplama yapılmayan ana numune olan 50KE/PPS plakada ilk kırılma 250 s sonra gözlemlendi. r-GO kaplı 50KE/PPS/r-GO numunenin kaplama yapılmayan 50KE/PPS numuneye göre 35 s daha sonra eğilmeye başladığı görüldü. r-GO/Çinko borat kaplı numune ise 280 s sonra eğilmeye başladı. 50KE/PPS numuneye göre 30 s daha geç, 50KE/PPS/r-GO numuneye göre 5 s daha erken eğilmeye başlaması, yüzeye kaplanan çinkonun daha yumuşak bir metal olmasına atfedilebilir. Deney sırasında kompozitler ile çelik destekler arasındaki sürtünme katsayısı tam olarak bilinmediğinden deneyler arasında niceliksel bir karşılaştırma yapmak güçtür. Çeliğe karşı benzer termoplastikler için 0.10-0.15 sürtünme katsayıları rapor edilmiştir ancak değerlerin spesifik polimer tipine bağlı olarak değişiklik gösterdiği bilinmektedir [118].

5. SONUÇ VE ÖNERİLER

50KE/PPS kompozit plakanın yüzeyi r-GO ve r-GO/Çinko borat dispersiyonları ile sprej püskürtme yöntemi kullanılarak kaplandı. ATR-FTIR sonuçlarından gözlenen piklerin yüzeye kaplanan r-GO ve çinko boratın literatürde bildirilen dalga sayılarında olduğu tespit edildi. Yüzey pürüzlülüğü analizi ile r-GO ve r-GO/Çinko boratın yüzeye tutunması için gereken yüzey özellikleri sağlandı. SEM analizi sonuçlarından 5KE/PPS/r-GO/Çinko borat yüzeyindeki görüntülerin literatürde belirtilen r-GO ve çinko borat görüntüleri ile uyumlu olduğu sonucuna varıldı. 50KE/PPS levhanın yüzeyine r-GO ve r-GO/Çinko borat kaplamasından sonra yapılan yapışma bant testi ile malzemelerin yüzeye tutunmasının iyi derecede olduğu anlaşıldı. Bant yüzeyi optik mikroskop ile incelendiğinde bant üzerinde minimal düzeyde r-GO ve çinko borat kalıntıları gözlemlendi. Yanma analizleri sonucunda işlem görmemiş 50KE/PPS kompozit levhanın LOI değeri %59,2'den r-GO/Çinko borat kaplanmasıyla %61,8 değerine yükseldiği belirlendi. Yapılan yanma analizi sonrasında uçakların gövde yapılarında kullanılan malzemelerin LOI değerinden daha yüksek sonuç elde edildi. Uçakların belirli bölgelerinde, LOI değeri yüksek ve yanma direnci artırılmış malzemelerin kullanılma isteklerine uygun sonuçlar elde edildi. DSC ve TGA analizlerinden 50KE/PPS kompozit levha yüzeyine yapılan r-GO/Çinko borat kaplamasının termal kararlılığı hedeflendiği şekilde artırdığı tespit edildi. Mekanik analizler sonucunda işlem görmemiş 50KE/PPS kompozit levhanın çekme dayanımının mekanik aşındırma işlemi sonunda elde edilen r-GO ve r-GO/Çinko borat kaplı numunelere göre daha yüksek olduğu görüldü. Yüzeyde pürüzlülük yaratmak amacıyla yapılan aşındırma işleminin malzemenin mekanik dayanımını azalttığı anlaşıldı.

Yapılan deneyler sonucunda çalışmanın geliştirilebilir tarafı olarak, 50KE/PPS kompozit plakanın yüzeyine el ile yapılan mekanik aşındırma ve spreyleme ile yapılan kaplama yerine sırasıyla lazer ile aşındırma ve uygun bir yüksek basınçlı sprej tabancası ile yüzey kaplaması yapılarak daha az hasar görmüş ve homojen kaplanmış yüzeylerin elde edilebileceği ve yanma direnci ve mekanik direncin daha yüksek değerlere taşınabileceği önerildi.



