



T.C.
NECMETTİN ERBAKAN NİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ



ÇCKNT TAKVİYELİ POLİSÜLFON NANO
KEÇE İLE GÜÇLENDİRİLMİŞ EPOKSİ
ESASLI NANOKOMPOZİT LEVHALARIN
KIRILMA VE TERMAL ÖZELLİKLERİNİN
BELİRLENMESİ

Ömer ÇOŞKUN

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Makine Mühendisliği Anabilim Dalı

Temmuz-2021
KONYA
Her Hakkı Saklıdır

ÖZET

YÜKSEK LİSANS TEZİ

ÇCKNT TAKVİYELİ POLİSÜLFON NANO KEÇE İLE GÜÇLENDİRİLMİŞ EPOKSİ ESASLI NANOKOMPOZİT LEVHALARIN KIRILMA VE TERMAL ÖZELLİKLERİNİN BELİRLENMESİ

Ömer ÇOŞKUN

Necmettin Erbakan Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü
Makine Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Doç.Dr. Mürsel EKREM

2021, 74 Sayfa

Jüri

Prof.Dr. Necati ATABERK

Doç.Dr. Mürsel EKREM

Dr.Öğr.Üyesi Okan DEMİR

Bu tez çalışmasında, elektro eğirme yöntemiyle üretilmiş olan Polisülfon (PSU) nanoelyaf ve ağırlıkça %1, %2 ve %3 oranlarında Çok Cidarlı Karbon Nanotüp (ÇCKNT) ile güçlendirilmiş PSU nanoelyaf takviyeli epoksi nanokompozit malzemelerin üretimi gerçekleştirildi. İlk olarak elektro eğirme yöntemiyle PSU nanoelyaf ve ağırlıkça %1, %2 ve %3 oranlarında ÇCKNT takviyeli PSU nanoelyaflar üretilmiştir. 0,12 mikrometre kalınlığında üretilen bu nanoelyaflar, 8x125 mm boyutlarında kesilip kalıp içerisinde üst üste 5/10/15 tabakalı olacak şekilde yerleştirilerek ASTM D882-02 standartları doğrultusunda epoksi matrisli nanokompozit levhalar üretilmiştir. Ayrıca aynı kalıp ile referans numunesi olarak nanoelyaf içermeyen saf epoksi de üretilmiştir. Üretilen nanokompozitler ASTM D 5045-9 standardına uygun olabilmesi için numunelere eş kenar üçgen ege yardımıyla çatlak açılmıştır. Üretimi yapılan bu nanokompozit malzemelerin tek eksenli sabit çene hızı altında kırılma tokluğu kıyaslanmıştır. Ek olarak üretilen nanokompozit malzemelerin, termal karakterizasyonları Termogravimetrik Analiz (TGA) ve Diferansiyel Termal Analiz (DTA) ile yapılmıştır. Çekme testi sonucu kopma yüzeylerinin morfolojilerinin belirlenmesi için ise Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) kullanılmıştır. PSU nanoelyaf ve ağırlıkça %1, %2 ve %3 oranlarında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PSU nanoelyafların yüzey morfolojileri SEM ile ve ÇCKNT'lerin nanoelyaf içerisindeki dağılımları Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM) ile incelenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Elektro eğirme, ÇCKNT, Polisülfon nanoelyaf, SEM.

ABSTRACT

MS THESIS

DETERMINATION OF FRACTURE AND THERMAL PROPERTIES OF EPOXY BASED NANOCOMPOSITE SHEETS REINFORCED WITH MWCNT REINFORCED POLYSULFONE NANO FELT

Ömer ÇOŞKUN

**THE GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCE OF
NECMETTİN ERBAKAN UNIVERSITY
THE DEGREE OF MASTER OF SCIENCE
IN MECHANICAL ENGINEERING**

Advisor: Assoc. Prof. Dr. Mürsel EKREM

2021, 74 Pages

Jury

Prof.Dr. Necati ATABERK

Assoc. Prof. Dr. Mürsel EKREM

Asst. Prof. Dr. Okan DEMİR

In this thesis, the production of epoxy nanocomposite materials reinforced with PSU nanofibers reinforced with Polysulfone (PSU) nanofibers produced by electrospinning method and Multi-walled Carbon Nanotube (MWCNT) at 1%, 2% and 3% by weight was carried out. Firstly, PSU nanofibers and PSU nanofibers reinforced with 1%, 2% and 3% by weight of MWCNT were produced by electrospinning method. Epoxy matrix nanocomposite sheets were produced in accordance with ASTM D882-02 standards by cutting these nanofibers with a thickness of 0.12 micrometers, cut in 8x125 mm dimensions, and placed in the mold with 5/10/15 layers on top of each other. In addition, pure epoxy without nanofibers was produced as a reference sample with the same mold. In order for the produced nanocomposites to comply with the ASTM D 5045-9 standard, cracks were opened with the help of equilateral triangle file. The fracture toughness of these produced nanocomposite materials was compared under uniaxial constant jaw speed. In addition, the thermal characterizations of the produced nanocomposite materials were made by Thermogravimetric Analysis (TGA) and Differential Thermal Analysis (DTA). Scanning Electron Microscope (SEM) was used to determine the morphology of the rupture surfaces as a result of the tensile test. The surface morphologies of PSU nanofibers and PSU nanofibers reinforced with 1%, 2% and 3% by weight of MWCNT and the distribution of MWCNTs in nanofibers were investigated by SEM and Transmissive Electron Microscopy (TEM).

Keywords: Electro spinning, MWCNT, Polysulfone nanofibers, SEM.

ÖNSÖZ

Yüksek Lisans tez çalışmamda süresi boyunca yardımlarını esirgemeyen, tez konusu seçiminde, araştırılmasında her türlü bilgi, öneri ve deneyimleriyle bana yön veren değerli tez danışmanım Doç. Dr. Üyesi Mürsel EKREM'e sonsuz saygı ve teşekkürlerimizi sunarım.

Tez çalışmam boyunca değerli öngörülerini, tecrübelerini ve bilgilerini her zaman aktaran Prof Dr. Necati ATABERK' e ve Prof. Dr. Ahmet AVCI 'ya teşekkür ederim.

Ayrıca, bu çalışmanın yapılabilmesi için deney numunelerin temin edilmesi ve incelenmesi gibi konularda 211319009 nolu proje ile maddi destek veren Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü'ne teşekkürü bir borç bilirim.

Son olarak hayatım boyunca her türlü desteği bir an olsun eksik etmeyen, beni sevgiyle yetiştiren annem Hatice ÇOŞKUN, babam Davut ÇOŞKUN, kardeşim Ayşenur ÇOŞKUN'a ve bu çalışmada bana yardımları dokunan Rafet YAVUZ, Mustafa TUĞLUK ve Safa AK 'a tüm kalbi ve içten duygularıyla teşekkür ederim.

Ömer ÇOŞKUN
KONYA-2021

İÇİNDEKİLER

ÖZET	iv
ABSTRACT.....	v
ÖNSÖZ	vi
İÇİNDEKİLER	iv
SİMGELER VE KISALTMALAR	vi
1. GİRİŞ.....	1
2. KAYNAK ARAŞTIRMASI	5
3.KIRILMA MEKANİĞİ	13
3.1.Giriş	13
3.2. Linear Elastik Kırılma Mekanikği	14
3.2.1 Düzlem gerilme ve düzlem şekil değiştirme.....	18
3.2.2 Numune geometrisine göre gerilme şiddet faktörünün değerleri	18
3.2.3 Eliptik yüzey çatlak analizi.....	20
3.3. Elastik-Plastik Kırılma Mekanikği	21
3.3.1.Çatlak ucu açılma miktarı (CTOD) metodu	22
3.3.2. J-İntegral metodu	24
4.4.Gerilme Şiddet Faktörü Değişimi (K)	27
4. MATERYAL VE YÖNTEM.....	32
4.1. Polisülfon Nanoelyaf Üretimi	32
4.1.1.Kullanılan kimyasal maddeler	32
4.1.2.Kullanılan cihazlar	33
4.1.2.1.Taramalı elektron mikroskobu (SEM).....	34
4.1.2.2.Eşzamanlı termogravimetrik analiz (TGA) ve diferansiyel termal analiz (DTA).....	35
4.1.3. Elektro eğirme çözeltilerinin hazırlanması	37
4.1.4. Elektro eğirme ile nanoelyafların üretimi	38
4.2. Polisülfon Nanoelyaf Takviyeli Epoksi Kompozit Üretimi	41
4.2.1.Kullanılan kimyasal maddeler	41
4.2.2. Polisülfon nanoelyaf takviyeli epoksi kompozit üretimi için kalıp hazırlanması	41
4.2.3. Polisülfon nanoelyaf takviyeli epoksi kompozit üretimi	43
4.2.4. PSU nanokompozitlerde elyaf/matris hacim oranı	46
4.3.Kırılma Deneyi	48
5. ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA.....	53
5.1. Üretilen Polisülfonun Yapısal Özellikleri.....	53
5.2. Nanoelyafların Kalınlık Ölçümü	54
5.3. Nanoelyafların SEM Görüntüleri.....	55

5.4. Nanoelyafların TEM Görüntüleri	56
5.5. Nanokompozit Levhaların Kritik Gerilme Şiddet Faktörü	58
5.6. Kırık Yüzeylerin SEM Görüntüleri	62
5.7. Nanokompozit Levhaların Termal Analizleri	64
6. SONUÇLAR VE ÖNERİLER	66
6.1 Sonuçlar	66
6.2 Öneriler	71
7. KAYNAKLAR	72
ÖZGEÇMİŞ	75



SİMGELER VE KISALTMALAR

Simgeler

°C	Santigrat derece
cm	Santimetre
kg	Kilogram
kV	Kilovatt
ml	Mililitre
µm	Mikrometre
mm	Milimetre
nm	Nanometre
min	Dakika
SI	Uluslararası Birimler Sistemi
J	akı
M	kütle
A	alan
Δt	ölçüm aralığı

Kısaltmalar

PSU	Polisülfon
ÇCKNT	Çok Cidarlı Karbon Nanotüp
DMAC	Dimetil asetamid
DMF	N-N-dimetil formamit
TEM	Geçirimli Elektron Mikroskobu
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
TGA	Termogravimetrik Analiz
DTA	Diferansiyel Termal Analiz
K	Gerilme Şiddet Faktörü
K _{IC}	Kritik Gerilme Şiddet Faktörü

1. GİRİŞ

Günümüzde aktif bir şekilde gelişmekte olan teknoloji sayesinde savunma, uzay, sağlık, tekstil, havacılık ve otomotiv sektörleri gibi farklı iyi özellikleri tek malzemede olacak şekilde üretilmiş malzemelere olan ilgili ve ihtiyaç giderek artmaktadır. Metaller yüksek dayanım ve mekanik özelliklerinden dolayı çok fazla tercih edilen malzemelerdir. Oysaki metallerin tasarımı yüksek ölçüde korozyon sebebi ile sınırlıdır. Korozyon, çevresel etkilerden dolayı metallerin bozulması olarak tanımlanır (Mercer, 1990). Metallerin çoğu oksijenli bölgelerde korozyona uğramaya meyillidir ve bu meyilim sıcaklığın artması ile daha etkisini artırır. Korozyon sulu ortamlarda etkisini daha hızlı bir şekilde gösterir. Arabalar, köprüler ve gemiler gibi bütün yapıların kullanım sürelerini korozyondan dolayı azaltmaktadır (Ashby ve Jones, 1980). Metal ve metal alaşımların yerine artık kullanım yerine göre zayıf yönlerini güçlendirecek şekilde kompozit malzemeler almaktadır.

Savunma, uzay ve havacılık sektörlerinden T129 Atak Helikopteri, Göktürk Milli Keşif Uydusu, Hürkuş Eğitim Uçağı, Milgem Milli Gemisi, Cobra-Zırhlı Tekerlekli Aracı gibi üretilen yerli projelerin gövdelerinde kullanılan malzemelerin nano teknoloji ve kompozit malzeme uygulamaların çok daha iyi gelişmesi ile daha iyi mekanik ve termal özellikler, radyasyon koruması, elektrik iletkenliği veya yalıtkanlığı gibi gelişmiş özellikler gösteren malzemelerden yapılmaktadır. Günümüz teknolojisinden önce gövdelerde işlenmiş metalik malzemeler tercih edilmekteydi oysaki şu anda yeni teknoloji sayesinde gelişen kompozit malzeme teknolojisi ve nanoteknolojinin ilerlemesiyle eskiden kullanılan malzemelerin yerini kompozit malzemeler almaktadır.

Kompozit malzemeler eski yıllardan daha günümüze kadar insanoğlu tarafından bilinmektedir ayrıca uzun zamanlar önce barınak yapılması amacıyla çamur içerisine saman ilaveli kerpiç parçalar biçiminde kullanılmıştır. Bulduğumuz zamana kadar kompozit malzeme bilimi, bizim ihtiyaçlarımızı temin etme arzusu ve teknolojinin gelişmesiyle birlikte daha hızlı gelişmekte ve ilerlemektedir. Yapılan çalışmalar ve incelemeler sonucunda belli bir seviyeye ulaşan ileri kompozit malzemeler, şu an en çok kullandığımız malzemeler kendisinden beklenen performansı karşılayamadığı için veya özelliklerinin yetersiz kaldığı zamanlarda özel bir malzeme olarak kullanılmaktadır.

Kompozit malzemelerin ortaya çıkma tarzları çok farklı sayıda olup farklı şekillerde geniş bir sınıflandırılması yapılabilmektedir. Ancak genel anlamda oluşturulan sınıflandırma türü, kompozit malzemenin yapısında bulunan matris malzemeye göre sınıflandırma ve takviye edilen malzemeye göre iki şekilde sınıflandırılmaktadır (Staab, 1999). İlave edilen malzemeye göre grublama ise elyaf takviyeli, parçacık takviyeli, tabakalı kompozit ve karma kompozit olarak dört gruba ayrılmaktadır.

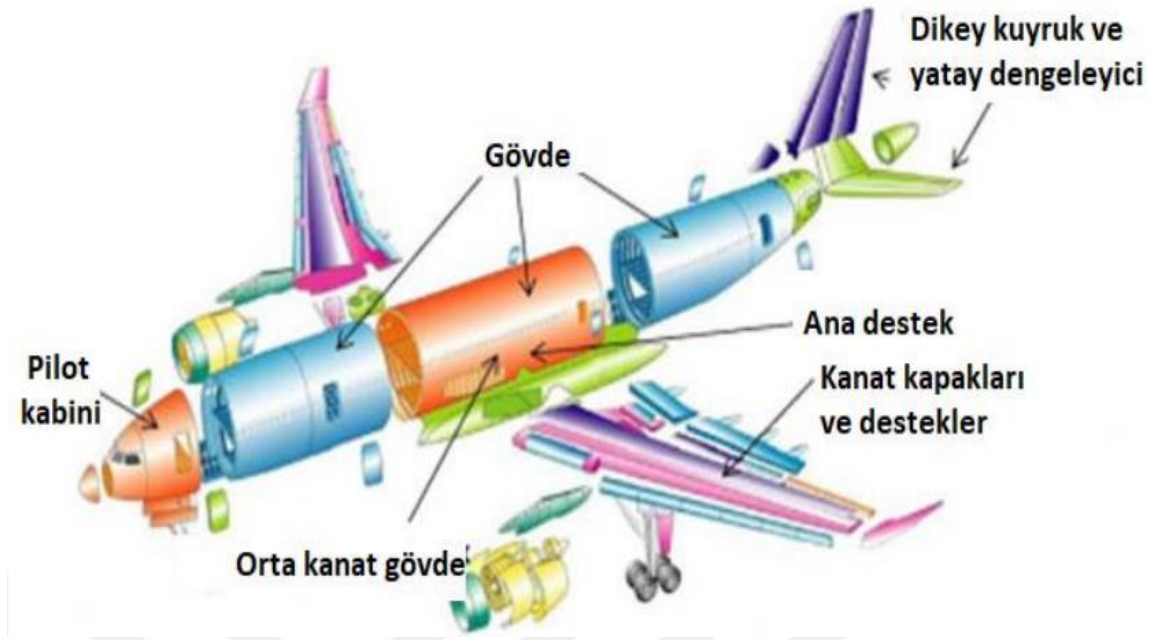
Kompozit malzemenin içeriğinden bulunan matris malzemeye göre gruplandırılması üç bölümde incelenir bunlar metal esaslı, polimer esaslı ve seramik esaslı olarak ayrılmasına rağmen, kompozit malzemeleri üretmek için genellikle tercih edilen ve kullanılan polimer esaslı matristir (Bağcı, 2006). Polimerlerin daha rahat işleme bilmesi, sünek olmaları, az yoğunluğa sahip olmaları ve mekanik özellikleri bu durumun genel sebepleridir.

Polimer esaslı kompozitler yaygın olarak uzay, otomotiv, savunma sanayilerinde ve elektronik cihazlar da kullanılmaktadır. Örnek vermek gerekirse elektronik ekipmanlarda kullanılan polimerlerin daha iyi ısı iletkenlik özelliğinin olması istenmektedir, bu sebeple ısı iletkenliği daha iyi olan polimerler üzerine çalışmalar yapılmaktadır (Tavman ve Turgut, 2006).

Yapılan araştırmalar neticesinde, polimer esaslı nanokompozitler bulunduğumuz zamanda otomotiv sanayinde daha sık kullanılmaya başlanmıştır (Yılmazbayhan, 2006). Polimerler genel özelliklerinden olan yalıtkan özellik göstermesine rağmen, günümüzde iletkenlik özelliğini artırmak için polimer matrisin yapısına iletken tanecikler katarak iletken polimer nanokompozitler geliştirilmiştir (Ekrem ve ark., 2017).

Tabakalı malzemelerin ara bölmelerinin güçlendirilmesi ve kırılma tokluğunu geliştirmek için yapılan farklı bir yöntem ise kompozitlerin ara yüzeylerinde elektro eğirme yöntemi elde edilen nanoelyafların kullanımınıdır (Yeo ve Friend, 2006).

Şekil 1.1'de Airbus 350'deki kompozit malzeme ile üretilen bölgeler belirtilmiştir. Bu kısımların boyutları farklılıklar göstermektedir. Örneğin kanat kapakları gibi büyük kısımlar ve kapılar gibi küçük kısımlara kadar değişiklik gösterir. Bu kısımların kalınlıkları da birkaç milimetre ile birkaç santimetreye kadar değişmektedir (Hashish ve Kent, 2013).



Şekil 1. 1. Airbus 350'deki kompozit kısımlar (Hashish ve Kent, 2013)

Bu çalışmada, elektro-eğirme metodu kullanılarak ağırlıkça %1, 2 ve 3 oranlarında çok cidarlı karbon nanotüp (ÇCKNT) takviyeli/takviyesiz polisülfon (PSU) nanoelyafların üretimi gerçekleştirilmiştir. İlk olarak elektro eğirme yöntemiyle PSU nanoelyaf ve ağırlıkça %1, %2 ve %3 oranlarında ÇCKNT takviyeli PSU nanoelyaflar üretilmiştir. 0,12 mikrometre kalınlığında üretilen bu nanoelyaflar, 8x125 mm boyutlarında kesilip kalıp içerisinde üst üste 5/10/15 tabakalı olacak şekilde yerleştirilerek ASTM D882-02 standartları doğrultusunda epoksi matrisli nanokompozit levhalar üretilmiştir. Ayrıca aynı kalıp ile referans numunesi olarak nanoelyaf içermeyen saf epoksi de üretilmiştir. Üretilen nanokompozitler ASTM D 5045-9 standardına uygun olabilmesi için numunelere eş kenar üçgen ege yardımıyla çatlak açılmıştır. Üretimi yapılan bu nanokompozit malzemelerin tek eksenli sabit çene hızı altında kırılma tokluğu kıyaslanmıştır.

Ek olarak üretilen nanokompozit malzemelerin, termal karakterizasyonları Termogravimetrik Analiz (TGA) ve Diferansiyel Termal Analiz (DTA) ile yapılmıştır. Çekme testi sonucu kopma yüzeylerinin morfolojilerinin belirlenmesi için ise Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) kullanılmıştır. PSU nanoelyaf ve ağırlıkça %1, %2 ve %3 oranlarında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PSU nanoelyafların yüzey morfolojileri SEM ile

ve ÇCKNT'lerin nanoelyaf içerisindeki dağılımları Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM) ile incelenmiştir.

Nanoelyaf takviyeli epoksi kompozitlerin kırılma toklukları ASTM D 5045-9 standardına göre tek taraflı çentikli eğilme testleri yapılarak gerilme şiddet faktör değerleri incelenmiştir. Ayrıca kırılma yüzeylerindeki hasar mekanizmaları SEM görüntüleriyle ortaya çıkarılmıştır.

Epoksi esaslı kompozit levhaların iyileştirilmesi, kırılma tokluğunun artırılması amacıyla ÇCKNT takviyeli PSU nanoelyaflar kullanılmıştır. Elektro eğirme yöntemiyle üretilmiş olan ÇCKNT takviyeli PSU nanoelyafların elyaf çapları son derece küçük olduğundan dolayı ciddi bir mukavemete sahip olacağı öngörülmüştür. Belirtilen nanoelyafdan oluşan kompozit levhalar kırılma tokluğunun olumlu yönde artacağı öngörülmüştür. Yapılan literatür araştırması bulgularına göre ÇCKNT takviyeli PSU nanoelyafların daha önce bu amaçla kullanılmadığı belirlenmiştir.