KAYNAKLAR

1. Tarık, E. and Alper, A. (2015). Synthesis and characterization of phosphonate based polynorbornene polymers derived from ROMP (ring opening metathesis polymerization) method and investigation their flame retardant properties. *Sigma Journal of Engineering and Natural Sciences*, 33(4), 615-625.
2. Huang, G., Gao, J., Wang, X., Liang, H. and Ge, C. (2012). How can graphene reduce the flammability of polymer nanocomposites? *Materials Letters*, 66(1), 187-189.
3. Ayar, B. (2007). *Çinko borat sentezi ve yüksek sıcaklıkta pigment olarak kullanılabilirliği*, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 26-42.
4. Mahat, K. B., Alarifi, I., Alharbi, A. and Asmatulu, R. (2016). Effects of UV light on mechanical properties of carbon fiber reinforced PPS thermoplastic composites. *Macromolecular Symposia*, 365(1), 157-168.
5. Rajak, D. K., Pagar, D. D., Kumar, R. and Pruncu, C. I. (2019). Recent progress of reinforcement materials: a comprehensive overview of composite materials. *Journal of Materials Research and Technology*, 8(6), 6354-6374.
6. Kumlutaş, D., Tavman, I. H. and Çoban, M. T. (2003). Thermal conductivity of particle filled polyethylene composite materials. *Composites Science and Technology*, 63(1), 113-117.
7. Kaya, A. İ. (2016). Kompozit malzemeler ve özellikleri. *Putech & Composite Poliüretan ve Kompozit Sanayi Dergisi*, 29, 38-45.
8. Prashanth, S., Subbaya, K. M., Nithin, K. and Sachhidananda, S. (2017). Fiber reinforced composites-a review. *Journal of Material Sciences & Engineering*, 6(03), 2-6.
9. Erden, S., Sever, K., Seki, Y. and Sarikanat, M. (2010). Enhancement of the mechanical properties of glass/polyester composites via matrix modification glass/polyester composite siloxane matrix modification. *Fibers and Polymers*, 11, 732-737.
10. Fu, S. Y. and Lauke, B. (1998). The elastic modulus of misaligned short-fiber-reinforced polymers. *Composites Science and Technology*, 58(3-4), 389-400.
11. Rosato, D. V. and Rosato, D. V. (2004). *Reinforced plastics handbook*. New York: Elsevier, 26-32.
12. Hart-Smith, L.J. (1987). *Engineered materials handbook* (Vol. 1). London: ASM International, Ohio, 479-495
13. Eskizeybek, V. (2006). *Paslanmaz çelik elyaf takviyeli alüminyum kompozitlerde yorulma çatlak ilerlemesi*, Yüksek Lisans Tezi, Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Konya, 112-126.

14. Ergun, A. and Aztekin, K. (2011). Parçacık ve fiber takviyeli polimer kompozitlerin yoğunluk ve basma dayanımı özellikleri. *Gazi Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Dergisi*, 26(2), 15-18.
15. Prasad, D. S. and Shoba, C. (2014). Hybrid composites—a better choice for high wear resistant materials. *Journal of Materials Research and Technology*, 3(2), 172-178.
16. Grumezescu, V. and Grumezescu, A. (Eds.). (2019). *Materials for biomedical engineering: thermoset and thermoplastic polymers*. London: Elsevier, 85-92.
17. Chung, D. D. (2010). *Composite materials: science and applications*. New York: Springer Science & Business Media, 32-38.
18. Sönmez, M. (2009). *Polimer matrisli kompozitlerin endüstri ürünleri tasarımında önemi ve geleceği: Türkiye'den dört örnek firma üzerine bir inceleme*. Doktora Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 56-63.
19. Wang, R. M., Zheng, S. R. and Zheng, Y. P. G. (2011). *Polymer matrix composites and technology*. London: Elsevier, 65-73.
20. Morillas, M.N. (2015). *Hybrid Welding of Thermoset and Thermoplastic Composites: Adhesion Improvement*. Master Thesis, Universidad Carlos III de Madrid, Madrid, 169-172.
21. Peters, E. N. (2017). Applied plastics engineering handbook. In *Engineering thermoplastics—materials, properties, trends*. (pp. 3-26). New York: William Andrew Publishing.
22. Akkaya, E., Olgun, H. and Çavdar, U. (2021). *Termoplastik malzemelerin kullanım alanları ve avantajları*. IES'21 International Engineering Symposium, İzmir, 15-18.
23. Carpier Y, Vieille B, Maaroufi M. (2018). Mechanical behavior of carbon fibers polyphenylene sulfide composites exposed to radiant heat flux and constant compressive force. *Composite Structures*, 200(3), 1–11.
24. Zuo, P., Tcharkhtchi, A., Shirinbayan, M., Fitoussi, J. and Bakir, F. (2019). Overall investigation of poly (Phenylene sulfide) from synthesis and process to applications—a review. *Macromolecular Materials and Engineering*, 304(5), 1800686.
25. Chang, R. J., Mori, H. and Yang, W. (2010). Polyphenylene sulfide (pps) market study. *LLC, California*, 1-33.
26. Ebnesajjad, S. and Khaladkar, P. R. (2017). *Fluoropolymer applications in the chemical processing industries: the definitive user's guide and handbook*. London: William Andrew, 85-92.
27. Morgan, P. (2005). *Carbon fibers and their composites*, New York: CRC Press, 112-120.
28. Hearle, J. W. and Morton, W. E. (2008). *Physical properties of textile fibres*. London: Elsevier, 65-72.

29. Yu, Y., Xiong, S., Huang, H., Zhao, L., Nie, K., Chen, S. and Wang, L. (2020). Fabrication and application of poly (phenylene sulfide) ultrafine fiber. *Reactive and Functional Polymers*, 150, 104539.
30. Long, A.C. (2007). *Composites forming Technologies*. New York: Woodhead Publishing Limited, 45-55.
31. Sinha, S. K. (2014). Tribology of polymers and their composites: environmental effects. *Slides de aula. Indian Institute of Technology Kanpur, India*, 85-93.
32. Eskelinen, P. (2015). *Retrofitting an electrostatic precipitator into a hybrid electrostatic precipitator by installing a pulse-jet fabric filter: Review of available technologies for retrofitting electrostatic precipitator with fabric filter*, Engineering Thesis, Metropolia University of Applied Sciences, 122-132.
33. Rahate, A. S., Nemade, K. R. and Waghuley, S. A. (2013). Polyphenylene sulfide (PPS): state of the art and applications. *Reviews in Chemical Engineering*, 29(6), 471-489.
34. Mao, Y. H., Guan, Y., Zheng, Q. K., Liu, Q. S., Feng, X. N. and Wang, X. X. (2013). Carrier dyeing of polyphenylene sulphide fabric with disperse dye. *Coloration Technology*, 129(1), 39-48.
35. Guimarães, F. A., Guimarães, V. A., Goedel, F., Batista, N. L., Silva, F. A., Costa, M. L. and Botelho, E. C. (2022). Mechanical performance of Continuous/Short carbon Fiber-Reinforced Poly (phenylene sulfide) composites. *Engineering Failure Analysis*, 141, 106613.
36. Ticona (2012). Fortron PPS for thermoplastic composites, PPS-014R1. *Ticona*, Bruno Santos, 1-40.
37. Akçin, Y., Osman, A. ve Yeşil, Ö. (2013). Kompozit malzemelerin kaplanabilirliğinin incelenmesi. *Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 19(7), 319-322.
38. Kim, H., Kim, J., Lee, J. and Lee, M. W. (2021). Thermal barrier coating for carbon fiber-reinforced composite materials. *Composites Part B: Engineering*, 225, 109308.
39. Kakaei, K., Esrafilı, M. D. and Ehsani, A. (2019). Graphene and anticorrosive properties. *Interface Science and Technology* 27(3), 303-337).
40. Wang, H., Gao, D., Meng, Y., Wang, H., Wang, E. and Zhu, Y. (2015). Corrosion-resistance, robust and wear-durable highly amphiphobic polymer based composite coating via a simple spraying approach. *Progress in Organic Coatings*, 82, 74-80.
41. Irvine, D.J, McCluskey, J.A, Robinson, I.M (2000) Fire hazards and some common polymers. *Polymer Degradation and Stability*, 67(383), 42-45.
42. Indu Shekar, R., Kotresh, T. M., Damodhara Rao, P. M., Satheesh Kumar, M. N. and Rahman, M. S. (2011). Flammability behavior of fiber–fiber hybrid fabrics and composites. *Journal of Applied Polymer Science*, 122(4), 2295-2301.