2. KAYNAK ARAŞTIRMASI

Pena (2019) tarafından yapılan bir çalışmada indirgenmiş grafen oksit (rGO) ile güçlendirilmiş polisülfon (PSU) nanokompozitlerin hazırlanması için çözücüsüz ekstrüzyon enjeksiyon yöntemi kullanıldı. Nanoliflerin dağılımını iyileştirmek için rGO'yu kimyasal yolla PSU fırçalara kovalent olarak aşılandı. Hem modifiye edilmemiş hemde PSU'ya rGO aşılantısı ile %3'e kadar (ağırlıkça) konsantrasyonlara sahip birkaç rGO/PSU nanokompozitler hazırlandı. RGO / PSU nanokompozitlerinin morfolojisi, PSU rGO ile aşılandığında daha iyi bir dağılım durumu ortaya çıkaran Alan Emisyonlu Taramalı Elektron Mikroskobu (FE-SEM) ve Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM) ile karakterize edildi. RGO / PSU'nun termo-mekanik karakterizasyonu, değiştirilmemiş rGO / PSU kompozitlerine kıyasla genel mekanik özellikleri iyileştirdi. PSU matrisinin cam geçiş sıcaklığında (T_g) bir artış da gözlemlendi. Nanokompozitler tam reolojik süzölmeye ulaşamamıştır, bu nedenle sonuçlar, aşılantısı ve matris PSU zincirlerinin birbirine dolanmasının gelişmiş fazlar arası etkilere yol açması açısından açıklandı. Aşılantısı polimer zincirlerinin mevcudiyeti aynı zamanda kayma kapasitesini artırarak numune deformasyonunu destekleyerek daha sonraki tokluk iyileştirmesini sağladı. Önerilen çözücüsüz ekstrüzyon enjeksiyon yöntemi kolaylıkla ölçeklenebilir ve rGO / PSU nanokompozitlerinin potansiyel kullanımlarını mümkün kıldı (Pena-Bahamonde ve ark., 2019).

Polisülfon (PSU), ultrafiltrasyon membran uygulamaları için en yaygın kullanılan polimerdir. Yüksek performanslı mühendislik termo plastik olarak kabul edilmesine rağmen, sadece 100 kGy'ye kadar radyasyon kararlılığına sahiptir. Radyasyona maruz bırakıldığında, polimerik zincirler, çapraz bağlanma yoğunluğunda bir değişikliğe ve membran performansında bozulmaya yol açan, kesilme ve çapraz bağlanmaya maruz kalır. Zarların radyasyona dirençli özelliğini geliştirmek için ilk kez, karboksilatlı nanodiamondlar (CND) PSU matrisine dahil edildi. PSU-CND kompozit membranları, farklı CND yükleriyle (ağırlıkça %0.1-1) imal edilmiş ve 1000 kGy'ye kadar farklı radyasyon dozlarına maruz bırakıldı. Nanomalzemeler ve ışınlanmamış membranlar, FESEM, TEM, XPS, DSA, UTM ve DSC gibi farklı enstrümantal teknikler kullanılarak karakterize edildi. % 0.5 CND'lik optimum yüklemeye sahip membranın, kontrol PSU membranına kıyasla 10 kat olan 1000 kGy radyasyon dozuna kadar stabil olduğu Bedar ve arkadaşları tarafından bulundu (Bedar ve ark., 2020).

Epoksi reçineler, yüksek düzeyde çapraz bağlı ağ yapıları nedeniyle doğal olarak kırılğan olduğundan dolayı burada, mekanik özelliklerde kayıp olmaksızın etkili bir sertleştirme yöntemi sunuldu. Karboksilatlı karbon nanotüpler (CNT-COOH'ler), oluşan üçlü kompozitlerin faz ayrılma davranışını, kırılma dayanıklılığını ve mekanik özelliklerini kontrol etmek için bir epoksi (EP) / polisülfon (PSU) karışımına eklendi. ÇCKNT - COOH'ler, EP / PSF karışımının faz ayırma mekanizmasını değiştirmese de, son faz morfolojisi üzerinde önemli bir etkiye sahiptir. Reolojik analiz, EP / PSF'nin karmaşık viskozitesinin ve sertleşme reaksiyon hızının ÇCKNT - COOH'ler eklenerek arttığını, bu da daha önceki bir aşamada duran faz ayırma işleminin önemli ölçüde bastırılmasına yol açtığını gösterdi. Ayrıca EP / PSF / ÇCKNT - COOH kompozitlerinin kırılma, mekanik ve termal özelliklerinin ÇCKNT - COOH'ların varlığından dolayı arttığı görüldü (Zheng ve ark., 2018).

Tizchang (2019) tarafından yapılan bir çalışmada, silanize nanodiamond (SND) sentezlenmiş ve nanodiyamond (ND) nanopartiküllerinin işlevselleştirilmesinin polisülfon (PSU) membranlarının yapısı ve performansı üzerindeki etkilerini araştırmak için PSU nanokompozit membranı geliştirmek için nano katkı maddesi olarak kullanıldı. ND, viniltrimetoksisilan (VTS) kullanılarak silanizasyon yöntemi ile işlevselleştirildi ve Fourier sonuçları dönüşüm kızılötesi spektroskopisi (FTIR) analizi, ND'lerin yüzeyinde silan gruplarının varlığını doğruladı. Daha sonra, ağırlıkça % 1.0 ND ve ağırlıkça % 1.0 SND içeren saf ve nanokompozit PSU membranları hazırlandı. Hazırlanan membranlar daha sonra alan emisyonu taramalı elektron mikroskobu (FESEM), enerji dağıtıcı x-ışını spektroskopisi (EDX), saf su akısı (PWF), temas açısı ve mekanik mukavemet analizleri ile karakterize edildi. FESEM görüntüleri, ND ve SND nanopartiküllerinin varlığında membran yüzeyindeki gözenek sayısının arttığını ancak ortalama gözenek boyutunun azaldığını gösterdi. PSU / SND nanokompozit membran, $112 \text{ Lm}^{-2} \text{ h}^{-1}$ 'lik maksimum PWF'ye ve 76.44° 'lik en düşük temas açısı değerine sahipti. EDX analizi, SND'lerin PSU matrisi boyunca homojen bir şekilde dağıldığını gösterildi (Tizchang ve ark., 2019).

İki farklı yöntemle hazırlanan grafen nanoplakalar (GnP) ile doldurulmuş polisülfon (PSU) hücrenel nanokompozitler, yani su buharı kaynaklı faz ayrımı (WVIPS) ve süper kritik CO₂ çözünmesi (scCO₂) köpüklenme, 0.4 ila 0.6 g / cm³ olup yapıları ve elektriksel iletim davranışları ile karakterize edilmiştir. GnP içeriği ağırlıkça %0 ile %10 arasında değişmiştir. Çalışılan üç farklı köpük serisi için elektriksel iletkenlik değerleri GnP miktarı ile artırılmıştır. En yüksek değerler, WVIPS yöntemi ile hazırlanan mikro hücrenel nanokompozitler için bulundu ve %10 wt GnP için $8,17 \times 10^{-2} \text{ S / m}$ 'ye kadar

yükseldi. Her seri için elektriksel iletkenliğin deęişim eğilimi hem süzülme hem de tünelleme modelleri uygulanarak analiz edildi. Nispeten, tünel açma modeli, elektriksel iletkenlik tahmininde daha iyi bir uyum gösterdi. Hücrenel nanokompozitin hazırlama teknięi, nanokompozitin sonuçta ortaya çıkan hücrenel yapısını ve sonuç olarak gözeneklilik veya gaz hacmi fraksiyonunu (Vg) etkiledi. Daha yüksek bir gözeneklilik, daha yüksek elektrik iletkenlięi ile sonuçlandı ve en hafif köpükler, scCO² çözündürme teknięi ile hazırlanan eşdeęer köpüklerden iki kat daha yüksek elektrik iletkenlikleri göstererek WVIPS yöntemiyle hazırlandı (Abbasi ve ark., 2020).

Epoksi reçinelerin dayanıklılıęının verimli bir şekilde iyileştirilmesi, gelişmiş uygulamalar için uygunluklarını genişletmek için bir darboęaz oluşturmuştur. Burada, epoksiyi sertleştirmek ve modifiye etmek için polisülfon (PSU) benimsenmiştir. PSU'nin epoksi reçinesinin mekanik ve termal özellikleri üzerindeki etkileri sistematik olarak optik mikroskopi, Fourier dönüştüren kızılötesi spektrometre (FT-IR), diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC), termogravimetrik analizör (TG) bir dinamik mekanik termal analizör (DMA) ile incelenmiştir, mekanik testler ve taramalı elektron mikroskobu (SEM). Çözünme deneysel sonuçları, PSU'nin epoksi reçinesiyle iyi bir uyumluluk gösterdiğini ve kontrollü koşullar altında iyi çözülebileceğini gösterdi. FT-IR ve DSC çalışmalarının ortaya koyduğu gibi, PSU'nin tanıtılmasının, kütleme reaksiyonuna katılmadan ve kütleme mekanizmasını deęiştirmeden epoksi reçinesinin kütleme reaksiyonunu destekledięi bulunmuştur. PSU / epoksi reçine harmanlarının mekanik özellikleri, kırılma dayanıklılıęının ve darbe mukavemetinin önemli ölçüde iyileştirildiğini gösterdi, bu da PSU / epoksi harmanlarının iki sürekli faz yapısına atfedilebilir. PSF içerięinin artmasıyla daęınık partiküller, iki sürekli ve fazlar ters çevrilmiş yapılar sunan epoksi reçinenin kütleme sürecinde PSU / epoksi karışımlarında reaksiyonla indüklenen faz ayırma işleminden kaynaklanan temsili faz yapıları açıkça gözlemlenmiştir. Sun (2019) tarafından yapılan çalışmada ayrıca PSU / epoksi karışımlarının termal stabilitesinin, esasen PSF bileşeninin iyi ısı direnci nedeniyle saf epoksi reçinesine kıyasla biraz arttığını doğruladı (Sun ve ark., 2019).

Mohammadi ve ark. (2020) tarafından yapılan bir çalışmada, naylon 66 nanoliflerle modifiye edilmiş karbon / epoksi laminatların kırılma ve yorulma tepkisine odaklandı. Bu amaçla, nanolifli mat ile serpiştirilmiş AS4 / 8552 kompozit laminatlar, mod-I yarı-statik ve yorulma yükleme koşulları altında deęerlendirilmiştir. Test sonuçlarına göre, yarı statik testler altında kırılma tokluğu yaklaşık %133 arttı. Öte yandan, çizilen yorgunluk eğrileri, modifiye edilmiş numunelerde çatlak büyüme

oranının önemli ölçüde azaldığını ve eşik enerji salım oranının yaklaşık %128 arttığını gösterdi. Son olarak, hasar mekanizmalarını araştırmak için taramalı elektron mikroskobu (SEM) da yapıldı (Mohammadi ve ark., 2020).

Termoset ve termoplastik reçine tarafından geliştirilen faz morfolojisi, sertleştirme verimini doğrudan etkileyen termoplastik reçine ile serpiştirilmiş ısıyla sertleşen kompozitlerde ana endişelerden biridir. Çalışmada karbon fiber takviyeli epoksi matris kompozit laminatlar Polieterketon-cardo (PEK-C) filmler ile serpiştirilmiş ve kürleşme süresinin faz morfoloji spektrumu ve kırılma tokluğuna etkisi araştırıldı. Mikroyapı-özellik ilişkisi araştırıldı. Sonuçlar, PEK-C film ara tabakasının laminasyon arası sertleştirmede verimli olduğunu ve kırılma tokluğunun (G_{IC}) olduğunu gösterdi ve 1 saatlik kürleşme süresinde %90,65 arttırıldı. Bununla birlikte, kürleşme süresinin artması, sertleştirme etkisini zayıflatmıştır. PEK - C filmlerin ve G_{IC} 'nin 3 saatlik kürleşme süresi altında yalnızca %9,37 artmıştır. Homojen PEK-C reçinesi, nodüler çift faz ve deniz adası çift fazından oluşan laminar bölgedeki karakteristik morfoloji spektrumu, tokluğun iyileştirilmesine katkıda bulunmuştur. Homojen PEK - C tabakası, epoksinin daha tam olarak nüfuz etmesi nedeniyle kürleşme süresinin artmasıyla azaldı, bu da laminler arası bölgenin merkezinden ve laminat arası bölge ile kompozit katman arasındaki arayüzden sadece arayüze doğru çatlak yolu değişikliğine neden oldu, ölçülen çatlak yayılma direncinin zayıflamasının ana nedeni bu olabileceği düşünüldü (Yao ve ark., 2020).

Esmaceli ve ark. (2020) tarafından yapılan bir çalışmada, deneysel ve sayısal yaklaşımlar yoluyla, çok duvarlı karbon nanotüplerin (ÇCKNT 'ler) farklı ağırlık konsantrasyonlarının epoksinin mekanik özellikleri üzerindeki birleştirme etkisini araştırmaktadır. ÇCKNT 'lerin eklenmesinin Young modülü, Çekme Dayanımı (UTS), kritik gerilme şiddet faktörü (K_{IC}) ve kritik gerilim enerjisi salım hızı (G_{IC}). Ortaya çıkan mikro yapıların (iyi dağılmış ve kümelenmiş ÇCKNT 'ler) mekanik özellikler üzerindeki etkisini karşılaştırmak için farklı karbon nanotüpler (ÇCKNT 'ler) içerikleri kullanıldı. Mikroyapısal analiz ve fraktografi için Alan Emisyon Taramalı Elektron Mikroskobu (FESEM) ve Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) kullanıldı. Deneysel sonuçlar, UTS'nin (% 28) geliştirildiğini gösterdi. ÇCKNT 'lerin dahil edilmesi, K_{IC} ve G_{IC} ise sırasıyla % 192 ve % 614 oranında önemli ölçüde artmıştır. ÇCKNT sıyırılması ve çatlak köprüleme, epoksinin düşük ÇCKNT içeriklerinde (ağırlıkça %0,1 ve %0,25) sertleştirilmesine katkıda bulunan ana mekanizmalardı. Bunun aksine, ağırlıkça %0,5 yüklemeler durumunda reçine sertleşmesinden çatlak köprüleme ve çatlak dallanmasının

bir kombinasyonu sorumluydu. K_{IC} ve G_{IC} için önemli artış, bu çalışmada kullanılan dispersiyon yaklaşımının mükemmel performansını göstermiştir. Sonlu Eleman modellemesi, çekme testlerinde ÇCKNT birleşiminin etkisinin ve mod-I kırılma testlerinde nanokompozitlerin sertleştirme mekanizmasının daha sağlam bir analizini sağlamak için kullanılmıştır (Esmaeili ve ark., 2020).

ÇCKNT 'ler yığın epoksinin kırılma dayanıklılığını iyileştirmek amacıyla ve ayrıca karbon fiber takviyeli epoksi kompozitler (CFRP'ler) için matris olarak kullanıldığında bir epoksi reçinesine eklenmiştir. ÇCKNT 'lerin toplu epoksi ve CFRP'lere dahil edilmesi mod-I kırılma enerjisini orta derecede artırdı ve mod-II kırılma enerjisini önemli ölçüde artırmıştır, yani CFRP'lerin ortalama mod-II kırılma enerjisi 2026 J / m^2 'den 3406 J / m^2 'ye yükseltmiştir ve buna ağırlıkça %0,5 ÇCKNT eklenmesi ve ayrıca ağırlıkça % 1 ÇCKNT eklenmesi nedeniyle 5491 J / m^2 'ye yükseldi. ÇCKNT 'lerin mod-II kırılmasında üstün sertleştirme performansı iki nedene atfedilir: 1) kesme yükü altında artan ÇCKNT kırılma ve çatlak saptırma mekanizmaları; ve 2) CFRP'lerin mod-II çatlak ucunun önünde geniş çapak işaretleri ve mikro çatlakların eşlik ettiği geniş kırılma süreci bölgesi, sertleştirme mekanizmalarına katkıda bulunan önemli sayıda ÇCKNT ile sonuçlandırılmıştır. (Quan ve ark., 2018).

Lamine kompozitlerin elektrospun nanofibröz matlarla serpiştirilmesi, lamine kompozitlerin laminasyonlararası bölgelerini güçlendirmek için umut verici bir mikro ölçek stratejisi olarak ortaya çıkıyor. Eskizeybek (2018) tarafından yapılan bu çalışmanın amacı, nano ve mikro ölçekli mekanizmaların laminasyonlararası delaminasyon üzerindeki sinerjik katkısını değerlendirmektir. Bunun için, karbon nanotüpler (ÇCKNT 'ler) takviyeli poliakrilonitril (PAN) elektrospun hibrit matlar başarılı bir şekilde üretildi ve karbon / epoksi laminatlı kompozitlerin tabakalar arası bölgesi içinde ara yapraklar olarak kullanıldı. Mod I laminat arası kırılma dayanıklılığı değerleri, ÇCKNT PAN nanolifli aralıklar eklenerek % 77'ye kadar artırıldı. Spesifik olarak, ÇCKNT 'ler köprüleme, ÇCKNT 'lerin çekilmesi ve kılıç kını gibi nano ölçekli sertleştirme mekanizmaları, Mod I kırılma dayanıklılığını düzgün PAN nanofibröz aralıklara göre %45 artırdı. İlgili mikro ve nano ölçekli sertleştirme mekanizmaları kırılma yüzey analizine göre değerlendirildi. Atomik kuvvet mikroskobu ayrıca, çok ölçekli serpiştirme takviyesine göre laminat arası bölgedeki yüzey pürüzlülüğü değişikliklerinin büyüklüğünü ölçmek ve çatlak sapmasına bağlı yüzey pürüzlülüğü değişikliklerini artan kırılma tokluğuyla ilişkilendirmek için de kullanıldı (Eskizeybek ve ark., 2018).

Selüloz nanokristaller (CNC), sülfürik asit hidrolizi ile mikrokristalin selülozdan (MCC) türetilmiştir. CNC / epoksi (CNC / EP) kompozitlerinin mekanik ve kırılma özelliklerinin yanı sıra kırılma morfolojileri ile farklı CNC yüklemeleri incelenmiştir. Epoksiyi sertleştirmek için termoplastik bir polisülfon (PSF) eklendi. PSF / EP kompozitlerinin sertleştirilmesi sırasında, PSF / EP karışımındaki PSF miktarının değişmesine bağlı olarak iki farklı faz ayırma işlemi meydana gelecektir. CNC ve PSF'nin üçlü PSF / CNC / EP kompozitlerinin elastik modülü, mukavemet ve kırılma tokluğu özellikleri üzerindeki etkileri de incelenmiştir. Elektrospinning tekniği, PSF / CNC nanofibröz membranlarını, içine yerleştirilen bir ara yaprak olarak imal etmek için başarıyla kullanıldı. Sonuçlar, PSF / CNC nanofibröz membranlar ile serpiştirildikten sonra, mod I ve mod II interlaminar kırılma tokluk değerlerinin, katışıksız epoksi veya CNC modifiye epoksi matrisli serpiştirilmemiş CF / EP ve ayrıca aralıklı CF / EP ile karşılaştırıldığında arttığını gösterdi. PSF nanofibröz membranlı laminatlar. Hibrit PSF / CNC nanofibröz membranların sertleştirme değişimleri, kompozitlerin kırılma yüzey morfolojilerine göre incelendi (Cai ve ark., 2019).

Son birkaç on yılda havacılık ve uzay mühendisliğinde yaygın olarak kullanılmasına rağmen, tekstil takviyeli epoksi kompozitler, epoksi matrisin doğasında bulunan kırılma nedeniyle her zaman nispeten zayıf düzlem dışı özelliklerinden muzdariptir. Zhao ve ark. (2020) tarafından yapılan çalışmada, sıvı kompozit kalıplama (LCM) prosesleri yoluyla tekstil takviyeli epoksi kompozitlerin üretimi sırasında aynı anda laminar özellikleri ve proses verimliliğini arttırmak için bir laminar sertleştirme yapışkanlaştırıcı kavramı önerilmiştir. Yerinde polimerizasyon ve etanolik çözelti çökeltme yöntemleriyle yeni bir laminar sertleştirme yapışkanlaştırıcı poliamid 6 / grafen oksit (PA6 / GO-1.0) başarıyla hazırlandı. Standart çift ankastre kiriş (DCB) testleri ve son çentikli eğme (ENF) testleri ile yeterli değerlendirme yoluyla, tekstil takviyeli epoksi kompozitlerin laminalar arası kırılma tokluğu, mod I ve mod II deformasyon altında sırasıyla % 80.6 ve % 36.2 etkili artış gözlemlenmiştir. Mükemmel laminar özellikler için mekanizma, delamine kompozitlerin dikkatli fraktografik çalışmasına dayalı olarak kapsamlı bir şekilde tartışılmıştır. PA6 / GO 1.0'ın ara yapılaşma özelliklerini değerlendirmek için T-sıyrılma testleri de gerçekleştirildi. Dahası, en iyi laminar kırılma tokluğu için, GO dozajı tekstil takviyelerine ağırlıkça %0,05'ten fazla değildir, bu da mekanik özellikleri ve işlem verimliliğini dengelemek için ekonomik olarak uygun bir yöntem sağlar (Zhao ve ark., 2020).

Burada, gelişmiş kırılma dayanıklılığı ve kontrollü mikro yapıya sahip çok fazlı epoksi bazlı nanokompozit karışımların geliştirilmesini bildirilmiştir. Karışımlar, özellikle 200°C’i aşan camsı geçiş sıcaklıklarına sahip gelişmiş yüksek sıcaklık fiber takviyeli kompozitler için matrisler olarak geniş bir uygulama yelpazesi için uygun, iki işlevli ve dört işlevli epoksi reçinelere dayanmaktadır. Çok fazlı karışımlar, birlikte farklı enerji absorpsiyon mekanizmaları yoluyla çatlak enerjisini dağıtabilen benzersiz çok ölçekli morfolojiler oluşturan nano ölçekli (karbon nanotüpler) ve mikro ölçekli (faz ayırıcı termoplastik) inklüzyonlardan oluşur. Ma ve ark. (2021) tarafından yapılan bir araştırmada, ilk kez, uygun koşullar altında reçinenin kırılma dayanıklılığında sinerjik bir artışa yol açan nano ve mikro ölçekli tokluk değiştiriciler arasındaki etkileşimlerin derinlemesine bir incelemesini sağlar. Sertleştirme sırasında karbon nanotüplerin ikincil bir aglomerasyonunun, termoplastik partikülleri ayıran faz tarafından bastırıldığı gösterildi, bu da iyi dağılmış bir duruma yol açtı ve sonuçta ortaya çıkan karışımların kırılma tokluğundaki sinerjik artışı haklı çıkarır. Epoksi matrisinin moleküler yapısının, özellikle epoksit fonksiyonel gruplarının sayısının, kütleme reaksiyonunu takiben modifiye edilmiş harmanların nihai mikro yapısının belirlenmesinde önemli bir öneme sahip olduğu gösterilmiştir (Ma ve ark., 2021).