43. Lu, S. and Hamerton, I. (2002) Recent developments in the chemistry of halogen-free flame retardant polymers. *Progress in Polymer Science*, 27(1661), 112-135.
44. Al-Mosawi, A. I. (2016). Flammability of composites. *Lightweight Composite Structures in Transport*, 7(9), 361-371.
45. Hu, Y. and Wang, X. (2019). *Flame retardant polymeric materials: a handbook*. (1st Edition), New York: CRC Press, 45-58.
46. Gürü M. ve Yalçın H. (2006). *Malzeme bilgisi*, (2. Baskı), Ankara: Palme Yayıncılık, 78-82.
47. Kemmlein, S., Herzke, D. and Law, R. J. (2003). BFR—governmental testing programme. *Environment International*, 29(6), 781-792.
48. Doğan, M. and Bayramlı, E. (2013). Effect of boron phosphate on the mechanical, thermal and fire retardant properties of polypropylene and polyamide-6 fibers. *Fibers and Polymers*, 14, 1595-1601.
49. Sadas Pawelec, W. (2014) New families of highly efficient, halogen-free flame retardants for polypropylene (PP). Doktora Tezi, Åbo Akademi University, Turku.
50. Visakh, P. M. and Arao, Y. (Eds.). (2015). *Flame retardants polymer blends, composites and nanocomposites*. Switzerland: Springer, 167-171.
51. İnternet: Beard, A. (2007). Flame retardants - Frequently Asked Questions. The European Flame Retardants Association (EFRA). Web: www.flameretardants.eu, Son Erişim Tarihi: 06/02/2023.
52. Kandola, B. K. (2008). *An overview of flame retardancy. Proceedings: flame retardancy and flammability of polymers and textiles*. London: University of Leeds, 38-42.
53. Georlette, P., Simons, J. and Costa, L. (2000). *Halogen-containing fire-retardant compounds. Fire retardancy of polymeric materials*. New York: CRC Press, 245-284.
54. Aydın, D. Y., Gürü, M., Ayar, B. ve Çakanyıldırım, Ç. (2016). Bor bileşiklerinin alev geciktirici ve yüksek sıcaklığa dayanıklı pigment olarak uygulanabilirliği. *Journal of Boron*, 1(1), 33-39.
55. Van der Veen, I. and de Boer, J. (2012). Phosphorus flame retardants: properties, production, environmental occurrence, toxicity and analysis. *Chemosphere*, 88(10), 1119-1153.
56. Backer, D. M., Jensen, S. E. and Mcpherson, G. R. (2004). Impacts of fire-suppression activities on natural communities. *Conservation Biology*, 18(4), 937-946.
57. Green, J. (1992). A review of phosphorus-containing flame retardants. *Journal of Fire Sciences*, 10(6), 470-487.

58. Hüseyin, A., Üreyen, M. E., Kılıç, A., Sağlam, A. E. ve Demir, A. (2019). Güç tutuşur polipropilen polimeri ve lif uygulamalarında son gelişmeler ve gelecek beklentileri. *Uludağ Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Dergisi*, 24(2), 609-632.
59. Zhang, S. and Horrocks, A. R. (2003). A review of flame retardant polypropylene fibres. *Progress in Polymer Science*, 28(11), 1517-1538.
60. Gürü, M., Ayar, B., Çakanyıldırım, Ç. ve Özmen, L. (2010). *Aleve ve yüksek sıcaklığa dayanıklı boya ve üretim yöntemi incelemeli*, Patent TR 2007 02470 B.
61. Yıldız, B. (2006). *Çinkoborat katkılı poliüretan filmlerin hazırlanması ve karakterizasyonu*. Doktora Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 26-32.
62. Lu, S. and Hamerton, I. (2002). Recent developments in the chemistry of halogen-free flame retardant polymers. *Progress in Polymer Science*, 27, 1661-1712.
63. Telli, Ö. G. F. (2008). *Bor uç ürünleri ve üretim yöntemleri*, Yüksek Lisans Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir, 62-75.
64. Yünlü, K. (2016). *Bor ve bileşikleri sentez yöntemleri, yapı özellikleri ve uygulama alanları*. Ankara: Nadir Kitap, 1-741.
65. Weil, E. D. (2000). Fire retardancy of polymeric materials. In Grand, A. F. and Wilkie, C. A., (Eds.). *Synergists, adjuvants, and antagonists in flame-retardant systems*. (pp. 115-145). New York: Marcel Dekker.
66. Wang, Q. (2013) Polymer nanocomposite: a promising flame retardant. *Journal of Materials Science and Nanotechnology*, 1(2), e202.
67. Curl, R. F., Kroto, H. W. and Smalley, R. E. (1997). Nobel prize in chemistry for 1996. *South African Journal of Chemistry-Suid-Afrikaanse Tydskrif Vir Chemie*, 50, 102-5.
68. Iijima, S. (1991). Helical microtubules of graphitic carbon. *Nature*, 354(6348), 56-58.
69. Phiri, J., Gane, P. and Maloney, T. C. (2017). General overview of graphene: Production, properties and application in polymer composites. *Materials Science and Engineering: B*, 215, 9-28.
70. Balandin, A. A., Ghosh, S., Bao, W., Calizo, I., Teweldebrhan, D., Miao, F. and Lau, C. N. (2008). Superior thermal conductivity of single-layer graphene. *Nano Letters*, 8(3), 902-907.
71. Jiang, J. W., Wang, J. S. and Li, B. (2009). Young's modulus of graphene: a molecular dynamics study. *Physical Review B*, 80(11), 113405.
72. Sharma, N., Vyas, R., Sharma, V., Rahman, H., Sharma, S. K. and Sachdev, K. (2020). A comparative study on gas-sensing behavior of reduced graphene oxide (rGO) synthesized by chemical and environment-friendly green method. *Applied Nanoscience*, 10, 517-528.

73. Salas, E.C., Sun, Z., Luttge, A., Tour, J.M. (2010) Reduction of graphene oxide via bacterial respiration. *ACS Nano*, 4(4852), 92-103.
74. Nine, M.J., Cole, M.A., Tran, D.N.H. and Losic, D. (2015) Graphene: a multipurpose material for protective coatings. *Journal of Materials Chemistry A*, 3(12580), 26-35.
75. Sang, B., Li, Z. W., Li, X. H., Yu, L. G. and Zhang, Z. J. (2016). Graphene-based flame retardants: a review. *Journal of Materials Science*, 51(3), 115-126.
76. Uddin, F. (2016). Flame-retardant fibrous materials in an aircraft. *Journal of Industrial Textiles*, 45(5), 1128-1169.
77. Schafer W and Schaut G. (1997). *Flame penetration blocker for fuselages 1997*. US Patent no. 5, 595, 817, 1997.
78. İnternet: Do160 (2023). Fire and flammability Web: <https://do160.org/fire-and-flammability/>, Son Erişim Tarihi: 10/03/2023.
79. Park, K. Y., Choi, J. H. and Lee, D. G. (1995). Delamination-free and high efficiency drilling of carbon fiber reinforced plastics. *Journal of Composite Materials*, 29(15), 1988-2002.
80. Zhang, K., Gu, Y. and Zhang, Z. (2014). Effect of rapid curing process on the properties of carbon fiber/epoxy composite fabricated using vacuum assisted resin infusion molding. *Materials & Design (1980-2015)*, 54, 624-631.
81. Khan, Z. I., Arsad, A., Mohamad, Z., Habib, U. and Zaini, M. A. A. (2021). Comparative study on the enhancement of thermo-mechanical properties of carbon fiber and glass fiber reinforced epoxy composites. *Materials Today: Proceedings*, 39, 956-958.
82. Dermanaki Farahani, R. and Dubé, M. (2018). Printing polymer nanocomposites and composites in three dimensions. *Advanced Engineering Materials*, 20(2), 1700539.
83. İnternet: X. Peet Boeing (2006). *The Boeing company: general information*. Web: <https://www.boeing.com/company/general-info/>, Son Erişim Tarihi: 06/02/2023.
84. Hofmann, D., Wartig, K.A., Thomann, R., Dittrich, B., Schartel, B. and Mülhaupt, R. (2013) Functionalized graphene and carbon materials as additives for melt-extruded flame retardant polypropylene. *Macromolecular Materials and Engineering*, 298(1322), 45-58.
85. Huang, G., Gao, J., Wang, X., Liang, H. and Ge, C. (2012). How can graphene reduce the flammability of polymer nanocomposites?. *Materials Letters*, 66(1), 187-189.
86. Wang, X., Song, L., Yang, H., Lu, H. and Hu, Y. (2011). Synergistic effect of graphene on antidripping and fire resistance of intumescent flame retardant poly (butylene succinate) composites. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 50(9), 5376-5383.