Karbon siyahı (CB) dolgulu epoksi nanokompozitler, biyokütle atıklarından (yani, küspe, bambu ve palmye yağı) istenen miktarda nano yapıları CB (CBNF'ler) epoksi reçinesi ile karıştırılarak üretilir. % 1, % 3, % 5 ve % 10 (epoksinin ağırlıkça %'sine göre) daha düşük yüke sahip epoksi nanokompozitlerin kırılma tokluk özellikleri, Vickers sertlik testi kullanılarak gözlenmiş ve yüzey morfolojisi kullanılarak analiz edilmiştir. Sonuçlar, esas olarak kırılma tokluğunun azaldığını gösterdi. CBNF'lerin infüzyonundan sonra bölünme düzleminin boyutu azaldı. Çatlak ucunun yolunun CBNF'ler nedeniyle bozulduğunu ve çatlak yayılmasını daha zor hale getirdiğini ima etti. % 1 ile % 5 CBNF içeren epoksi kompozitler, % 10 CBNF yüklemesinde azaldığında fiziksel ve mekanik özellikler artmıştır. Önemli bir sonuç, CBNF'ler ile epoksi matrisi arasındaki morfolojik etkileşim, boşluklar, çatlak yayılma yolları, köprüleme etkisi ve çatlakların dallanma etkileri gibi çeşitli kırılma tokluğunun tanımlandığını gösterdi (Dungani ve ark., 2020).

Nguyen ve ark. (2018) tarafından yapılan bir araştırmada, çapı aralık olarak olan polistiren nanofiber (PSnF) 40–80 nm, toluen içindeki poli stiren solüsyonundan elektrospinning tekniği kullanılarak üretilir ve içeriği ağırlıkça %0 ile %0,1 arasında değişen cam elyaf takviyeli epoksi kompozit malzemeler (GF / EP) için etkili bir dolgu maddesi olarak kullanıldı. PSnF bulunmayan ve var olan GF / EP kompozitleri farklı

tekniklerle karakterize edildi; mod I laminar kırılma tokluğu, gerilme testi ve taramalı elektron mikroskobu GF ve EP arasındaki bağa da arayüzey kayma mukavemeti testi (IFSS) ile erişildi. Elde edilen sonuçlar, epoksi matrisine ağırlıkça %0,07 PSnF katılımında, mod I'deki gerilim yoğunluğu faktörünün (K_{IC}), başlangıç ve yayılma laminar kırılma tokluğunun 0,631'den 0,839 MPa m^{1/2}'ye %42,2 oranında iyileştirildiğini gösterdi. Saf epoksi reçinenin yanı sıra saf kompozit malzeme ile karşılaştırıldığında sırasıyla %43 ile %389,82'den 512,09 J / m²'ye ve %47 ile 401,38'den 545,34 J / m²'ye yükseldi. SEM gözlemi, kırılma tokluğunun GF / EP'nin kırılma yüzeyini iyileştirdiğini açıklayan başlangıç delaminasyonu sırasında liflerin çekildiğine işaret etti (Nguyen ve ark., 2018).



3.KIRILMA MEKANİĞİ

3.1.Giriş

Kırılma, gerilme etkisinde bir numunenin iki veya daha fazla parçaya bölünmesi veya ayrılmasıdır. Bu olayı, bir çatlakın öncülük etmesi ve gelişmesi olarak iki bölümde incelenir.

Gerilme altında yapılarda hasar, en genel manada akma veya kırılmayla olur. Bir maddenin yapısındaki hatalar iki tür hasar için de önem taşır ayrıca aralarında önemli farklar da vardır. Akmanın sebep olduğu hasarda dikkate alınması gereken hatalar, kristal kafesi düzlemlerinin daimiliği bozan ve dislokasyon hareketlerini durduran hatalardır. Bu da metallerdeki mukavemet artışı için gerekli olaylardır.

Kırılmayla meydana gelen hasarda dikkat edilmesi gereken kusurlar ise makroskobik boyuttadır, çünkü genel bir plastik deformasyon değil, kusurlarla ilişkili olan yerel gerilme-şekil değiştirme alanları söz konusudur. Örneğin malzeme yapısındaki boşluklar, kaynak hataları ve yorulma çatlakları gibi.

Kırılma genel manada iki biçimde oluşur; sünek kırılma ve gevrek kırılma. Sünek kırılma, çatlak ilerlemesi öncesinde ve sırasında önemli ölçüde plastik deformasyonla karakterize edilir. Kırılma yüzeylerinde de bu plastik deformasyon gözlenir. Gevrek kırılma, hızlı bir çatlak ilerlemesi ve mikrodeformasyonla karakterize edilir. Gevrek kırılmaya eğilim, azalan sıcaklık hızı, artan deformasyon hızı ve genellikle bir çentiğin yol açtığı üç eksenli gerilme durumlarında artar. Gevrek kırılma önceden uyardıktan oluştuğundan ve genellikle büyük felaketlerle sonuçlandığından istenmeyen ve mutlaka önlenmesi gereken bir kırılma türüdür. İdeal kusursuz bir kristalin bağ mukavemeti, teorik olarak onun kırılma mukavemetine eşittir. Kırılma mekaniğinin amacı ise, çatlaklar, çentikler ve delikler gibi gerilme yoğunluğunu artıran hataları inceleyerek gerçek problemlere çözüm aramaktır. Kırılma mekaniği hemen hemen tümüyle kırılmayla belirlenen hasarları inceler. Kırılmayla ilgili bir problemin ilk analizi Griffith tarafından camlardaki 17 çatlakların gevrek ilerleyişinin izlenmesiyle gerçekleştirilmiştir. Griffith basit bir enerji dengesi öngörmüştür, gerilme altındaki bir sistemde çatlak ilerledikçe elastik şekil değiştirme enerjisinde bir azalma olur, ki bu enerji de yeni çatlak yüzeylerinin oluşması için gerekli olan enerjidir.

Genel olarak, malzemenin genişliği ve çatlak civarındaki düzlem ölçüleri plastik bölgeye göre yeterince büyükse, büyüme başladığındaki gerilme şiddet faktörü (K) değeri sabittir ve bu onun minimum değeridir. Bu tanım düzlem şekil değiştirme tokluk faktörü olarak adlandırılır ve malzemenin K_{IC} değeridir. K_{IC} özellikle malzeme seçiminde

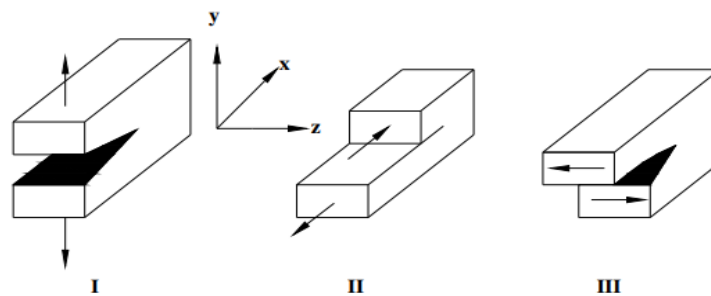
önemli bir faktördür çünkü tokluğun diğer ölçülerinden farklı olarak malzemenin şeklinden bağımsızdır. Yine Irwin sonraki çalışmalarında kırılma mekaniğinde çığır açmış, enerji yaklaşımının gerilme yoğunluğu ile eşdeğer olduğunu bulmuştur. Buradan gerilme şiddet faktörü (GŞF) diye tanımlanan K diye yeni bir malzeme özelliği tanımlamıştır. Gerilme şiddet faktörü K , çatlak civarında gerilme alanını belirleyen bir parametre olup, bu faktör malzemenin geometrik hali, yükleme şekli, çatlağın yeri ve oryantasyonuna bağlıdır. Buna göre çatlak ucunda gerilme dağılımı kritik bir değere ulaştığında kırılma oluşur. Böylece kritik gerilme şiddet faktörü veya yoğunluğu, K_c ortaya çıkmıştır.

Gerilme (G) ve K 'nin eşdeğerliliği Lineer Elastik Kırılma Mekaniğine (LEKM) temel oluşturmuştur. Çünkü tüm malzemeler için, bir çatlak ucunun etrafındaki ve yakınındaki gerilme dağılımı durumu her zaman aynıdır. Dolayısıyla K_c 'nin bilinmesiyle gerçek yapılarda ve belirli şartlar altında malzemede hangi hatalara izin verilebileceği saptanabilir. Ayrıca bu yaklaşımla yapılan deneyler sonucunda malzemelerin çatlak ilerleyişi veya gerilmeli korozyon çatlama gibi hassasiyetleri de bir dereceye kadar tahmin edilebilir.

LEKM, çatlak ucunda sınırlı plastik deformasyonun olduğu durumlarda geçerli olduğundan, çatlak ucunda önemli ölçüde plastik deformasyon söz konusu olduğunda Elastik Plastik Kırılma Mekaniği (EPKM) devreye girer. EPKM de, Wells'in çatlak açılması (CTOD) üzerine yaptığı çalışmalarla başlar (Oğuz, 1996).

3.2. Lineer Elastik Kırılma Mekaniği

Elastik cisimlerde çatlağın gerilme analizini yapabilmek için çatlak yüzeyinin bağıl hareketinin bilinmesi gerekir. Çatlak ilerleme davranışı üç tipte görülür. Bu üç tipten birini, ikisini veya üçünü de içerebilir. Şekil 3.1'de üç tip davranış görülmektedir.



Şekil 3.1: Çatlak ilerleme modları: (I): Açılma modu, (II): Kayma modu, (III): Yırtılma modu

Tip I, en çok görülen ve diğerlerine göre daha kritik olan açılma modudur. İki kırılma yüzeyi birbirine zıt yönde ve birbirine dik olarak ayrılır. II. tip kayma modunda, çatlak yüzeyleri x-z düzlemi üzerinde zıt yönde hareket ederler. III. Tip yırtılma modunda ise çatlak x-y ve x-z düzlemlerine göre ters simetrik olarak ilerler. İki kırılma yüzeyi birbirine göre çatlak önündeki bir doğru ile paralel yönde kayarlar.

İzotropik malzemelerde çatlak ucu civarında oluşan gerilme deformasyonları Irwin tarafından bulunmuştur (Irwin, 1957). Daha önce de anlatıldığı gibi K, elastik gerilme alanının büyüklüğünü gösteren bir sabittir ve GŞF olarak adlandırılır. Boyutsal analizler, K'nın gerilmeyle doğrusal olarak, karakteristik bir uzunluğun da kareköküyle ilişkili olduğunu göstermiştir. Bu karakteristik uzunluk, çatlak boyudur ve gerilme şiddet faktörü;

$$K = \sigma\sqrt{\pi a}f(a/W) \quad (3.1)$$

şeklinde verilir. Burada $f(a/W)$, numunenin ve çatlağın geometrilerine bağlı boyutsuz bir parametredir. Çatlak ucundaki GŞF, sonsuz genişlikteki bir numunede, her üç mod için aşağıdaki gibi verilmiştir.

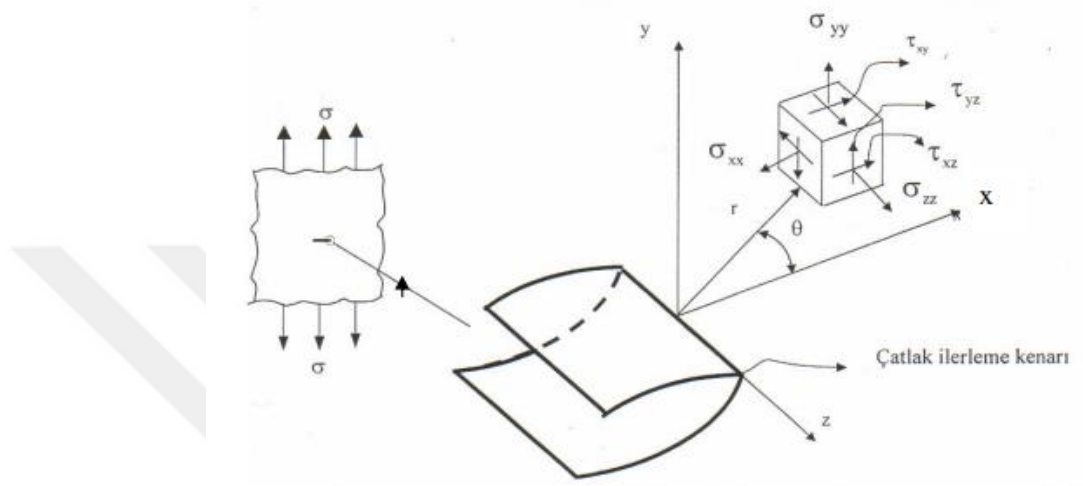
Burada, K_I , K_{II} ve K_{III} sırasıyla Mod I, Mod II ve Mod III' e göre GŞF dir. Mod I çatlak ucu gerilme bölgeleri dağılımı ve koordinat sistemi gösterimi Şekil 3.2' deki gibidir.

$$K_I = \sigma_I\sqrt{\pi a}, \quad K_{II} = \tau_{II}\sqrt{\pi a}, \quad K_{III} = \tau_{III}\sqrt{\pi a} \quad (3.2)$$

Çatlak ucundaki gerilmeler denklem 3.3' deki gibidir;

$$\begin{aligned} \sigma_{xx} &= \frac{KI}{(2\pi r)^{1/2}} \cos \frac{\theta}{2} \left(1 - \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right) \\ \sigma_{yy} &= \frac{KI}{(2\pi r)^{1/2}} \cos \frac{\theta}{2} \left(1 + \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right) \\ \tau_{xx} &= \frac{KI}{(2\pi r)^{1/2}} \left(\cos \frac{\theta}{2} \cos \frac{3\theta}{2} \sin \frac{\theta}{2} \right) \\ \sigma_{zz} &= \frac{KI}{(2\pi r)^{1/2}} \left(2\nu^* \cos \frac{\theta}{2} \right) \\ \tau_{yz} &= \tau_{zx} = 0 \end{aligned} \quad (3.3)$$

Şekil 3.2' deki gibi açılan çatlakın ucundan, r mesafesindeki noktadaki şekil değiştirmeleri aşağıdaki gibidir. Burada ν : poisson oranı, σ_{xx} : x eksenindeki gerilme değeri, σ_{yy} : y eksenindeki gerilme değeri ve σ_{zz} : z eksenindeki gerilme değeridir. K_I : Mod I için gerilme şiddet faktörü, E : Elastisite modülü ve θ : r ' nin x eksenine yaptığı açıdır. u , v , w ise sırası ile x, y, z eksenlerindeki yerdeğiştirmelerdir.



Şekil 3.2: Kompozit malzemelerde çatlak ucu gerilme dağılımı

$$\begin{aligned}
 u &= \frac{K_I}{E} \left(\frac{r}{2\pi} \right)^{\frac{1}{2}} (1 + \nu) \left[(2K - 1) \cos \frac{\theta}{2} - \cos \frac{3\theta}{2} \right] \\
 v &= \frac{K_I}{E} \left(\frac{r}{2\pi} \right)^{\frac{1}{2}} (1 + \nu) \left[(2K + 1) \sin \frac{\theta}{2} - \sin \frac{3\theta}{2} \right] \\
 w &= -\nu^* \frac{K_I}{E}
 \end{aligned} \tag{3.4}$$

$$\nu^* = \nu, K = \frac{(3-\nu)}{(1+\nu)} \quad (\text{Düzlem gerilme hali için})$$

$$\nu^* = 0, K = 3-4\nu \quad (\text{Düzlem şekil değiştirme hali için})$$

Mod II durumu için gerilmeri;

$$\begin{aligned}
 \sigma_{xx} &= \frac{KII}{(2\pi r)^{1/2}} \sin \frac{\theta}{2} \left(2 + \cos \frac{\theta}{2} \cos \frac{3\theta}{2} \right) \\
 \sigma_{yy} &= \frac{KII}{(2\pi r)^{1/2}} \sin \frac{\theta}{2} \cos \frac{\theta}{2} \cos \frac{3\theta}{2} \\
 \tau_{xz} &= \frac{KII}{(2\pi r)^{1/2}} \cos \frac{\theta}{2} \left[1 - \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right] \\
 \sigma_{zz} &= \nu (\sigma_{xx} + \sigma_{yy}) \\
 \tau_{yz} &= \tau_{zx} = 0
 \end{aligned} \tag{3.5}$$

Deplasmanlar denklem 3.6'da ki gibi bulunur;

$$\begin{aligned}
 u &= \frac{KII}{E} \left(\frac{r}{2\pi} \right)^{1/2} \sin \frac{\theta}{2} \left[2 - 2\nu \cos^2 \frac{\theta}{2} \right] \\
 v &= \frac{KII}{E} \left(\frac{r}{2\pi} \right)^{1/2} \cos \frac{\theta}{2} \left[-1 + 2\nu + \sin^2 \frac{\theta}{2} \right] \\
 w &= 0
 \end{aligned} \tag{3.6}$$

Mod III durumu için gerilmeler ve yerdeğiřtirmeler;

$$\begin{aligned}
 \tau_{xz} &= \frac{KIII}{(2\pi r)^{1/2}} \sin \frac{\theta}{2} \\
 \sigma_{yz} &= \frac{KIII}{(2\pi r)^{1/2}} \cos \frac{\theta}{2} \\
 \sigma_{xx} &= \sigma_{yy} = \sigma_{zz} = \tau_{xy} = 0 \\
 u &= v = 0 \\
 w &= \frac{KIII}{E} \left[\frac{2r}{\pi} \right]^{1/2} \sin \frac{\theta}{2}
 \end{aligned} \tag{3.7}$$

bulunur.

3.2.1 Düzlem gerilme ve düzlem şekil değiştirme

Çatlak içeren bir numune gerilmeye maruz kaldığında çatlak geometrisi nedeniyle üç eksenli gerilmeler oluşur. Ancak çok ince numunede (levha şeklinde) x ve y yönlerinde gerilmeler mevcutken z, yani kalınlık yönünde gerilme yoktur ($\sigma_z = 0$) çünkü bu yön serbesttir. Böyle bir geometride gerilmeler iki eksenli (düzlemsel) olduğundan düzlem gerilme hali söz konusudur.

Kalın numunelerde numune yüzeylerinde yine düzlem gerilme hali söz konusudur ve numune üç boyutta deformasyona uğrar. z yönünde numune içine ilerledikçe üç eksenli gerilmeler ortaya çıkar. Ancak bu defa şekil değiştirme iki boyutludur; numune x-y düzleminde şekil değiştirir. Bunun da nedeni, numune içine ilerledikçe malzeme, z eksenini boyunca kendini çevreleyen malzeme tarafından tutulur ve z yönünde deformasyonu engellenir ($\epsilon_z = 0$). Bu durumda da düzlem şekil değiştirme hali söz konusudur.

3.2.2 Numune geometrisine göre gerilme şiddet faktörünün değerleri

Numune geometrisine göre gerilme şiddet faktörleri değişiklik gösterir. Bazı numune geometrileri için GŞF değerini veren ifadeler araştırmacılar tarafından çıkarılmıştır. Bunlardan bazıları aşağıda verilmiştir.

3.2.2.1. Bir levhada kalınlık boyunca çatlak

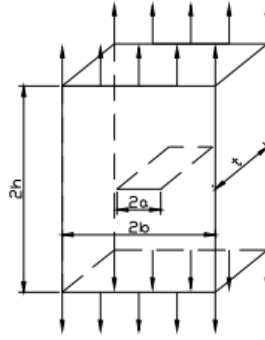
Şekil 3.3' te görüldüğü gibi 2a uzunluğunda bir çatlak içeren sonsuz genişlikteki bir levha, σ gibi düzgün bir gerilmeye maruz kalmış ise GŞF ifadesi;

$$K_I = \sigma_I \sqrt{\pi a} \quad (3.8)$$

bağıntısıyla verilir. Genişliği w olan bir levha ise şekil faktörü kullanıldığında ifade

$$K_I = \sigma_I \sqrt{\pi a \left[\frac{w}{\pi a} \tan \left(\frac{\pi a}{w} \right) \right]} \quad (3.9)$$

halini alır (Paris ve Sih, 1965).



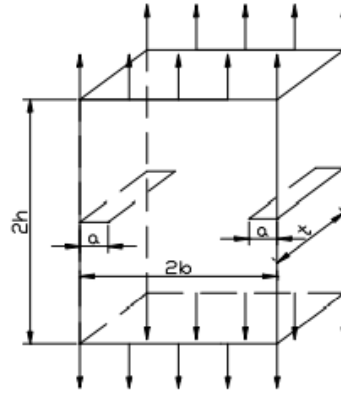
Şekil 3.3: Bir levhada kalınlık boyunca çatlak

3.2.2.2. Çift kenar çatlağı

Düzgün çekmeye maruz çift kenar çatlaklı bir numunede gerilme şiddet faktörü aşağıdaki gibidir (Anderson, 2017).

$$K_I = 1.21\sigma\sqrt{\pi a} \quad (3.10)$$

Burada 1.12 katsayısı kenar çatlakları için serbest yüzey düzeltme katsayısıdır. Şekil 3.4' te çift kenar çatlağı verilmiştir.



Şekil 4.4: Çift kenar çatlağı

Kalınlık boyunca çatlakta verilen tanjant düzeltme faktörü çift kenar çatlağına da uygulanırsa gerilme şiddet faktörü daha hassas elde edilebilir.

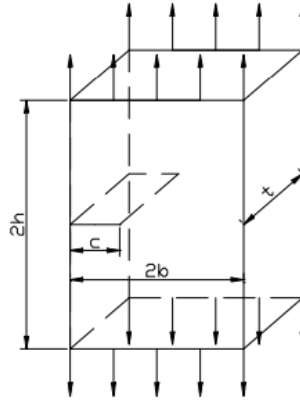
3.2.2.3. Tek kenar çatlağı

Tek kenar çatlağı için gerilme şiddet faktörü, çift kenar çatlağı ifadesinden çıkarılmıştır. Burada ayrıca çatlağın tek taraflı olması sebebiyle eğilme etkisi de göz önünde bulundurulur (Şekil 3.5).

Tek kenar çatlaklı levhalar için düzeltme faktörü de eklenerek GŞF aşağıdaki şekli alır.

$$K_I = \sigma \sqrt{\pi a} \cdot f\left(\frac{a}{w}\right) \quad (3.11)$$

f (a / w) faktörü a / w değerine bağlı olarak 1.15-2.86 arasında değişmektedir.