87. Kabeb, S. M., Hassan, A., Mohamad, Z., Sharer, Z., Mokhtar, M. and Ahmad, F. (2022). Sustainable flame retardant coating based graphene oxide and montmorillonite. *Materials Today: Proceedings*, 51, 1327-1331.
88. Cavdar, A. D., Mengeloğlu, F. and Karakus, K. (2015). Effect of boric acid and borax on mechanical, fire and thermal properties of wood flour filled high density polyethylene composites. *Measurement*, 60, 6-12.
89. Garba, B. (1999). Effect of zinc borate as flame retardant formulation on some tropical woods. *Polymer Degradation and Stability*, 64(3), 517-522.
90. Kiss, P., Glinz, J., Stadlbauer, W., Burgstaller, C. and Archodoulaki, V. M. (2021). The effect of thermally desized carbon fibre reinforcement on the flexural and impact properties of PA6, PPS and PEEK composite laminates: A comparative study. *Composites Part B: Engineering*, 215, 108844.
91. Ren, H. H., Xu, D. X., Yan, G. M., Zhang, G., Wang, X. J., Long, S. R. and Yang, J. (2017). Effect of carboxylic polyphenylene sulfide on the micromechanical properties of polyphenylene sulfide/carbon fiber composites. *Composites Science and Technology*, 146, 65-72.
92. Cole, K. C., Noel, D., Hechler, J. J. and Wilson, D. (1990). Crystallinity in PPS-carbon composites: A study using diffuse reflection FT-IR spectroscopy and differential scanning calorimetry. *Journal of Applied Polymer Science*, 39(9), 1887-1902.
93. Wu, Y., Liu, Q., Heng, Z., Zou, H., Chen, Y. and Liang, M. (2019). Improved mechanical properties of graphene oxide/short carbon fiber-polyphenylene sulfide composites. *Polymer Composites*, 40(10), 3866-3876.
94. Chen, T., Deng, J. C., Wang, L. S. and Feng, G. (2009). Preparation and characterization of nano-zinc borate by a new method. *Journal of Materials Processing Technology*, 209(8), 4076-4079.
95. Tugrul, N. and Acarali, N. B. (2011). Synthesis of zinc borate: effects of different modifying agents and isopropyl alcohol on yield and hydrophobicity by using zinc carbonate. *International Conference on Chemistry and Chemical Process*, 10, 55-58.
96. Bakar, E. (2013). *Bazı florlu polimerlerin sentezi ve yüzey kaplama özelliklerinin incelenmesi*. Yüksek Lisans Tezi, Selçuk Üniversitesi Fen bilimleri Enstitüsü, Konya, 9-11.
97. Choi, M., Kim, J., Oh, Y., Yu, J., Kim, S. G., Yoo, H. and Ku, B. C. (2022). Surface Modification of Sulfur-Assisted Reduced Graphene Oxide with Poly (phenylene sulfide) for Multifunctional Nanocomposites. *Polymers*, 14(4), 732.
98. Stankovich, S., Piner, R. D., Chen, X., Wu, N., Nguyen, S. T. and Ruoff, R. S. (2006). Stable aqueous dispersions of graphitic nanoplatelets via the reduction of exfoliated graphite oxide in the presence of poly (sodium 4-styrenesulfonate). *Journal of Materials Chemistry*, 16(2), 155-158.