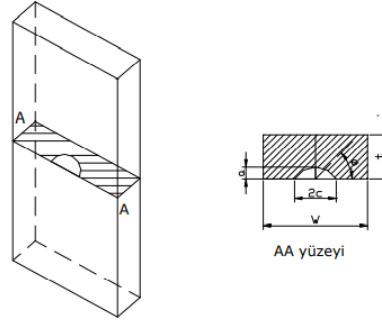
Şekil 3.5 Tek kenar çatlağı

3.2.3 Eliptik yüzey çatlağı analizi

Bir levhada yüzey çatlağından dolayı oluşan gerilme şiddet faktörü levhanın kalınlığına, levhanın genişliğine, çatlağın derinliğine ve çatlağın uzunluğuna bağlı olduğu gibi, çatlağın kenarını süpüren merkez açısına da bağlıdır. Çatlak ilerlemesi, hem çatlak boyunca, hem de çatlak derinliği boyunca olmaktadır. Çekme yükü altında izotropik malzemelerde yarı eliptik bir çatlağın, ilerlemesi de yarı eliptik olarak kabul edilmektedir. (Şekil 3.6)

Irwin çekme gerilmesi etkisi altında yüzey çatlağında oluşan GŞF değerlerini aşağıdaki gibi ifade etmiştir.

$$K_I = \frac{\sigma \sqrt{\pi a}}{E_K} \cdot \left[1 - \left(1 - \frac{a^2}{c^2} \right) \cos^2 \phi \right]^{\frac{1}{4}} \quad (3.12)$$



Şekil 3.6 Yüzey çatlak geometrisi (Lin ve Smith, 1999)

Burada;

$$E_K = \int_0^{\frac{\pi}{2}} \left[1 - \left(1 - \frac{a^2}{c^2} \right) \sin^2 \theta \right]^{\frac{1}{4}} d\theta \quad (3.13)$$

Olup ikinci tür komple eliptik integraldir. σ normal gerilme, a ve c çatlak boyutlarıdır.

3.3. Elastik-Plastik Kırılma Mekanikliği

Lineer elastik kırılma mekanikliği (LEKM) sadece çatlak ucu etrafında küçük bir bölge ile sınırlandırılan lineer olmayan bir malzeme şekil değişiminde geçerlidir. Pek çok malzemede kırılma davranışı LEKM ile modellemek imkânsızdır ve alternatif kırılma metodları gerekmektedir.

Elastik-Plastik kırılma mekanikliği zamana bağlı lineer olmayan davranış (plastik deformasyon) gösteren malzemelerde uygulanır. Elastik-plastik davranışı karakterize eden parametrelerden biri çatlak ucu açılma miktarı (crack tip opening, CTOD), diğeri ise J-integraldir. CTOD ve J-integralin kritik değeri, boyuttan bağımsız kırılma tokluğu ölçümü ve büyük miktardaki çatlak ucu plastik davranışı verir (Ekrem, 2006).

3.3.1.Çatlak ucu açılma miktarı (CTOD) metodu

Yapısal çeliklerin K_{Ic} değerlerini ölçmeye çalışan Wells bu malzemelerin LEKM ile karakterize edilemeyecek kadar tok olduğunu görür. Yüksek tokluk tasarımcılar tarafından istenmemektedir. Fakat deneysel sonuçlarla elde edilen kırılma mekaniği teorisi bu malzeme grubuna uygulanmamaktadır. Kırılan test numunelerine bakıldığında, çatlak yüzeyinin kırılma öncesinde hareket ettiğini plastik deformasyonun keskin çatlağı körelttiğini Şekil 3.7’de görebiliriz. Bu gözlem sonucunda Wells çatlak ucu açılma miktarını kırılma tokluğunun ölçüsünü yapmıştır. Bu parametre CTOD olarak bilinmektedir.



Şekil 3.7 Çatlak ucu açılma miktarı

Wells çalışmasında CTOD’u gerilme şiddet faktörü ile düşük ölçekli akmanın limitinde ilişkilendirmiştir. Küçük plastik bölgesi olan Şekil 3.8’deki gibi bir çatlak düşünelim. Irwin çatlağın ucundaki plastikliğin sanki çatlak daha uzunmuş gibi davranmasına sebep olduğunu göstermiştir. Dolayısıyla CTOD’u yer değiştirmeyi fiziksel çatlak ucunda çözerek tahmin edebiliriz. Burada $a + r_y$ çatlak uzunluğu kabulü yapılır.

$$CTOD/2 = \frac{K + 1}{2\mu} K_I \sqrt{\frac{r_y}{2\Omega}} \quad (3.14)$$

Ve Irwin plastik bölge düzlem gerilme için;

$$r_y = \frac{1}{2\pi} \left(\frac{K_I}{\sigma_{ys}} \right)^2 \quad (3.15)$$

denklem 3.15 denklem 3.14 de yerine konulursa

$$CTOD = \frac{4 K_I^2}{\pi \sigma_{ys} E} \quad (3.16)$$

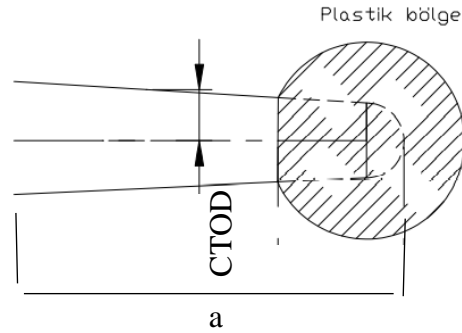
bulunur Irwin'in dairesel plastik zon analizi yardımıyla elde edilen bu çatlak ucu açılması ifadesi Dugdale tarafından;

$$CTOD = \frac{K_I^2}{E \sigma_{ys}} \quad (3.17)$$

Şeklinde verilmiştir. Burdekin ve Stone'un Dugdale analizi yardımıyla elde ettikleri ifade ise;

$$CTOD = \frac{8a\sigma_{ys}}{\pi E} \ln \sec \left(\frac{\pi \sigma}{2\sigma_{ys}} \right) \quad (3.18)$$

şeklindedir. Birimi uzunluktur. Sonuçta Wells LEKM'nin uygulanamadığı yerlerde çatlak ucunu karakterize edebilmek için CTOD'un uygun bir yol olduğunu söylemiştir. Bu kabul CTOD ve J integrali arasındaki ilişki gösterildikten sonra doğrulanmıştır.



Şekil 3.8 Irwin plastik bölge düzeltilmesindeki geçerli çatlak yer değiştirmesi

3.3.2. J-İntegral metodu

J integrali lineer olmayan malzemeler yani plastik deformasyon gösteren malzemeler için kırılmayı karakterize eden parametre olarak kullanılır. Elastik-plastik deformasyon, lineer olmayan elastik olarak idealize edilir. LEKM limitlerinin doğrulandığı sınırlarda bu konunun temellenmesini sağlamıştır. J integrali elastik-plastik malzemede, çatlak ucundaki gerilme- gerinim alanının şiddetini belirleyen bir parametredir. K'nın oynadığı role benzer şekilde kırılma olayını kontrol eden bir parametre olmaktadır. J integral kavramı da enerji dengesinin kurulması esasına dayanmaktadır. Enerji dengesi şöyle yazılmaktadır.

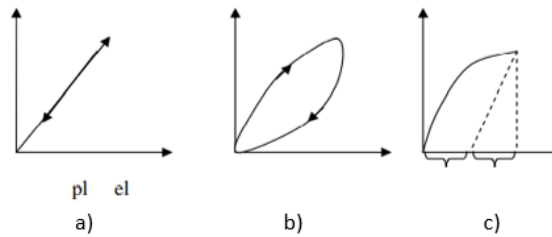
$$U = U_0 + U_a + U_\gamma - F \quad (3.19)$$

şeklinde verilir. Burada U_0 , yüklenmiş fakat çatlak içermeyen levhanın elastik enerjisi, U_a , çatlağın oluşmasıyla elastik şekil değiştirme enerjisindeki değişim, U_γ , elastik yüzey enerjisindeki değişim, F ise dış kuvvetin oluşturduğu enerjidir. J integrali;

1) Lineer elastik davranışı için gerinim yük boşalmasına eşittir. $J=G$ olur. (Şekil 3.9 a)

2) Lineer olması şart değil, elastik davranış göstermesi yeterli kabul edilir. Bu durumda da $J=G$ olur. (Şekil 3.9 b)

3) Hatta elastik davranış göstermesi de şart değildir. Yeter ki elde edilen kuvvet-yer değiştirme eğrisi elastik davranış halinde edilen eğriye benzesin. (Elasto-plastik davranış) (Şekil 3.9 c) Her üç durumda da denklem 3.19 bağıntısı geçerlidir.



Şekil 3.9 Elastik davranış diyagramları

Potansiyel enerji;

$$U_p = U_0 + U_a - F \quad (3.20)$$

şeklinde ifade edilir. Yani;

$$U = U_p + U_\gamma \quad (3.21)$$

olur. Burada U_0 sabittir.

$$\frac{dU_p}{da} = \frac{d}{da}(U_a - F) = -\frac{d}{da}(F - U_a) \quad (3.22)$$

olur ve tanım olarak;

$$J = -\frac{dU_p}{da} \quad (3.23)$$

verilmiştir. Burada U_p , çatlakın ilerlemesi için mevcut enerji, J ise potansiyel enerjideki değişimdir. Açığa çıkan bu enerji yeni yüzey oluşturmada kullanılır. J diğer bir ifade ile elastik-plastik şekil değiştirme enerjisinin boşalma hızı olarak kabul edilir. Bu değer kritik değere ulaşması halinde çatlak yayılır. Bu durumda J_c , lineer elastik durumundaki G_c 'nin bir benzeri ya da eşdeğeri olmaktadır.

J integral metodu ile hem elastik hem de plastik davranış gösteren malzemelerin kırılma tokluğu ifade edilir. J 'nin birimi N/m dir. Elastik-plastik davranışta J -integral aşağıdaki şekilde ifade edilir.

$$J_{IC} = \frac{1}{B} \frac{dU}{d(2a)} \quad (3.24)$$

Burada, U enerji değişimidir. J -integrali belli bir kritik değere ulaşınca (J_{IC} ve J_{IIC}) kararlı olmayan çatlak büyümesi başlar. Çatlak ilerlemeye başladığında potansiyel enerjide değişim olur.

Ortasında çatlak bulunan çatlaksız numunelerinde Şekil 3.10 da çentikli ve çentiksiz malzemenin yük-yer değiştirme grafiği verilmiştir. J-integralin tespitinde şu yol izlenir; çentikli malzemenin yük –yer değiştirme eğrisi (P- δ) altında kalan alan (A_t), aynı yükle yüklenmiş çentiksiz malzemenin P- δ grafiği altındaki alan (A_u) çıkarılır. Buradan elde edilen değer aşağıdaki formüle konularak kritik J-integral (J_{IC}) değeri Mod I ile bulunur.

$$J_{IC} = K_{II}^2 \left[\left(\frac{a_{22}a_{11}}{2} \right)^{\frac{1}{2}} \left[\left(\frac{a_{11}}{a_{22}} \right)^{\frac{1}{2}} + \left(\frac{a_{66}+2a_{21}}{2a_{22}} \right) \right]^{\frac{1}{2}} \right] + \frac{2(A_t+A_u)}{B(W-2a)} \quad (3.25)$$

Mod II için J nin değeri

$$J_{III} = K_{III}^2 \left[\left(\frac{a_{11}}{\sqrt{2}} \right) \left[\left(\frac{a_{22}}{a_{11}} \right)^{\frac{1}{2}} + \left(\frac{a_{66}+2a_{12}}{2a_{12}} \right) \right]^{\frac{1}{2}} \right] + \frac{2(A_t+A_u)}{B(W-2a)} \quad (3.26)$$

plastik malzemeler için hesaplanır. Denklem 3.25 ve 3.26 da hesaplanan K_{IC} ve K_{III} yerlerine konularak çözüme ulaşılır. Burada, toplam J değerleri de aşağıdaki formülden hesaplanabilir.

$$J_c = J_I + J_u \quad (3.27)$$

Burada

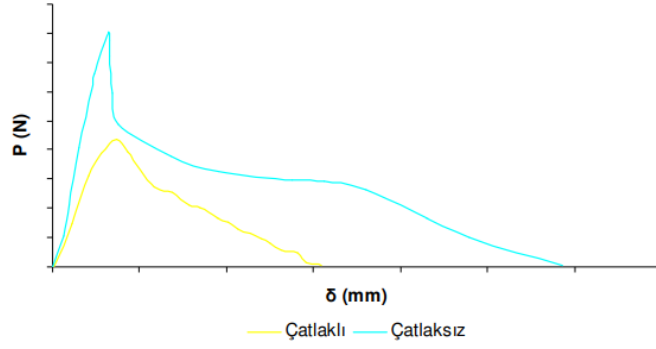
$$a_{11} = 1/E_1$$

$$a_{22} = 1/E_2$$

$$a_{21} = a_{12} = -\frac{\nu_{12}}{E_1}$$

$$a_{66} = 1/G_{12}$$

buradan hesaplanır. E_1 ve E_2 : x ve y yönlerindeki elastiklik modülü, ν_{12} ve ν_{21} : x ve y yönlerindeki Poisson oranları, G_{12} : x yönündeki kayma modülüdür.



Şekil 3.10 Çentikli ve çentiksiz numunenin kuvvet-deplasman grafiği

4.4. Gerilme Şiddet Faktörü Değişimi (K)

Bu çalışmada, deneylerindeki GŞF değişimi değerleri ASTM 647 standardı kullanılarak aşağıdaki formüllerle hesaplanmıştır.

$$\alpha = 2a/w \quad 2a/w < 95$$

olmak şartıyla θ_0 için K değeri aşağıda verilmiştir.

$$K = \left(\frac{P}{B}\right) \left(\sqrt{\frac{\pi a}{2w} \sec\left(\frac{\pi a}{2}\right)}\right) \quad (3.28)$$

Burada P : uygulanan yükü, 2a : çatlak boyu, w : malzeme genişliği, B : malzeme kalınlığını ifade etmektedir.

Açılı çatlaklarda mod I ve mod II durumu olduğundan GŞF değişimleri K_I ve K_{II} aşağıdaki formüllerle hesaplanmıştır.

$$K_I = \cos^2 \theta \left(\frac{P}{B}\right) \left(\sqrt{\frac{\pi a}{2w} \sec\left(\frac{\pi a}{2}\right)}\right) \quad (3.29)$$

$$K_{II} = \left(\frac{\sin^2 \theta}{2}\right) \left(\frac{P}{B}\right) \left(\sqrt{\frac{\pi a}{2w} \sec\left(\frac{\pi a}{2}\right)}\right) \quad (3.30)$$

Burada θ çatlağın yatay eksenle yaptığı açığı ifade etmektedir.

Bunun yanı sıra başlangıç çatlak derinliği metodu kullanılarak K_I ve K_{II} aşağıdaki formüllerle de hesaplanabilir.

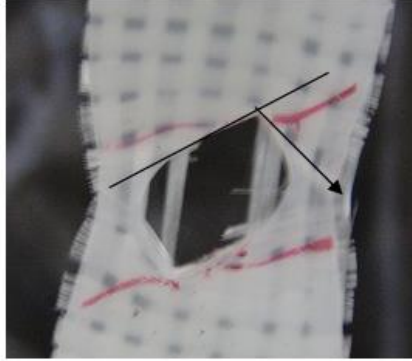
$$K_I = (\cos^2 \theta) \sigma \sqrt{\pi a F_1} \quad (3.31)$$

$$K_{II} = \left(\frac{\sin 2\theta}{2} \right) \sigma \sqrt{\pi a F_1} \quad (3.32)$$

Burada σ : numunede meydana gelen çekme gerilmesidir. F_1 ise aşağıdaki formül kullanılarak hesaplanabilir.

$$F_1 = \sqrt{\sec\left(\frac{\pi a}{W}\right) \cdot \left[1 - 0,025 \left(\frac{2a}{W}\right)^2 + 0,06 \left(\frac{2a}{W}\right)^4 \right]} \quad (3.33)$$

Deneyler sonucunda bulunan GŞF değişimleri K_I ve K_{II} 'nin bir malzeme sabiti olarak kullanılabilmesi için eşdeğer bir K bulunması gereklidir. Bunun için Nalla R.K. ve ark.'nın (2002) yaptıkları çalışmada kullandıkları yöntem kullanılabilir. Bu yöntemde kink olayı dikkate alınarak GŞF değişim değerleri hesaplanmıştır. Kink: çatlak ilerlemesinin çatlak doğrultusunda gelişmeyip, herhangi bir α açısı kadar başka bir doğrultuda çatlağın ilerlemesi olayıdır (Şekil 3.11). Bu yön değiştirme çatlak doğrultusuna $\pm\alpha$ açısı kadar farklı yönlerde oluşabilir.



Şekil 3.11 45° açılı çatlaklı numunede kink olayı (Ekrem, 2006)

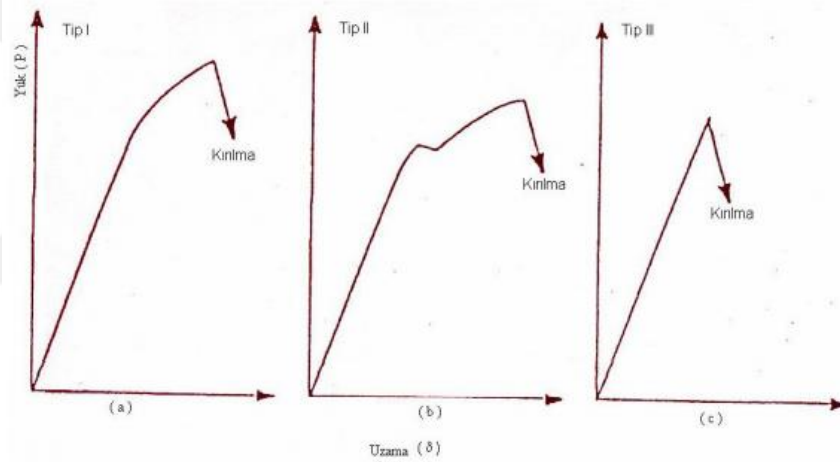
$$\begin{aligned} K_{Ie\theta} &= c_{11}K_I + c_{12}K_{II} \\ K_{IIe\theta} &= c_{21}K_I + c_{22}K_{II} \end{aligned} \quad (3.34)$$

Burada c_{ij} : kink açısı olan α 'nın sole fonksiyonlarıdır. $c_{11} = c_{22} = \cos \alpha$ ve $c_{12} = c_{21} = \sin \alpha$ olarak varsayılırsa;

$$\begin{aligned}
K_{Ie\delta} &= \cos \alpha K_I + \sin \alpha K_{II} \\
K_{IIe\delta} &= \sin \alpha K_I + \cos \alpha K_{II} \\
K_{e\delta} &= \sqrt{K_{Ie\delta}^2 + K_{IIe\delta}^2}
\end{aligned}
\tag{3.35}$$

eşitlikleri elde edilebilir. Burada $K_{Ie\delta}$: mod I' e göre düzeltilmiş eşdeğer GŞF değişimini, $K_{IIe\delta}$: mod II' ye göre düzeltilmiş eşdeğer GŞF değişimini, $K_{e\delta}$: bileşik mod' da ki toplam eşdeğer GŞF değişimini ifade etmektedir.

Yük-Uzama diyagramları malzemenin cinsine göre çeşitli şekillerde olabilir. Görülebilecek üç ana tip Şekil 3.12' de verilmiştir.



Şekil 4.12 Çekme deneyinden elde edilebilecek üç ana tip diyagram

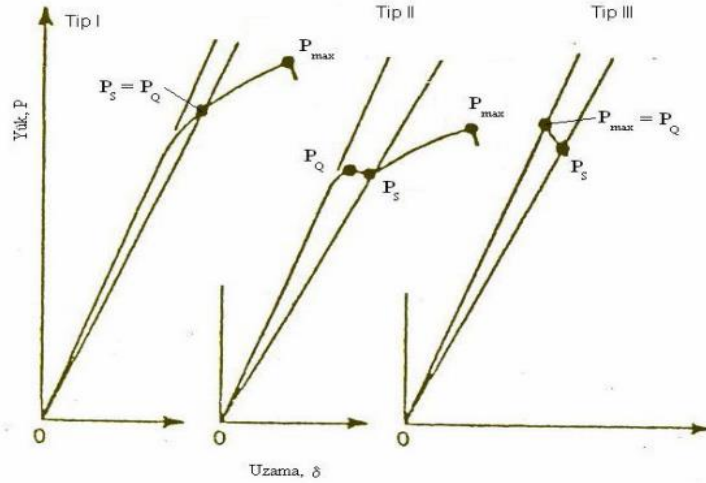
- Plastik deformasyon sonucu kararlı çatlak ilerleyişini tanımlayan I. Tip
- Kısa bir ani çatlak ilerleyişini ve sonrasında kararlı çatlak ilerleyişini tanımlayan II. Tip
- Tümüyle elastik olarak davranan bir malzemenin kararsız çatlak ilerleyişini tanımlayan III. Tip

Yük-Uzama diyagramlarından görüldüğü gibi, başlangıçta uzama (δ), yük (P) ile lineer olarak artar. Birçok durumda gittikçe artan bir lineerlikten sapma bunu izler veya ani bir çatlak ilerlemesi ve durmasını yine lineer olmayan davranış izler (Tip I ve Tip II). Bu lineer olmayan davranışın nedeni, ani kırılmadan önceki plastik deformasyon ve

kararlı çatlak ilerlemesidir. Eğer malzeme hemen hemen ideal elastik gibi davranırsa (buna çok nadir rastlanır) Şekil 3.12c' deki gibi bir diyagram elde edilir.

K_{IC} ' ye karşılık gelen yükü saptamak için Şekil 3.13' de görüldüğü gibi lineer bölgenin eğiminden %5 daha az eğimli bir doğru, O orijininden başlayarak çizilir. Bu doğrunun deney eğrisini kestiği yere karşılık gelen yük P_S olarak kaydedilir. P_Q ise K_{IC} hesabında kullanılacak yüküdür. P_Q ' nun saptanması aşağıdaki gibi gerçekleştirilir;

- i) Yük-uzama diyagramında P_S ' den önce gelen ve P_S ' den daha büyük bir yük yoksa $P_S = P_Q$ olarak alınır (Tip I).
- ii) Eğer diyagramda P_S ' den önce gelen ve P_S ' den büyük bir yük değeri varsa, o yük değeri doğrudan P_Q olarak alınır (Tip II ve Tip III).



Şekil 3.13 P_S ve P_Q değerlerinin yük-uzama diyagramları üzerinden saptanması

Gerilme şiddet faktörü (K_I) değeri kritik gerilme şiddet faktörü (K_{IC}) değerlerine eşit veya bu değeri aştığında malzemede gevrek kırılma oluşur. Yük-uzama diyagramında P_S ' den önce gelen ve P_S ' den daha büyük bir yük yoksa $P_S = P_Q$ olarak alındığında Tip I olur. Denklem 3.36. P değeri yerine P_Q değeri yazıldığında denklem 3.36 elde edilir ve bu denklem yardımıyla kritik gerilme şiddet faktörü (K_{IC}) değeri elde edilir. Eğer diyagramda P_S ' den önce gelen ve P_S ' den büyük bir yük değeri varsa, o yük değeri doğrudan P_Q olarak alınırsa Tip II ve Tip III için kritik gerilme şiddet faktörü değeri ise denklem 3.37 deki gibi elde edilir.

Buradaki hesaplamalarda $P_{\max}/P_Q < 1,1$ olduğunda deney geçerli sayılır. Denklem 3.29 ve 3.30' da P_Q değeri yerine yazılarak K_{IC} ve K_{IIC} aşağıdaki gibi elde edilir.

$$K_{IC} = \cos^2 \theta \left(\frac{P_Q}{B} \right) \left(\sqrt{\left(\frac{\pi a}{2w} \right) \sec \left(\frac{\pi a}{2} \right)} \right) \quad (3.37)$$

$$K_{IIC} = \frac{\sin 2\theta}{2} \left(\frac{P_Q}{B} \right) \left(\sqrt{\left(\frac{\pi a}{2w} \right) \sec \left(\frac{\pi a}{2} \right)} \right) \quad (3.38)$$

4. MATERYAL VE YÖNTEM

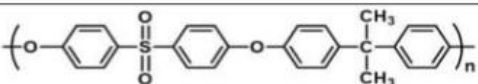
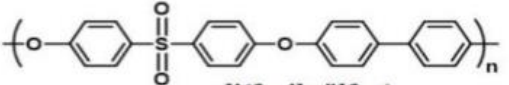
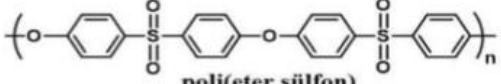
4.1. Polisülfon Nanoelyaf Üretimi

4.1.1. Kullanılan kimyasal maddeler

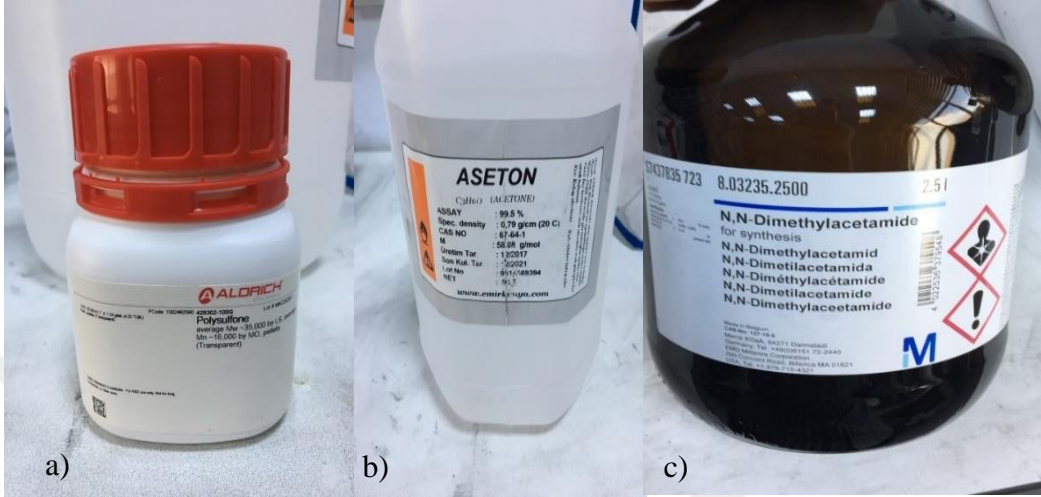
Polisülfonlar tekrarlanan birimlerinde sülfon grubu bulunan polimerler olarak tanımlanırlar. Polisülfonlar alifatik ya da aromatik yapıdadır. Alifatik polisülfonlar olefinler ile kükürt dioksitin radikalik kopolimerizasyonu ile sentezlenmektedirler. Fakat fiziksel özelliklerinin yetersiz olmasından dolayı ispatlanmış önemli uygulamaları bulunmamaktadır. Günümüzde aromatik polisülfonlar yaygın kullanımlarından ötürü sadece polisülfon olarak adlandırılmaktadırlar. Bu tez çalışmasında ana zinciri aromatik yapıda olan polisülfonlardan bahsedilecektir. Polisülfonlar termal ve oksidatif dayanımları yüksek olan, iyi mekanik dayanım ve sağlamlık gösteren, yüksek camsı geçiş sıcaklığına sahip olan amorf termoplastiklerdir (Çizelge 4.1.). Bu polimerler tekrarlanan ünitelerinde bulunan para pozisyonundaki difenilsülfon grubunun varlığıyla karakterize edilirler (Ioan, 2015).

Mekanik, termal ve istenilen diğer özelliklere sahip olmasından dolayı bu polimerler oldukça geniş ve çeşitli ticari uygulamalara sahiptir. Herhangi bir polisülfonun ana zinciri sülfon, aril ve eter tekrarlanan birimlerinden meydana gelmektedir. Ayrıca temel tekrarlanan yapıda aril ve eter grupları da bulunur ki; bu grupların varlığı nedeniyle polisülfonların literatürde, poli(arileter sülfon), polieter sülfon veya poliarilsülfon şeklinde isimlendirilmesine de sıklıkla rastlanır (Van der Bruggen, 2009).

Çizelge 4.1. Ticari olarak bulunan polisülfonlar

Polisülfon yapısı	$T_g(^{\circ}\text{C})$	Ticari Adı (Şirket)
 <p>Polisülfon</p>	187	Udel (Solvay) Ultrason S (BASF)
 <p>poli(fenil sülfon)</p>	220	Radel (Solvay) Ultrason P (BASF)
 <p>poli(eter sülfon)</p>	225	Veradel (Solvay) Ultrason E (BASF)

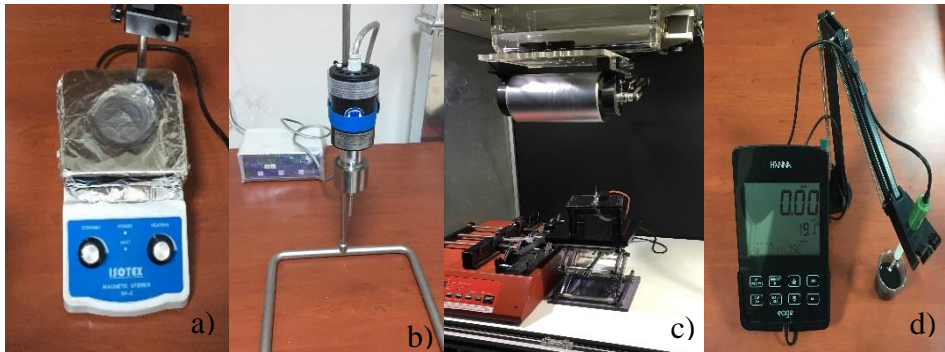
Çalışmada kullanılan polisülfon (PSU), aseton, dimetil asetamid (DMAC) malzemeleri global kimyasal ürün dağıtıcılarından (ALDRICH, Merck Millipore) tedarik edilmiş olup herhangi ek bir işleme tabi tutulmadan kullanılmıştır (Şekil 4.1.).



Şekil 4.1. Kullanılan kimyasal maddeler; a) PSU, b) aseton ve c) DMAC

4.1.2. Kullanılan cihazlar

Çözeltilerin karıştırılması için manyetik karıştırıcı, sıcaklık ölçümü için lazerli termometre, püskürtme işlemi için 10 mL'lik şırınga, toplayıcı olarak iletkenliği sağlamak için tanburun üzerine alüminyum folyo, elektro eğirme cihazı olarak NE 1600 ve dozaj pompası ise New Era, ultrasonic karıştırıcı Bandelin Electronic, pH ve iletkenlik ölçüm cihazı Hanna Edge, çekme cihazı olarak Shimadzu kullanılmıştır (Şekil 4.2.).



Şekil 4.2. a) Manyetik karıştırıcı, b) ultrasonik karıştırıcı, c) elektro eğirme cihazı ve d) pH ve iletkenlik ölçüm cihazı

4.1.2.1.Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

PSU nanoelyafların ve ÇCKNT ile güçlendirilmiş, PSU nanoelyafların deneysel aşamalardan sonra yapısal morfolojik özelliklerini incelemek amacıyla SEM ve TEM görüntüleri kullanılmıştır. SEM ve TEM görüntüleri, nanoelyafların; çapları, dağılımları ve ÇCKNT'lerin nanoelyaflar içerisinde homojen dağılımları, yüzey morfolojisinin değişimleri hakkında detaylı olarak tartışılmasını sağlamaktadır. Optik kolon, numune hücresi ve görüntüleme sistemi olmak üzere üç önemli bölümden oluşan, nanoelyafların ve üretilen nanokompozit levhaların yapısal ve yüzey morfolojisi hakkında bilgi sahibi olmak üzere yüzey ve yapısal görüntülerini aldığımız taramalı elektron mikroskobu ya da kısaltılmış şekliyle SEM cihazı görüntüsü Şekil 4.3'te verilmiştir. SEM görüntüleri Necmettin Erbakan Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi'nde bulunan Hitachi – SU 1510 cihazı ile 20 kV gerilimde elde edilmiştir. SEM numuneleri görüntü almak için 5.23 nm kalınlığında indiyum kaplanmıştır.



Şekil 4.3. Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

4.1.2.2.Eşzamanlı termogravimetrik analiz (TGA) ve diferansiyel termal analiz (DTA)

TGA (Termogravimetrik analiz) yöntemi ile polimer bazlı numunenin ısıl özellikleri analiz edilebilir. TGA testi sırasında bir numunenin kütlelerinin, numunenin sıcaklığına ve zamana göre değişimi, kontrollü atmosfer altında ölçülür. TGA testinin en sık kullanım amacı bir numunenin ısıl ve oksidatif dengesinin ölçülmesi ve bileşen özelliklerinin karakterize edilmesidir. TGA tekniği ile malzemenin bozunmasına, oksidasyonuna ya da bileşenlerinden uçucu moleküllerin kaybına bağlı olan kütledeki artış ya da azalış değerleri elde edilir. Özellikle polimer bazlı malzemeler için kullanılan önemli bir ısıl analiz yöntemidir. Diferansiyel termal analiz de (DTA) bir kimyasal sistem (örnek) ile inert bir referans bileşik (bu alüminyum, silisyum karbür veya cam parçacıklar olabilir) arasındaki sıcaklık farkı ölçülerek sistemin yuttuğu ısı gözlenir. DTA analizi, sıcaklık artışı ile malzemenin yuttuğu ve verdiği enerjiyi gösterir. DTA grafiğinin sol tarafındaki ilk pikten sonraki düşüşün başladığı noktadaki sıcaklık, camsı geçiş (T_g) sıcaklığını göstermektedir. Bu T_g değerinden sonra malzeme katılığını kaybeder. Sıcaklık arttıkça grafikte bir pik oluşur. Bu pik yukarı doğru ise endotermik reaksiyon olarak nitelenir ve malzeme hızla erimeye başlayarak enerji yutar. Eğer pik aşağı doğru ise bu reaksiyona da ekzotermik reaksiyon denir ve malzeme dışarıya enerji vermektedir. Bahsedilen pikin tepe noktası erime noktası sıcaklığını (T_m) göstermektedir. Ayrıca DTA grafiğindeki erimeyi gösteren bu pik bölgesindeki eğri altında kalan alan ölçülerek erime entalpisi hesaplanabilir. Bu çalışmada bu bilgiler göz önüne alınarak DTA grafiklerinin yorumlamaları yapılmıştır. Eşzamanlı termogravimetrik analiz (TGA) ve diferansiyel termal analiz (DTA) eşzamanlı bir teknik olup cihazı şekil 4.4' da gösterilmiştir. Cihazın ölçüm sıcaklığı 170 °C ile 1700 °C arasında olup ölçüm aralığı ise ± 200 mg' dir. Bu çalışmada, TGA ve DTA analizleri Selçuk Üniversitesi İleri Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi'nde bulunan Valitec cihazı ile elde edilmiştir (Şekil 4.4.). TGA ve DTA analizleri azot atmosferi altında, test sıcaklığı 25 °C'den 600 °C'ye kadar 10 C/dakika ısıtma hızıyla test edilmiştir.



Şekil 4.4. TGA ve DTA cihazı

4.1.2.3. Geçirimli elektron mikroskobu (TEM)

PSU nanoelyaf ve ağırlıkça farklı oranlardaki ÇCKNT ile güçlendirilmiş PSU nanoelyafra ait TEM görüntüleri Selçuk Üniversitesi İleri Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi'nde bulunan JEOL JEM-2100 (UHR) cihazı ile elde edilmiştir. TEM cihazının görüntüsü Şekil 4.5'de verilmiştir. TEM görüntüleri, nanoelyafların; çapları, dağılımları ve ÇCKNT'lerin nanoelyafra içerisinde homojen dağılımları hakkında detaylı olarak tartışılmasını sağlamaktadır.

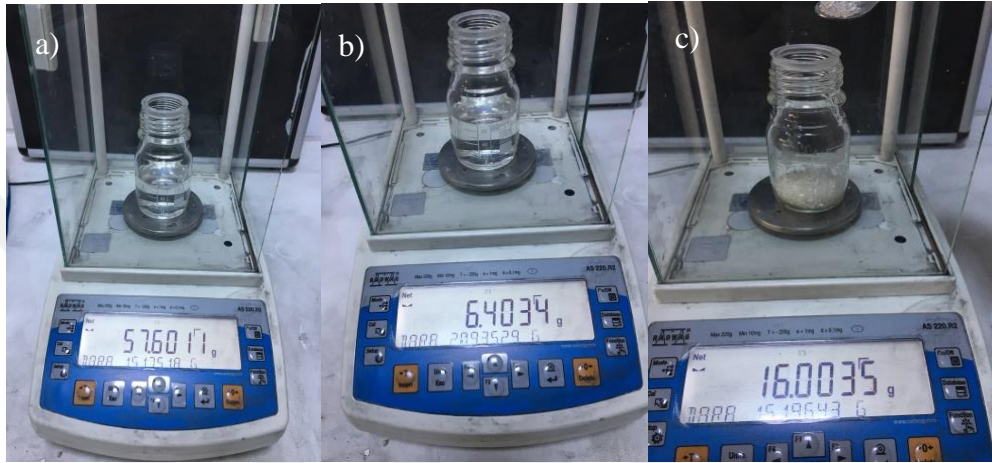


Şekil 4.5. Geçirimli elektron mikroskobu (TEM)

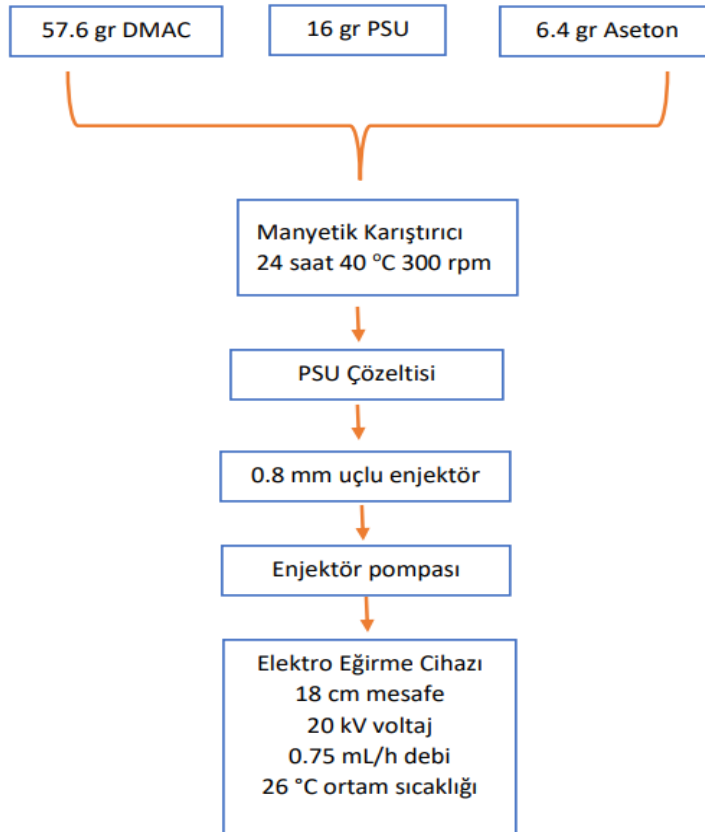
4.1.3. Elektro eğirme çözeltilerinin hazırlanması

4.1.3.1. Saf polisülfon çözeltisi

Kütlece %20'lik 80 g Polisülfon çözeltisi için 57,6 g DMAC, 6,4 g aseton içerisine 16 g PSU eklenerek 45°C'de homojen bir çözelti elde etmek için 300 rpm'de 24 saat boyunca karıştırılmaya bırakılmıştır (Şekil 4.6.) ve (Şekil 4.7.). Karıştırma işlemi esnasında çözeltide meydana gelen hava kabarcıklarının giderilmesi için çözelti yaklaşık 1 saat boyunca dinlenmeye bırakılmıştır.



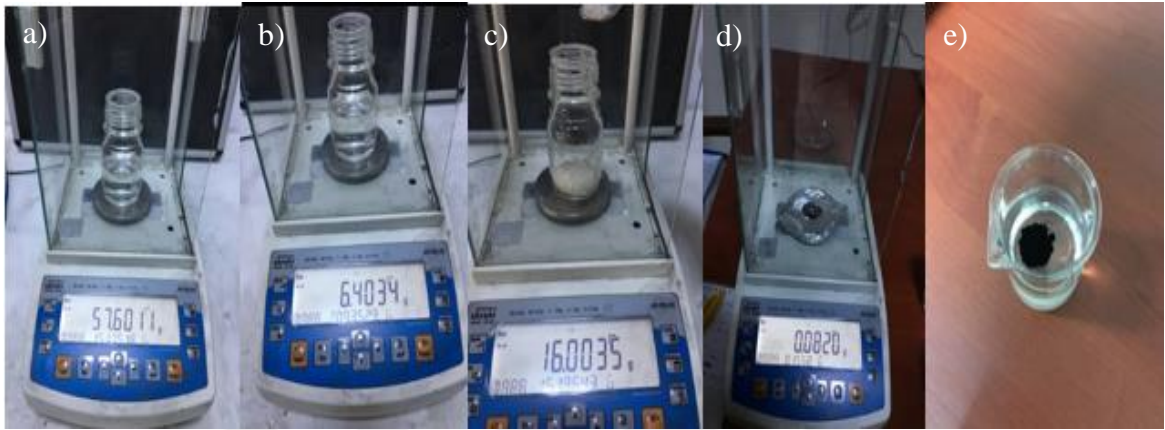
Şekil 4.6. Çözelti oluşturmak için sırası ile a) DMAC, b) aseton ve c) PSU birleşimi



Şekil 4.7. Elektro eğirme yöntemiyle PSU nanoelyaf üretim işleminin şematik gösterimi

4.1.3.2. Çok cidarlı karbon nanotüplü polisülfon çözeltisi

Saf polisülfon hazırlandıktan sonra oluşan çözeltinin içine kütlece %1, %2, %3 oranlarında çok cidarlı karbon nanotüp (ÇCKNT) eklenmiştir. ÇCKNT miktarı çözelti içindeki polisülfon miktarına göre ilave edilmiştir. ÇCKNT eklendikten sonra çözeltiye homojen bir dağılım olması için çözelti ultrasonik karıştırıcı ile 5 dakika karıştırılmış ve daha sonra da manyetik karıştırıcıda 1 saat karıştırılmıştır (Şekil 4.8.).



Şekil 4.8. Çözelti oluşturmak için sırası ile a) DMAC, b) aseton, c) PSU , d)ÇCKNT ve e) ÇCKNT/PSU birleşimi

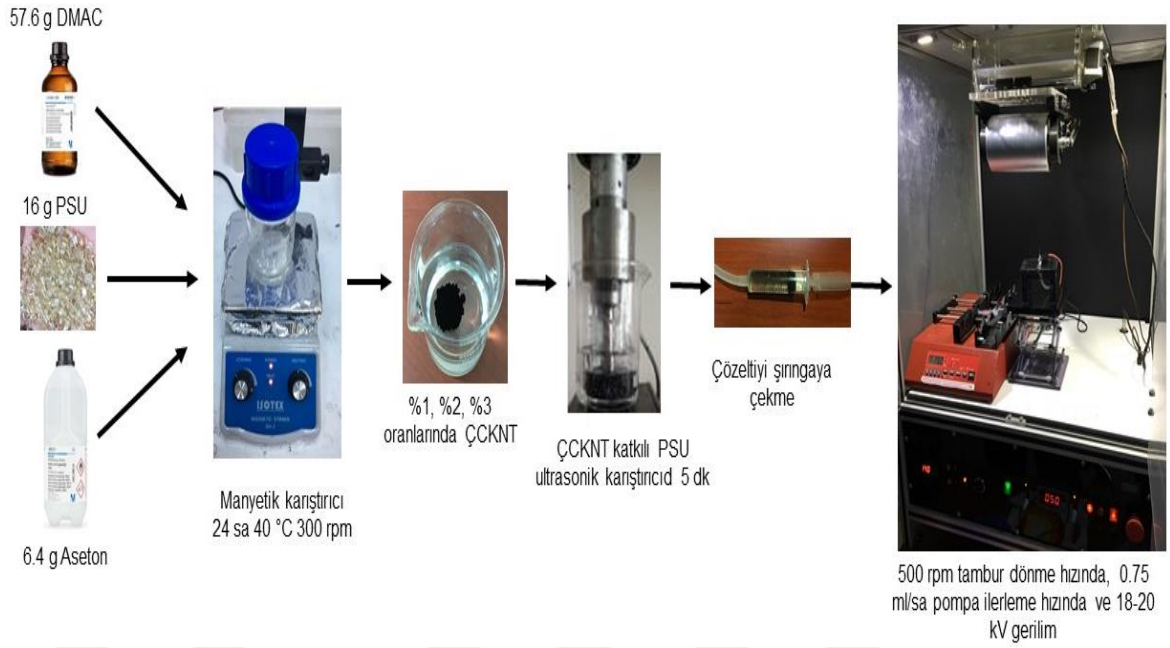
4.1.4. Elektro eğirme ile nanoelyafların üretimi

Çalışmada incelenecek numunelerin adlandırılması Çizelge 4.2’de verilmiştir.