99. Tugrul, N., Bardakci, M. and Ozturk, E. (2015). Synthesis of hydrophobic nanostructured zinc borate from zinc carbonate, and characterization of the product. *Research on Chemical Intermediates*, 41, 4395-4403.
100. Yavuz, Z., Khaligh, A., Öz, Y., & Tuncel, D. (2023). Effects of thermoplastic coating on interfacial interactions in advanced engineering composites for aerospace applications. *Polymer Bulletin*, 1-23.
101. Goyal, A., Sharma, D., Bhowmick, A. and Pathak, V. K. (2022). Experimental investigation for minimizing circularity and surface roughness under nano graphene mixed dielectric EDM exercising fuzzy-ANFIS approach. *International Journal on Interactive Design and Manufacturing (IJIDeM)*, 16(3), 1135-1154.
102. Kececi, E. and Asmatulu, R. (2011, January). *Effects of hydrophobic barrier films on the mechanical properties of fiber reinforced composites immersed in water*. ASME International Mechanical Engineering Congress and Exposition, New Orleans, 913-919.
103. Li, Y. and Zhao, D. (2015). Preparation of reduced graphite oxide with high volumetric capacitance in supercapacitors. *Chemical Communications*, 51(26), 5598-5601.
104. Yalçın, A. and Gönen, M. (2021). A novel approach for the production of zinc borate ($4\text{ZnO} \cdot \text{B}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) using a single-step hydrothermal method. *Main Group Metal Chemistry*, 44(1), 1-8.
105. Xing, J., Xu, Z. Z. and Li, D. W. (2021). Preparation and oxidation resistance of polyphenylene sulfide modified by high-temperature antioxidants. *Materials Research Express*, 8(4), 045304.
106. Babrauskas, V. (2000). Fire test methods for evaluation of fire-retardant efficacy in polymeric materials. *Fire Retardancy of Polymeric Materials*, 81-113.
107. Laoutid, F., Bonnaud, L., Alexandre, M., Lopez-Cuesta, J. M. and Dubois, P. (2009). New prospects in flame retardant polymer materials: From fundamentals to nanocomposites. *Materials Science and Engineering: R*, 63(3), 100-125.
108. Mahat, K. B., Alarifi, I., Alharbi, A. and Asmatulu, R. (2016). Effects of UV light on mechanical properties of carbon fiber reinforced PPS thermoplastic composites. *Macromolecular Symposia*, 365(1), 157-168).
109. Xu, X. F., Zheng, Q. K. and Zheng, J. Q. (2012). Effect of carrier on the structure and performance of polyphenylene sulfide fiber. In *Advanced Materials Research* (Vol. 554, pp. 147-152). Trans Tech Publications Ltd.
110. Benoit, V., Cédric, L. and Alexis, C. (2014). Post fire behavior of carbon fibers Polyphenylene Sulfide-and epoxy-based laminates for aeronautical applications: A comparative study. *Materials & Design*, 63, 56-68
111. Carpier, Y., Vieille, B., Delpouve, N. and Dargent, E. (2019). Isothermal and anisothermal decomposition of carbon fibres polyphenylene sulfide composites for fire behavior analysis. *Fire Safety Journal*, 109, 102868.

112. Billmeyer, F. W. (1984). *Textbook of polymer science*. New York: John Wiley & Sons, 16-33.
113. Zhang, M., Wang, H., Li, Z. and Cheng, B. (2015). Exfoliated graphite as a filler to improve poly (phenylene sulfide) electrical conductivity and mechanical properties. *RSC advances*, 5(18), 13840-13849.
114. Xing, J., Xu, Z. Z. and Li, D. W. (2021). Preparation and oxidation resistance of polyphenylene sulfide modified by high-temperature antioxidants. *Materials Research Express*, 8(4), 045304.
115. Luo, W., Bommier, C., Jian, Z., Li, X., Carter, R., Vail, S., ... & Ji, X. (2015). Low-surface-area hard carbon anode for Na-ion batteries via graphene oxide as a dehydration agent. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 7(4), 2626-2631.
116. Feng, C., Zhang, Y., Liang, D., Liu, S., Chi, Z. and Xu, J. (2015). Influence of zinc borate on the flame retardancy and thermal stability of intumescent flame retardant polypropylene composites. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 115, 224-232
117. Savas, L. A. and Dogan, M. (2019). Flame retardant effect of zinc borate in polyamide 6 containing aluminum hypophosphite. *Polymer Degradation and Stability*, 165, 101-109.
118. Van Paepegem, W., De Geyter, K., Vanhooymissen, P. and Degrieck, J. (2006). Effect of friction on the hysteresis loops from three-point bending fatigue tests of fibre-reinforced composites. *Composite Structures*, 72(2), 212-217.





Gazili olmak ayrıcalıktır...