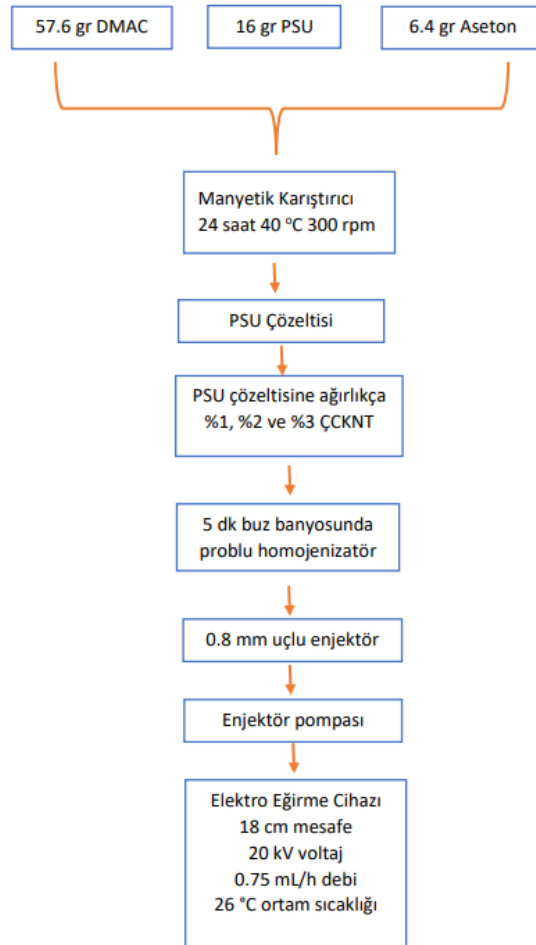
Çizelge 4.2. Nanoelyafların adlandırılması.

Numuneler	Açıklama
PSU	Polisülfon nanoelyaflar
P1C	%1 ÇCKNT takviyeli PSU nanoelyaflar
P2C	%2 ÇCKNT takviyeli PSU nanoelyaflar
P3C	%3 ÇCKNT takviyeli PSU nanoelyaflar

Üretim aşamalarının şematik gösterimi Şekil 4.9.ve Şekil 4.10.’ da gösterilmiştir. Üretim için öncelikle en uygun sistem parametreleri (uygulanacak gerilim, çözeltinin akış hızı, şırınga ucunun tasarımı ve şırınganın yerleşimi, şırınga ucu ile levha arasındaki mesafe, toplayıcı tipi ve geometrisi) belirlenmiştir.



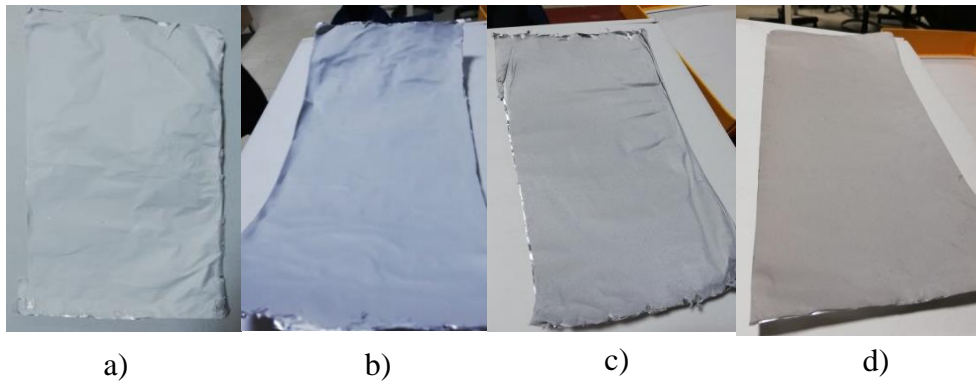
Şekil 4.9. Elektro eğirme yöntemiyle PSU nanoelyaf üretim işleminin şematik gösterimi



Şekil 4.10. Elektro eğirme yöntemiyle ÇCKNT takviyeli PSU nanoelyaf üretim işleminin şematik gösterimi

Bu çalışmamızda ilk olarak hazırlanışı anlatılan saf polisülfon çözeltisi 10 mL'lik plastik şırıngaya alındı. Şırınganın ağzına ucu küt hale getirilmiş 0,8 mm çapındaki metal iğne takılıp dozaj pompasına bağlandı. Diğer bir yandan iletkenliği sağlaması için tamburun üzerine alüminyum folyo kaplandı. İğne ucu ile levha arasındaki akım için güç motoruna bağlanan ucu metal olan kısıkaçlar iğne ucu ve tambura takıldı. Aradaki mesafe 18 cm olarak ayarlandı. 18 cm olarak ayarlanmasındaki sebep yapılan denemelerde başlangıçta mesafe 10 cm olarak ayarlandı ve püskürtme işleminde elyaf oluşmamıştır. Toplayıcı plaka üzerine çözelti damla halinde sıçradı. Aradaki mesafe yükseltilerek en verimli elyaf üretimi mesafesinin 18 cm olduğu tespit edildi. Dozaj pompasındaki çözeltinin akış hızı öncelikle literatürde olan hızlar denendi. 0,25 – 0,75 mL/h aralığında ayarlanığı zaman püskürme işlemi gerçekleşmemiştir ve donmalar meydana gelmiştir. 0,75 mL/h üzerinde denemeler yapıldığı zaman ise şırınga ucunda çözelti birikip damlamaya başlamıştır. Bu yüzden yapılan birkaç farklı denemeden sonra en uygun olan 0,75 mL/h olarak ayarlanmıştır.

Uygulanacak gerilim için güç motorunun voltajına, saatte 0,75 mL püskürten dozaj pompası için ilk olarak 9 kV ile başlandı. Fakat çözelti karşı toplaca gitmedi ve damlamalar meydana gelmiştir. Güç motoru voltajı yavaş yavaş yükseltilerek en uygun olan 18 kV'a getirildi. 18 kV'tan sonrası denendiği zaman ise çözelti akış hızı yavaş kaldı ve şırınga ucunda donmalar meydana geldi. Gerekli değerler ayarlandıktan sonra sistem çalıştırıldı ve iğnenin ucunda Taylor konisi oluşmaya başladı. Püskürme işlemi nanoelyaf oluşumunu sağladı. Sonuç olarak elektro eğirme yöntemi ile ürettiğimiz PSU, P1C, P2C ve P3C nano elyaflarımız sırasıyla Şekil 4.11'de verilmiştir.



Şekil 4.11. Nanoelyafların resimleri; a) PSU, b) P1C, c) P2C ve d) P3C

4.2. Polisülfon Nanoelyaf Takviyeli Epoksi Kompozit Üretimi

4.2.1.Kullanılan kimyasal maddeler

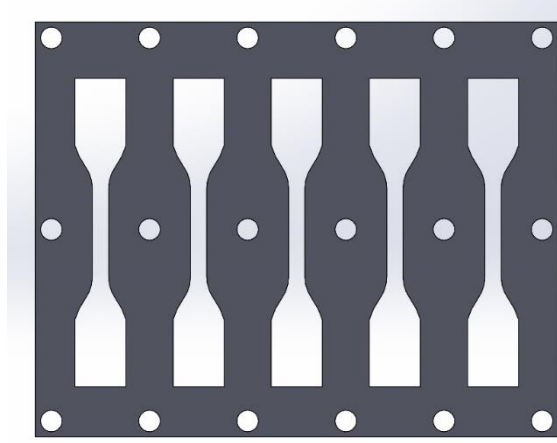
Bu çalışmada epoksi reçine olarak MGS-L160 laminasyon reçinesi kullanıldı. Kürleştiricisi ise MGS-LH160 % 70-90 sikloalifatik amin ve % 10-30 polioksil alkil amin karışımıdır. Reçine/kürleştirici ağırlıkça 100:25 oranında karıştırılmıştır (Şekil 4.12.).



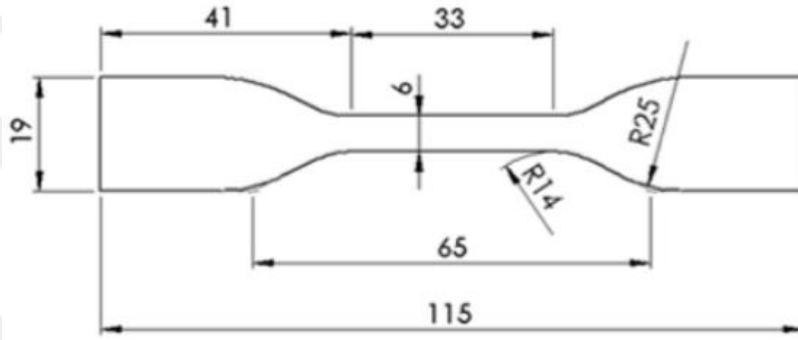
Şekil 4.12. Bu çalışmada kullanılan a) epoksi reçine ve b) sertleştirici

4.2.2. Polisülfon nanoelyaf takviyeli epoksi kompozit üretimi için kalıp hazırlanması

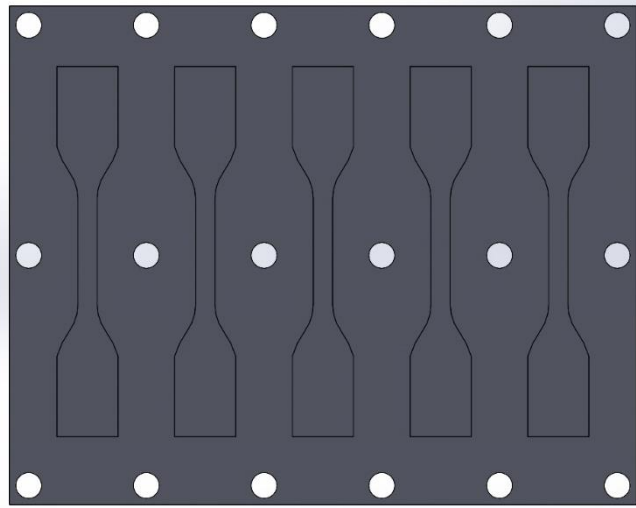
Polisülfon nanoelyaf takviyeli epoksi kompozit üretimi için hazırlanan kalıp ASTM D 882-02 standartlarına uygun bir şekilde üretilmiştir. Deney numunesi üretilecek kalıp, 155x195 mm ebatlarında 1 mm kalınlığında iki adet olacak şekilde tam dolu alt plaka ve 155x195x2 mm ebatlarında, ortası ASTM D 882-02 standartları doğrultusunda Şekil 4.14’da belirtilen ölçülerde Şekil 4.14’deki gibi kalıp da boş tutulmuş, alt kalıp ve üst kalıp olarak adlandırılan 2 kalıp olmak üzere toplam 3 parçadan oluşmaktadır. Bu üç parçanın montajlanmış hali Şekil 4.15’da gösterilmiştir. Kalıp her üretim sonunda 5 deney numunesi verecek şekilde tasarlanmıştır.



Şekil 4.13. Kalıbın orta parçası



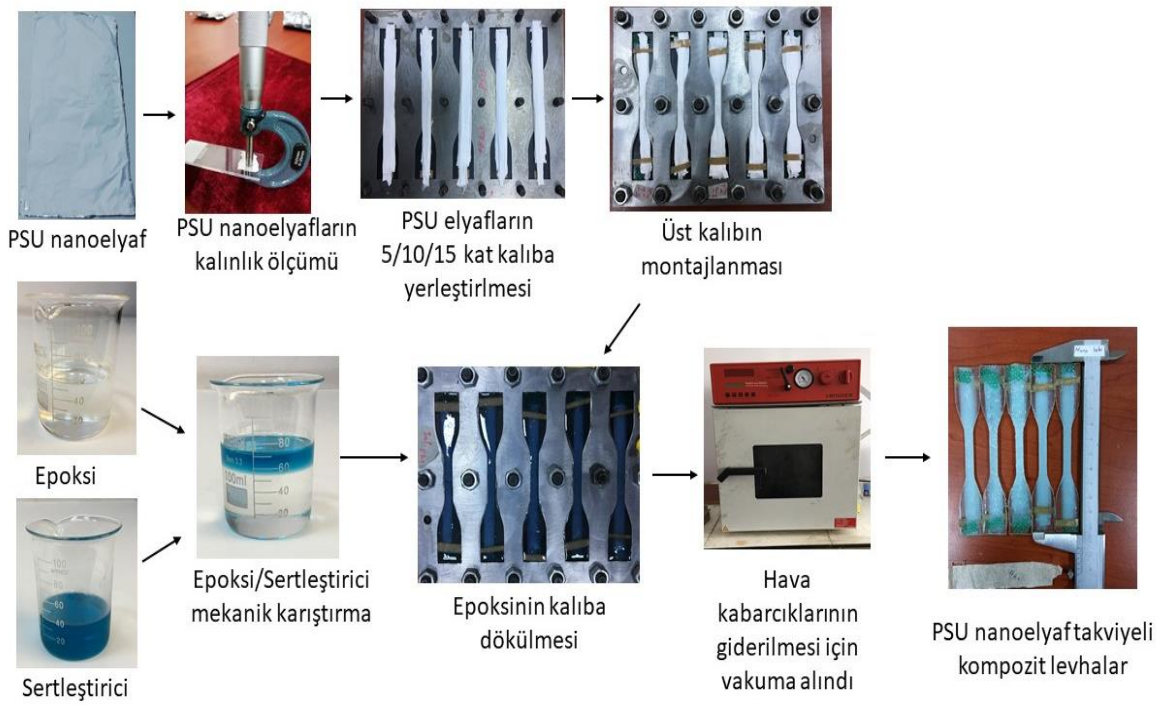
Şekil 4.14. ASTM D 882-02 standardına göre numunesi boyutları



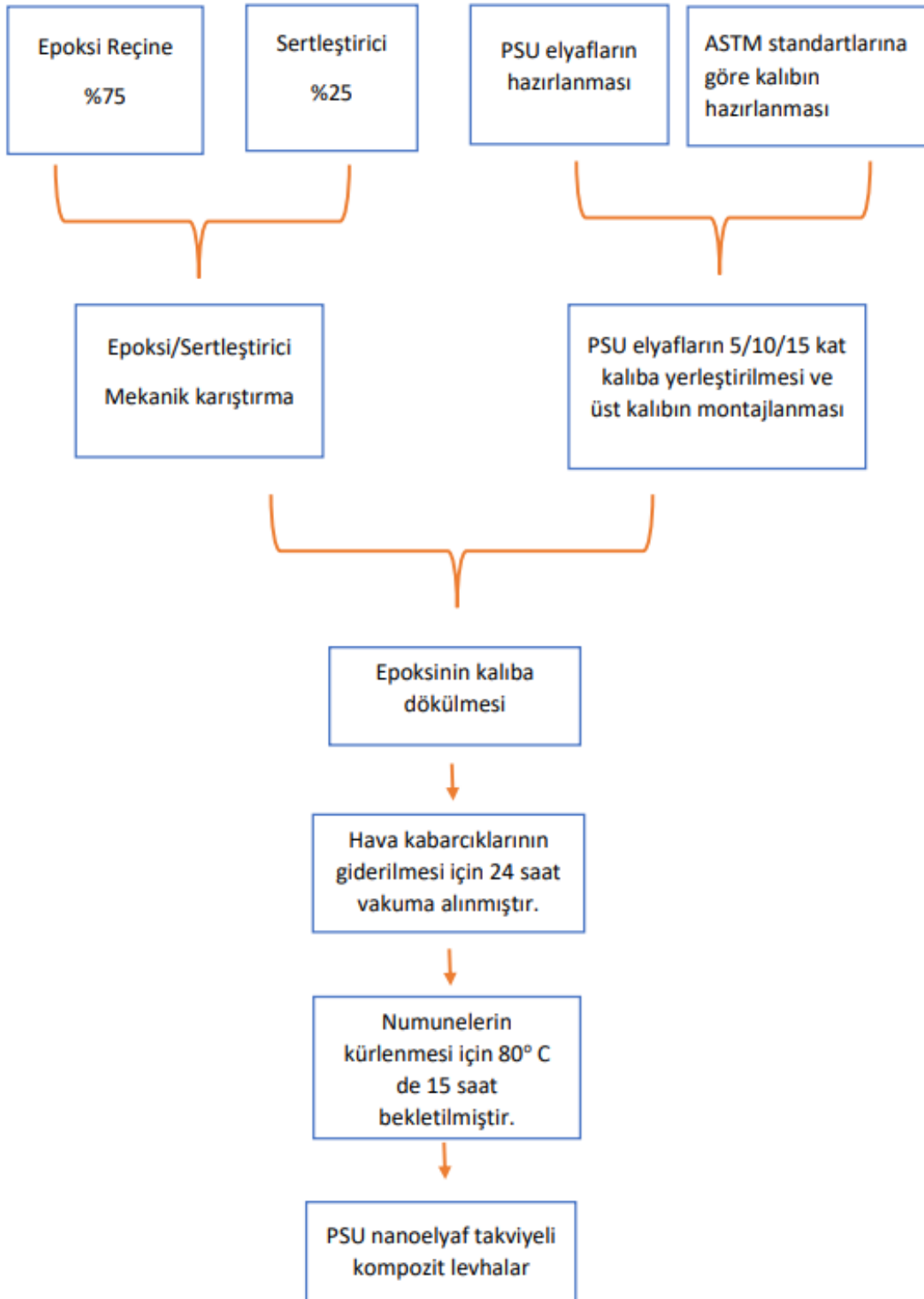
Şekil 4.15. Kalıbın alt parçası

4.2.3. Polisülfon nanoelyaf takviyeli epoksi kompozit üretimi

Bu çalışmada epoksi reçine olarak MGS-L160 laminasyon reçinesi kullanıldı. Kürleştiricisi ise MGS-LH160 %70-90 sikloalifatik amin ve % 10-30 polioksil alkil amin karışımıdır. Reçine/kürleştirici ağırlıkça 100:25 oranında karıştırılmıştır. Kalıplara üst üste 5/10/15 katman olacak şekilde yerleştirilen nanoelyafların üzerine epoksi reçineler enjektör vasıtasıyla Şekil 4.16 ve Şekil 4.17.'de gösterildiği gibi ilave edilmiştir. PSU Nanoelyaf takviyeli epoksi nanokompozitlerin içerisinde bulunan hava kabarcığının giderilmesi için kademeli olarak sırasıyla 0.5, 0.3 ve 0.2 bar vakum basınç altında 10'ar dk vakum fırınından tutulmuştur. Daha sonra ön kürleme yapılması için 0.2 bar vakum altında ve 24 saat oda sıcaklığında vakum fırınında tutulmuştur. Ardından son olarak 15 saat süre ile 80°C' de son kürlemesi yapılarak işlemler tamamlanmıştır. Üretilen kompozit malzemelerimiz Çizelge 4.3. ve Şekil 4.18 'de gösterilmiştir.



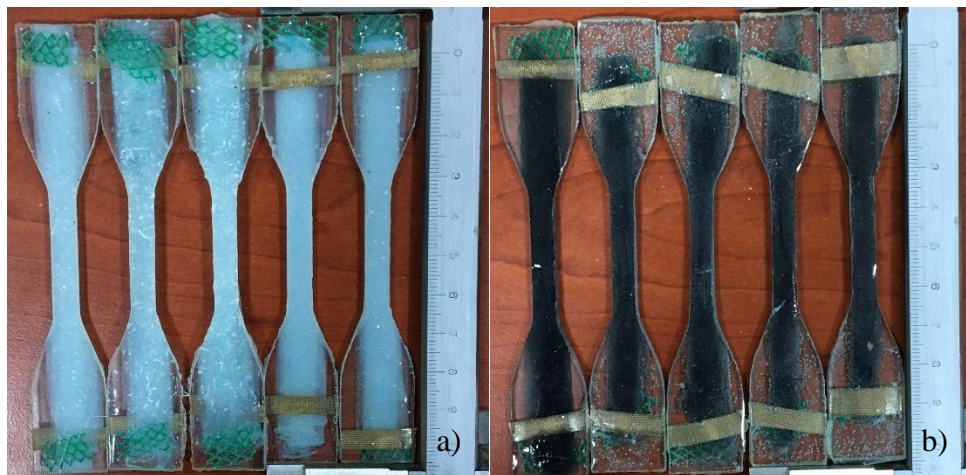
Şekil 4.16. Polisülfon nanoelyaf takviyeli epoksi kompozitlerin üretim şeması



Şekil 4.17. PSU nanoelyaf takviyeli kompozit levhaların üretim işleminin şematik gösterimi

Çizelge 4.3. Üretilen nanokompozit malzemeler

Numuneler	Nanokompozit Numune Açıklaması
E	Nanoelyaf takviyesi olmayan epoksi nanokompozit malzeme
EP5	5 kat PSU nanoelyaf takviyeli epoksi nanokompozit malzeme
EP10	10 kat PSU nanoelyaf takviyeli epoksi nanokompozit malzeme
EP15	15 kat PSU nanoelyaf takviyeli epoksi nanokompozit malzeme
EP1C5	Ağırlıkça %1 ÇCKNT ile takviyelendirilmiş 5 kat PSU nanoelyaf takviyeli epoksi nanokompozit malzeme
EP1C10	Ağırlıkça %1 ÇCKNT ile takviyelendirilmiş 10 kat PSU nanoelyaf takviyeli epoksi nanokompozit malzeme
EP1C15	Ağırlıkça %1 ÇCKNT ile takviyelendirilmiş 15 kat PSU nanoelyaf takviyeli epoksi nanokompozit malzeme
EP2C5	Ağırlıkça %2 ÇCKNT ile takviyelendirilmiş 5 kat PSU nanoelyaf takviyeli epoksi nanokompozit malzeme
EP2C10	Ağırlıkça %2 ÇCKNT ile takviyelendirilmiş 10 kat PSU nanoelyaf takviyeli epoksi nanokompozit malzeme
EP2C15	Ağırlıkça %2 ÇCKNT ile takviyelendirilmiş 15 kat PSU nanoelyaf takviyeli epoksi nanokompozit malzeme
EP3C5	Ağırlıkça %3 ÇCKNT ile takviyelendirilmiş 5 kat PSU nanoelyaf takviyeli epoksi nanokompozit malzeme
EP3C10	Ağırlıkça %3 ÇCKNT ile takviyelendirilmiş 10 kat PSU nanoelyaf takviyeli epoksi nanokompozit malzeme
EP3C15	Ağırlıkça %3 ÇCKNT ile takviyelendirilmiş 15 kat PSU nanoelyaf takviyeli epoksi nanokompozit malzeme



Şekil 4.18. a) Üretilen polisülfon nanoelyaf takviyeli epoksi kompozit ve b) Üretilen ÇCKNT katkılı polisülfon nanoelyaf takviyeli epoksi kompozit

4.2.4. PSU nanokompozitlerde elyaf/matris hacim oranı

Elektro eğirme yöntemiyle üretilmiş olan PSU nanoelyaf ve ağırlıkça %1, %2 ve %3 oranlarında ÇCKNT ile takviye edilmiş PSU nanoelyaf takviyeli epoksi nanokompozit malzemelerin, ASTM D 882-02 standartları doğrultusunda, şekli ve ölçüleri şekil 4.14'de gösterilmiştir. Sabit çene hızında çekme testine maruz bırakılan ve kırılma mekaniği özellikleri incelenen nanokompozit malzemelerde, özellikle inceleme yapılan ve aynı zamanda kırılmanın yaşandığı, şekil 4.14'de gösterilen 33 mm uzunluğunda ve 6 mm eninde olan uzama boyudur. Çekme testi sonucu tüm numunelerimizde kırılmalar bu uzama boyunun olduğu alanda olmuştur. Bu sebepten dolayı kompozit malzemelerde elyaf/hacim oranı hesaplarımız bu alan üzerinden yapılacaktır (Yıldırım ve ark., 2021).

Elyaf/hacim oranını hesaplamak için birkaç farklı yöntem vardır, örneğin yakma yöntemi gibi yöntemler vardır. Biz de kendi çalışmamıza uygun olan denklem 4.1'deki bağıntıyı kullanarak elde edilmiştir. Yakma yöntemini kullanmama nedenimiz ise TGA değerlerindeki sıcaklık verileridir. TGA verilerindeki sıcaklıklara çıkıldıkça elyaflarımız da sıkıntı olacağı için elyaf/hacim oranını hesaplamak zor olacağı için tercih ettiğimiz hesaplama yönteminin çalışmamız için uygun olduğundan üretilen kompozit malzemelerde elyaf/matris hacim oranı denklem 4.1'de verilen eşitlikten yararlanılarak elde edilmiştir.

$$V_f = \frac{V_e}{V_m} \quad (4.1)$$

Denklem 4.1'deki eşitlikte V_f elyaf/matris hacim oranını, V_e elyaf hacmini ve V_m matris hacmini ifade etmektedir. Elyaf hacminin (V_e) ve matris hacminin (V_m) birimi mm^3 'tür. Kompozit malzeme içerisindeki farklı katmanlardaki elyaf hacmi (V_e) denklem 4.2'de verilen, matris hacmi (V_m) ise denklem 4.3'de verilen eşitliklerden hesaplanmıştır.

$$V_e = n \cdot V_\zeta \cdot \frac{V_K}{V_P} \quad (4.2)$$

Denklem 4.2'deki eşitlikte n kompozit malzemedeki nanoelyaf katman sayısını, V_ζ bir katman nanoelyaf içerisindeki çözelti miktarında bulunan PSU hacmi, V_P bir

katman nanoelyaf hacmini ve V_K incelenen bölgedeki bir katman nanoelyaf hacmini ifade etmektedir. V_C birimi mililitre, V_P ve V_K birimleri ise mm^3 'tür.

$$V_m = x \cdot y \cdot z \quad (4.3)$$

Denklem 4.3'deki eşitlikte x incelenen bölge enini, y uzunluğunu ve z kalınlığını milimetre cinsinden ifade etmektedir. Yukarıda verilen denklemler yardımıyla nanoelyaf takviyeli epoksi nanokompozit malzemelerde elyaf/matris hacim oranları hesaplanmış olup çizelge de 4.3'te verilen veriler kullanılmıştır.

Çizelge 4.3. Farklı katmanlardaki nanokompozit malzemelerin ebatları

Numuneler	Katman (n)	En (x)	Uzunluk (y)	Kalınlık (z)
EP5	5	6	33	2
EP10	10	6	33	2,1
EP15	15	6	33	2,2
EP1C5	5	6	33	2
EP1C10	10	6	33	2
EP1C15	15	6	33	2,2
EP2C5	5	6	33	2
EP2C10	10	6	33	2,2
EP2C15	15	6	33	2,3
EP3C5	5	6	33	2,1
EP3C10	10	6	33	2,2
EP3C15	15	6	33	2,3

ÇCKNT ile güçlendirilmemiş 5 kat PSU nanoelyaf içeren (EP5) nanokompozit malzemenin elyaf/matris hacim oranı örnek olarak şekilde hesaplanmıştır.

$$n = 5$$

$$V_C = 1.2 \text{ ml} = 1200 \text{ mm}^3$$

$$V_P = 150 \times 300 \times 0,12 = 5400 \text{ mm}^3$$

$$V_K = 33 \times 6 \times 0,12 = 23,76 \text{ mm}^3$$

$$V_m = 33 \times 6 \times 2 = 396 \text{ mm}^3$$

$$V_e = 5 \times 1200 \times (23,76 / 5400) = 26,4 \text{ mm}^3$$

EP5 kompozit malzemenin elyaf/matris hacim oranı; $V_f = 26,4 / 396 = 0,0666$ olarak hesaplanmıştır.

Üst üste 5/10/15 tabakalı olacak şekilde yerleştirilmiş PSU nanoelyaf ve ağırlıkça %1, %2 ve %3 oranlarında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PSU nanoelyaf takviyeli epoksi kompozitlerin elyaf/matris hacim oranları benzer şekilde hesaplanmış ve Çizelge 4.4'te tablo halinde verilmiştir.

Çizelge 4.4. Farklı katmanlardaki nanokompozit malzemelerin elyaf/matris hacim oranı verileri

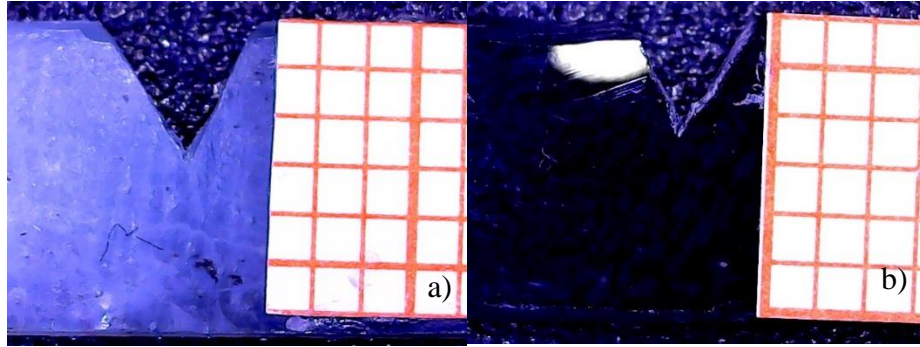
Nanoelyaflar	Katman (n)	En (x) (mm)	Uzunluk (y) (mm)	Kalınlık (z) (mm)	V _C (mm ³)	V _p (mm ³)	V _k (mm ³)	V _m (mm ³)	V _e (mm ³)	% Vf
PSU	5	6	33	2	1200	5400	23,76	396	26,4	6,66
	10	6	33	2,1	1200	5400	23,76	415,8	52,8	12,69
	15	6	33	2,2	1200	5400	23,76	435,6	79,2	18,18
P1C	5	6	33	2	1200	5400	23,76	396	26,4	6,66
	10	6	33	2	1200	5400	23,76	396	52,8	13,33
	15	6	33	2,2	1200	5400	23,76	435,6	79,2	18,18
P2C	5	6	33	2	1200	5850	25,74	396	26,4	6,66
	10	6	33	2,2	1200	5850	25,74	435,6	52,8	12,12
	15	6	33	2,3	1200	5850	25,74	455,4	79,2	17,39
P3C	5	6	33	2,1	1200	6300	27,72	415,8	26,4	6,34
	10	6	33	2,2	1200	6300	27,72	435,6	52,8	12,12
	15	6	33	2,3	1200	6300	27,72	455,4	79,2	17,39

4.3.Kırılma Deneyi

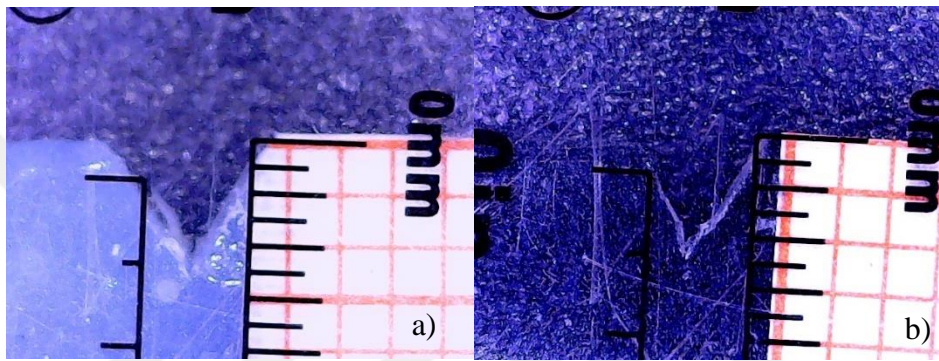
Kırılma deneyi için hazırlamış olduğumuz Şekil 4.14.'deki ASTM D 882-02 standartına göre uygun olan numunesi boyutlarını ASTM D 5045-9 standardına göre uygun olması için Şekil 4.19 ve Şekil 4.20 deki gibi numunelerimiz düzenledik. Bu numune üzerindeki düzenlenmeyi ilk başta eş kenar üçgen eğe vasıtasıyla açıldı ve daha sonrasında şekil 4.21 deki gibi neşter yardımıyla açılan üçgen çentik numunelerin yarı boyundan az olacak şekilde uzatıldı. Numuneler 1 mm/dk statik çene hızında çekilmiştir.



Şekil 4.19. ASTM D 5045-9 standardına uygun numune görseli

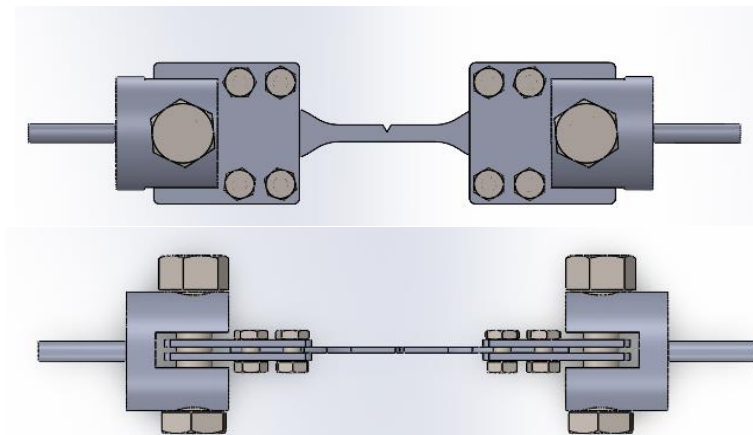


Şekil 4.20. ASTM D 5045-9 standardına uygun şekilde numunelere açılan çentikler a)PSU epoksi kompozit b) ÇCKNT katkılı PSU epoksi kompozit

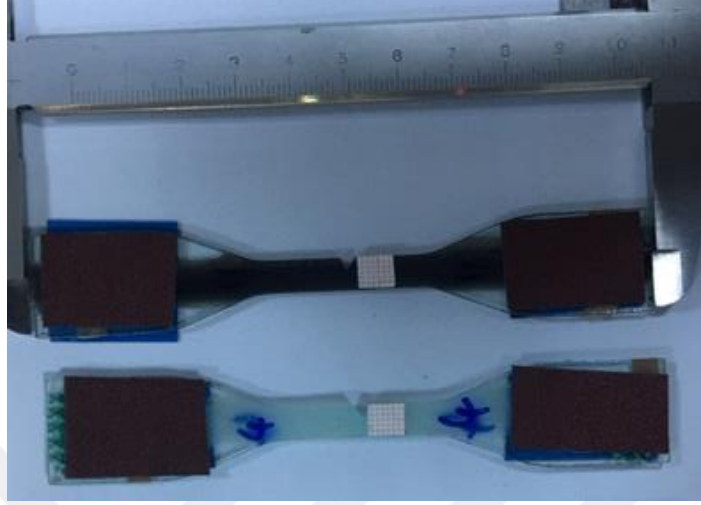


Şekil 4.21. ASTM D 5045-9 standardına uygun şekilde numunelere açılan çentiklerin yakın görüntüsü a)PSU epoksi kompozit b) ÇCKNT katkılı PSU epoksi kompozit

Hazırlanan numunelerin deney aşamasına geçmeden önce ASTM D 5045-9 standardına uygun bir şekilde deney olabilmesi için Şekil 4.22'deki gibi uygun bir deney düzeneyi hazırlandı. Hazırlanan numunenin test öncesi ve test cihazı üzerindeki görselleri sırasıyla Şekil 4.23 ve Şekil 4.24'de gösterilmiştir.



Şekil 4.22. Deney için hazırlanan deney düzeneyinin önden ve üstten görünüşü



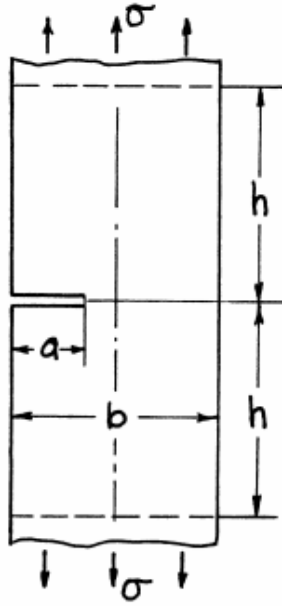
Şekil 4.23. Deney için hazırlanan örnek deney numuneleri



Şekil 4.24. Deney için hazırlanan deney düzeneğinin cihaz üzerindeki görüntüsü

Deney sonuçları Hiroshi Tada ve Paul C. Paris bilim insanlarının yazmış olduğu Çatlakların Stres Analizi El Kitabı isimli kitabından ve ASTM E1922 – 04 standardından faydalanarak iki farklı şekilde hesaplama yapıldı.

Hiroshi Tada ve Paul C. Paris bilim insanlarının yazmış olduğu kitapda; gerilme şiddet faktörü: $K_I = \sigma\sqrt{\pi a} F\left(\frac{a}{b}\right)$ şeklinde tanımlanmıştır (Tada ve ark., 2000).

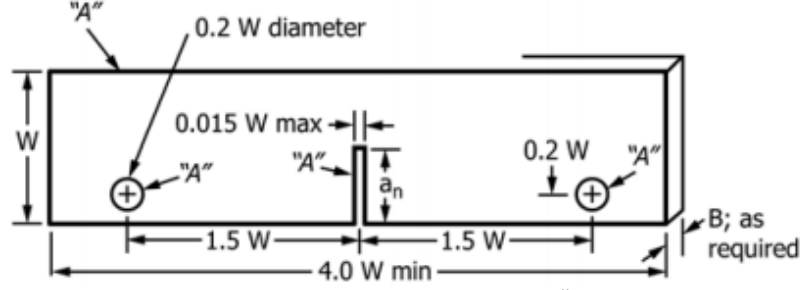


Şekil 4.25. Kırılma numunesinin boyut ve gerilme oluşum görseli (Tada ve ark., 2000)

Tada ve ark. göre a/b oranının aralıklarına göre ayırım yapılmıştır. $a/b < 0,2$ için % 1 doğrulukta ve $a/b \geq 0,2$ için % 0,5 doğrulukla K_I gerilme şiddet faktörünün hesaplanmasında aşağıdaki denklem kullanılmıştır. Bu denklemde a değeri numunedeki çentik uzunluk değeri ve b değeri ise numunenin genişlik ölçüsüdür.

$$F\left(\frac{a}{b}\right) = 0,265 \left(1 - \frac{a}{b}\right)^4 + \frac{0,857 + 0,265 \frac{a}{b}}{\left(1 - \frac{a}{b}\right)^{3/2}}$$

ASTM E1922 – 04 standardına göre;



Şekil 4.26. Kırılma Tokluğu Test Örneği

$$K = [P/BW^{1/2}]\alpha^{1/2}[1,4 + \alpha][3,97 - 10,88\alpha + 26,25\alpha^2 - 38,9\alpha^3 + 30,15\alpha^4 - 9,27\alpha^5]/[1 - \alpha]^{3/2}$$

K= Gerilme şiddet faktörü, MPa m^{1/2}

P = Uygulanan yük , N

$\alpha = a_n / W$, mm/mm

B = Numune kalınlığı , mm

W = Numune genişliği , mm

Bu iki farklı hesaplama yöntemi ile hesaplamalar yaparak üretmiş olduğumuz malzemelerin kritik gerilme şiddet faktörü (K_{IC}) değerleri belirlenmiştir.

5. ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA

5.1. Üretilen Polisülfonun Yapısal Özellikleri

Üretilen polisülfonların yapısal özellikleri: pH, iletkenlik, derişim, elektrik potansiyeli incelenmiştir (Şekil 5.1.). Bu özellikler oluşturulan çözeltilerden ölçülmüştür (Çizelge 5.1.).



Şekil 5.1. pH ve iletkenlik ölçüm cihazı.

Çizelge 5.1. Üretilen elyafların yapısal özellikleri

Çözelti	Sıcaklık (°C)	pH	İletkenlik (µS/cm)	ÇCKNT Derişim (ppm)	Elektrik Potansiyeli (mV)
PSU	25	10,20	2,68	1,34	176,80
P1C	25	9,93	2,95	1,48	167,50
P2C	25	9,72	3,39	1,66	156,74
P3C	25	9,53	3,75	1,87	145,20

Ölçümlerde çözeltideki ÇCKNT oranı arttıkça, çözeltinin pH değerinin azaldığı görülmektedir.

İletkenlik özelliği ise ÇCKNT oranı arttıkça artmaktadır. Bu durumun oluşması öngörölmüş, karbon nano tüplerin iletken özellikte olması nedeniyle karbon oranı arttıkça çözeltinin de iletkenliğinde artış meydana gelmiştir.

Çok cidarlı karbon nanotüpler (ÇCKNT) tek cidarlı karbon nanotüplere (TCKNT) göre düşük maliyetleri ve epoksi reçineler içerisindeki homojen olarak dağıtıla

bilirliğinden dolayı bu tez çalışmasında tercih edilmiştir. Ayrıca karbon nanotüplerin çok geniş yüzey alanına sahip olmaları, rijitlik ve mukavemetlerinin yüksek olması epoksi reçine ile iyi bir bağ oluşturması sebeplerinden dolayı epoksi reçineye ve PSU çözeltilerine katılmıştır. Bu tez çalışmasında kullanılan ÇCKNT'ler kimyasal buhar biriktirme yöntemiyle NANOCYL firması tarafından üretilmiştir. Bu ÇCKNT'ler 15-25 nm arası dış ve 5-10 nm arası iç çapa sahip olup, uzunlukları ise 10 ile 20 µm arasındadır. Bu çalışmada kullanılan ÇCKNT'lerin mekanik özellikleri Çizelge 5.2'de verilmiştir.

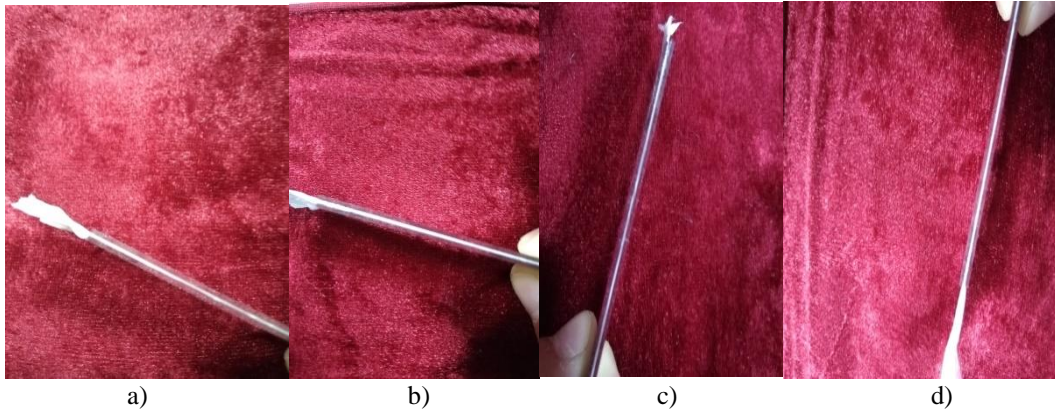
Derişim; milyondaki tanecik sayısını göstermektedir. Derişimde de ÇCKNT oranı arttıkça artış gözükmemektedir. Bu durumun beklenen bir sonuçtur. Aynı oranlardaki saf çözeltiliye oranları artan miktarda ÇCKNT eklenildiği için ÇCKNT oranı arttıkça derişim oranı artmaktadır. Elektrik potansiyelinde ise ÇCKNT oranı arttıkça azalma gözlemlenmiştir.

Çizelge 5.2. Çok cidarlı karbon nanotüplerin mekanik özellikleri (Yıldırım, 2019)

Mekanik özellikler	Çekme Dayanımı (GPa)	Elastiklik Modülü (TPa)	Yoğunluk kg/m ³	% En büyük Uzama	Elektrik İletkenliği (S/m)
ÇCKNT	10 - 60	1	1,3 - 2	10	10 ⁶ – 10 ⁷

5.2. Nanoelyafların Kalınlık Ölçümü

Üretilen nanoelyafların kalınlıklarını mikrometre kullanarak ölçülmüştür. Kalınlıkları 0,98 mm olan 2 mikroskop lameli arasına yerleştirilen farklı oranlardaki ÇCKNT katkılı nanoelyafların tek tek ölçümü yapılarak kalınlıkları ölçülmüştür. Mikrometre ile ölçüme hazırlanan numunelerin resimleri Şekil 5.2'te ve mikrometre ile ölçüm Şekil 5.3'da gösterilmiş olup alınan tüm sonuçlar Çizelge 5.3.'de verilmiştir.



Şekil 5.2. a) PSU, b) P1C, c) P2C, d) P3C



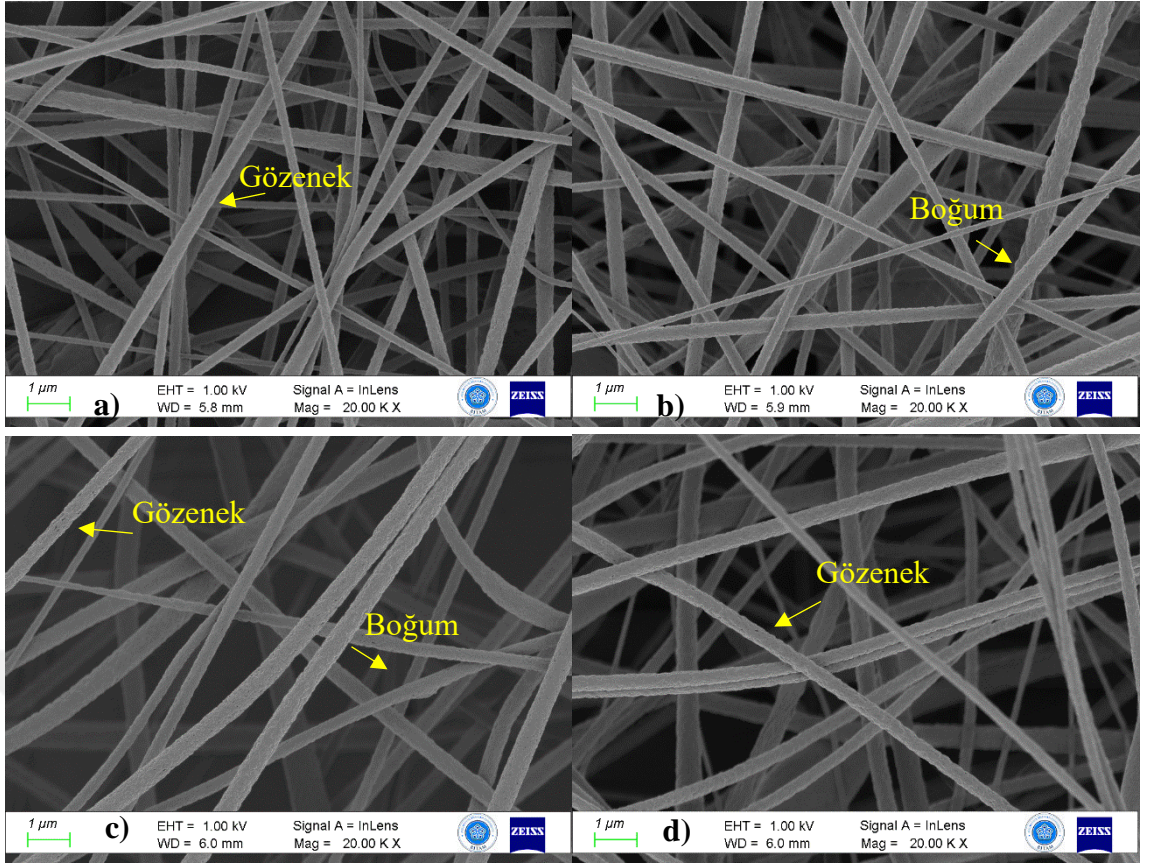
Şekil.5.3. Numunelerin mikrometre ile ölçümü.

Çizelge 5.3. Ölçüm sonuçları.

Numune	Mikrometre (mm)
PSU	0,07
P1C	0,13
P2C	0,08
P3C	0,10

5.3. Nanoelyafların SEM Görüntüleri

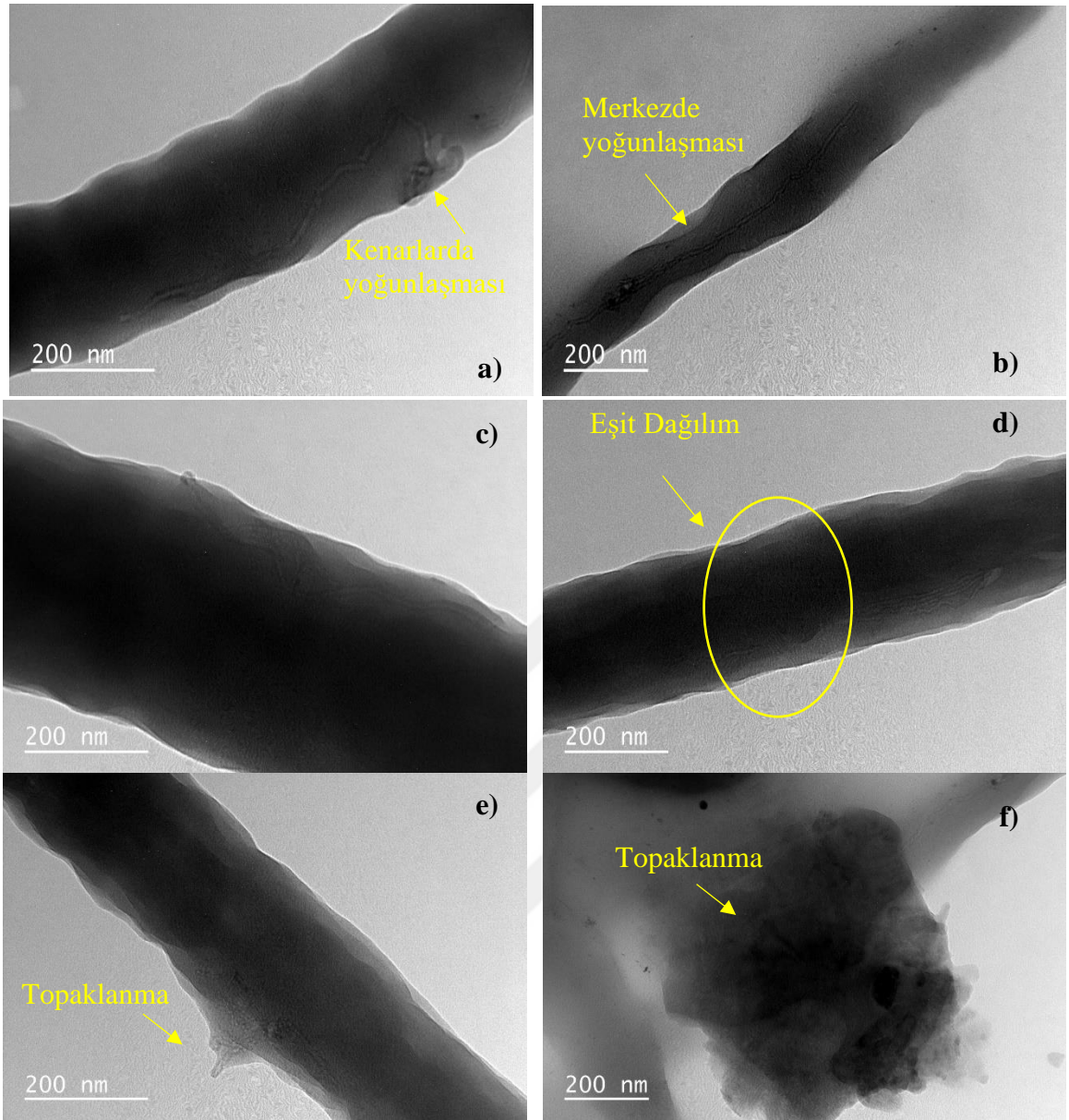
Şekil 5.4.'de nanoelyafların 20 000 X büyütme SEM görüntüleri verilmektedir. Ayrıca SEM görüntüleri AutoCAD programına yapılandırılarak her bir nanoelyafların 10 adet en küçük ve en büyük nanoelyafların boyutları ölçülerek ortalaması verilmiştir. PSU nanoelyafların çap ölçüleri 162-411 nm aralığında, P1C nanoelyafların çap ölçüsü 141-523 nm aralığında, P2C nanoelyafların çap ölçüsü 129-530 nm aralığında iken P3C nanoelyafların çap ölçüsü ise 112-515 nm olarak ölçülmüştür. Elektro-eğirme işleminde çözeltinin elektrik iletkenliği artırılırsa, çözeltinin taşıdığı yükleri artıracaktır. Böylece düzgün fiberler ve daha küçük çaplarda fiberler elde etmeyi sağlar. Polisülfon nanoelyafların ortalama çap ölçüsü 322 nm iken, 3 ÇCKNT nanoelyafların çap ölçüsüyle karşılaştırıldığında %8,7 oranında düşüş gerçekleşerek 294 nm olarak ölçülmüştür. Ayrıca SEM görüntüleri incelendiği zaman hem polisülfon nanoelyaflarda hem de çok duvarlı karbon nanotüp katkılı nanoelyaflarda gözenekli yapılar ve boğumlar görülmektedir.



Şekil 5.4. Nanoelyafların 20 KX büyütme SEM görüntüleri; a) PSU, b) PIC, c) P2C ve d) P3C

5.4. Nanoelyafların TEM Görüntüleri

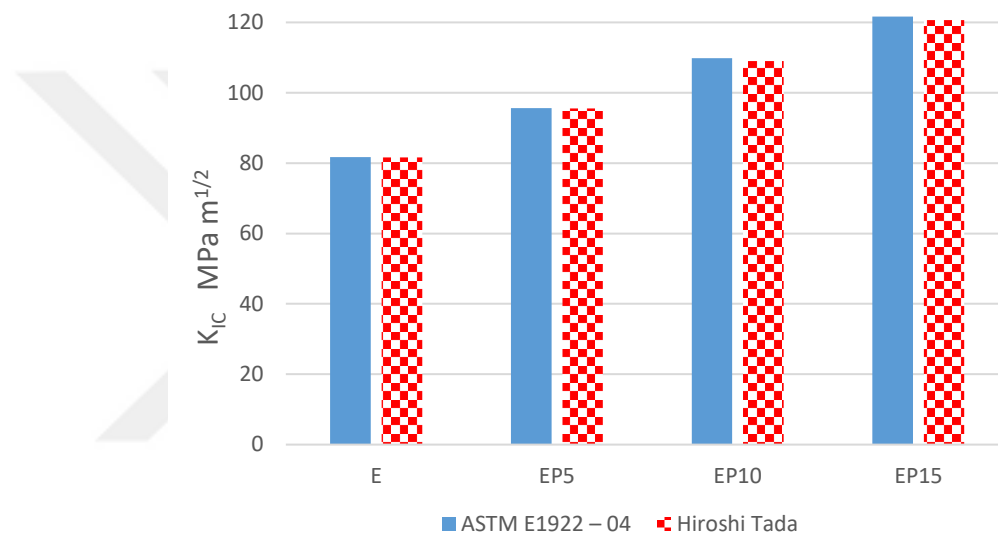
Şekil 5.5'te görüldüğü gibi, polisülfon nanoelyaflar içerisindeki çok duvarlı karbon nanotüplerin TEM görüntüleri gösterilmektedir. TEM görüntüleri SEM görüntüleri ile karşılaştırıldığında, sonuçlar birbirini destekler niteliktedir. Şekil 5.5. a ve b'deki TEM görüntüleri incelendiğinde, ağırlıkça %1 ÇCKNT / PSU nanoelyafların içerisindeki tek tek ÇCKNT 'ler hem elyafın merkezinde hem de kenara yakın bölgelerde görülmektedir. Ağırlıkça %2 ÇCKNT katkılı PSU nanoelyaflarda, ÇCKNT 'ler elyaf içerisinde homojen olarak dağıldığı ve nanoliflerin içine yerleştirildiği görülmektedir (Şekil 5. c ve d). Şekil 5.5.e ve f 'de gösterilen ağırlıkça %3 ÇCKNT /PSU nanoelyaf takviyeli nanolif durumunda, ÇCKNT topaklanmalarının elyaf içerisinde daha fazla olduğu görülmektedir.



Şekil 5.5. Nanoelyafların TEM görüntüleri; a) ve b) P1C; c) ve d) P2C; e) ve f) P3C

5.5. Nanokompozit Levhaların Kritik Gerilme Şiddet Faktörü

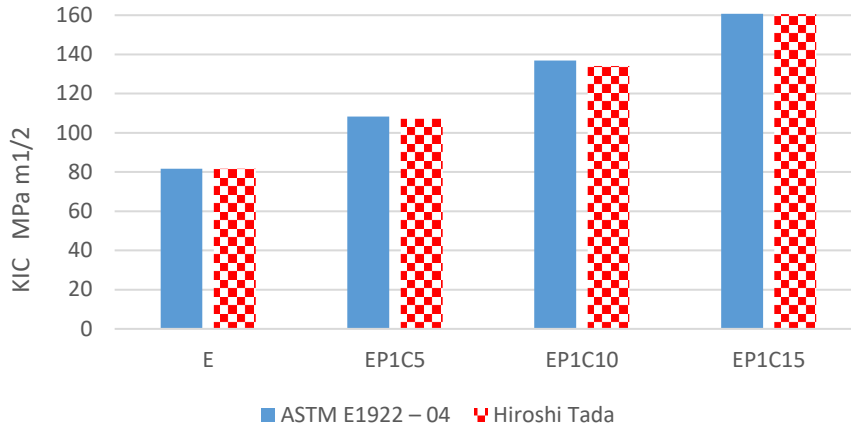
Şekil 5.6’da E, EP5, EP10 ve EP15 nanokompozit malzemelerin kritik gerilme şiddet faktör değerleri verilmiştir. Epoksi malzemenin (E) K_{IC} değeri Hiroshi Tada ‘ya göre $81.64 \text{ MPa m}^{1/2}$ iken, beş kat polisülfon takviyeli epoksi kompozit (EP5), on kat polisülfon takviyeli epoksi kompozit (EP10) ve on beş kat polisülfon takviyeli epoksi kompozit (EP15) tabakalı nanokompozit malzemenin kritik gerilme şiddet faktörü sırasıyla %17, 33 ve 48 artış ile $95.52 \text{ MPa m}^{1/2}$, $109.03 \text{ MPa m}^{1/2}$ ve $120.65 \text{ MPa m}^{1/2}$ elde edilmiştir.



Şekil 5.6. Epoksi ile 5/10/15 kat PSU nanokompozit levhaların farklı iki kaynağa göre kritik gerilme şiddet faktörleri

ASTM E1922-04 ‘e göre ise E kompozit malzemenin kritik gerilme şiddet faktörü $81.70 \text{ MPa m}^{1/2}$ iken EP5, EP10, EP15 nanokompozit malzemenin kritik gerilme şiddet faktörü sırasıyla %17, 34 ve 49 artış ile $95.59 \text{ MPa m}^{1/2}$, $109.86 \text{ MPa m}^{1/2}$ ve $121.66 \text{ MPa m}^{1/2}$ olduğunu şekil 5.6 ‘da gösterilmiştir.

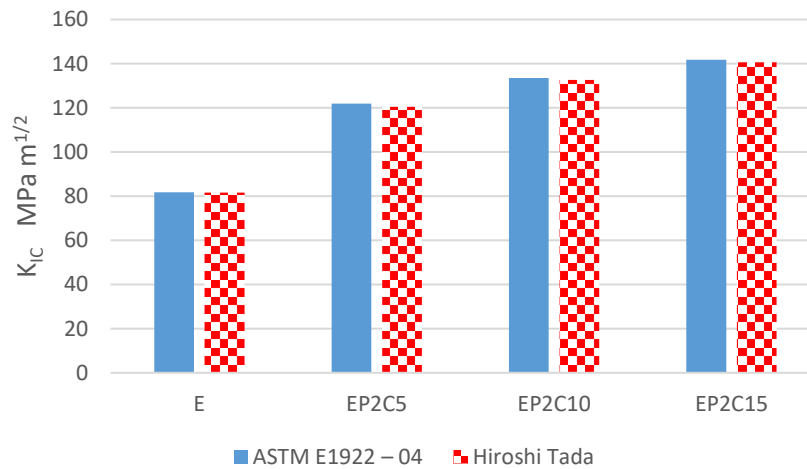
Şekil 5.7’de E, EP1C5, EP1C10 ve EP1C15 nanokompozit malzemelerin K_{IC} değerleri verilmiştir Hiroshi Tada ‘ya göre E kompozit malzemenin kritik gerilme şiddet faktörü $81.64 \text{ MPa m}^{1/2}$ iken, EP1C5, EP1C10, EP1C15 nanokompozit malzemenin kritik gerilme şiddet faktörü sırasıyla %31, 64 ve 96 artış ile $107.22 \text{ MPa m}^{1/2}$, $134.02 \text{ MPa m}^{1/2}$ ve $160.57 \text{ MPa m}^{1/2}$ elde edilmiştir.



Şekil 5.7. Epoksi ile 5/10/15 kat %1 ÇCKNT takviyeli PSU nanokompozit levhaların kritik gerilme şiddet faktörleri

Şekil 5.7’de nanoelyaf takviyesi olmayan epoksi malzemenin (E) kritik gerilme şiddet faktörü ASTM E1922-04 ‘e göre $81.70 \text{ MPa m}^{1/2}$ iken, beş kat %1 ÇCKNT takviyeli polisülfon takviyeli epoksi kompozit (EP1C5), on kat %1 ÇCKNT takviyeli polisülfon takviyeli epoksi kompozit (EP1C10) ve on beş kat %1 ÇCKNT takviyeli polisülfon takviyeli epoksi kompozit (EP1C15) tabakalı nanokompozit malzemenin kritik gerilme şiddet faktörü sırasıyla %32, 67 ve 96 artış ile $108.32 \text{ MPa m}^{1/2}$, $136.92 \text{ MPa m}^{1/2}$ ve $160.69 \text{ MPa m}^{1/2}$ elde edilmiştir.

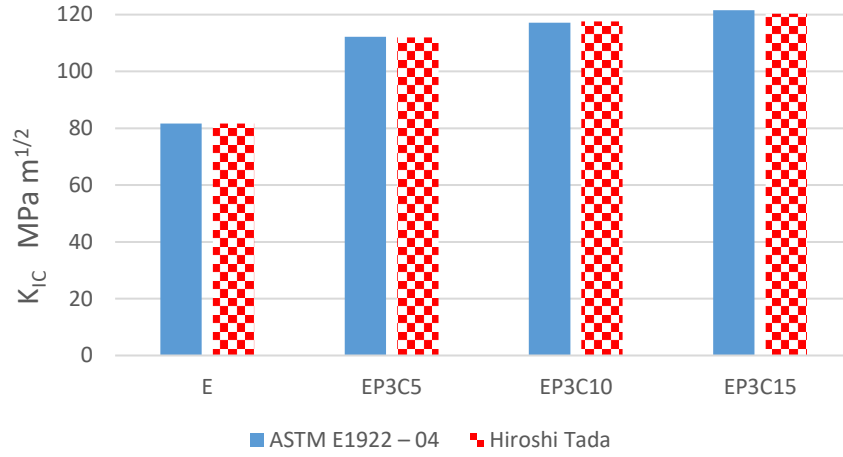
Şekil 5.8’de Hiroshi Tada ‘ya göre nanoelyaf takviyesi olmayan epoksi malzemenin K_{IC} değeri $81.64 \text{ MPa m}^{1/2}$ iken, beş kat %2 ÇCKNT takviyeli polisülfon takviyeli epoksi kompozit, on kat %2 ÇCKNT takviyeli polisülfon takviyeli epoksi kompozit ve on beş kat %2 ÇCKNT takviyeli polisülfon takviyeli epoksi kompozit tabakalı nanokompozit malzemenin kritik gerilme şiddet faktörü sırasıyla %47, 62 ve 72 artış ile $120.45 \text{ MPa m}^{1/2}$, $132.70 \text{ MPa m}^{1/2}$ ve $140.56 \text{ MPa m}^{1/2}$ elde edilmiştir.



Şekil 5.8. Epoksi ile 5/10/15 kat %2 ÇCKNT takviyeli PSU nanokompozit levhaların kritik gerilme şiddet faktörleri

Şekil 5.8’de E, EP2C5, EP2C10 ve EP2C15 nanokompozit malzemelerin K_{IC} değerleri verilmiştir ASTM E1922-04 ‘e göre E kompozit malzemenin K_{IC} 81.70 MPa $m^{1/2}$ iken, EP2C5, EP2C10, EP2C15 nanokompozit malzemenin kritik gerilme şiddet faktörü sırasıyla %49, 63 ve 73 artış ile 121.87 MPa $m^{1/2}$, 133.46 MPa $m^{1/2}$ ve 141.74 MPa $m^{1/2}$ elde edilmiştir.

Şekil 5.9’da nanoelyaf takviyesi olmayan epoksi malzemenin (E) kritik gerilme şiddet faktörü Hiroshi Tada ‘ya göre 81.64 MPa $m^{1/2}$ iken, beş kat %3 ÇCKNT takviyeli polisülfon takviyeli epoksi kompozit (EP3C5), on kat %3 ÇCKNT takviyeli polisülfon takviyeli epoksi kompozit (EP3C10) ve on beş kat %3 ÇCKNT takviyeli polisülfon takviyeli epoksi kompozit (EP3C15) tabakalı nanokompozit malzemenin kritik gerilme şiddet faktörü sırasıyla %37, 44 ve 47 artış ile 111.98 MPa $m^{1/2}$, 117.55 MPa $m^{1/2}$ ve 120.35 MPa $m^{1/2}$ elde edilmiştir.

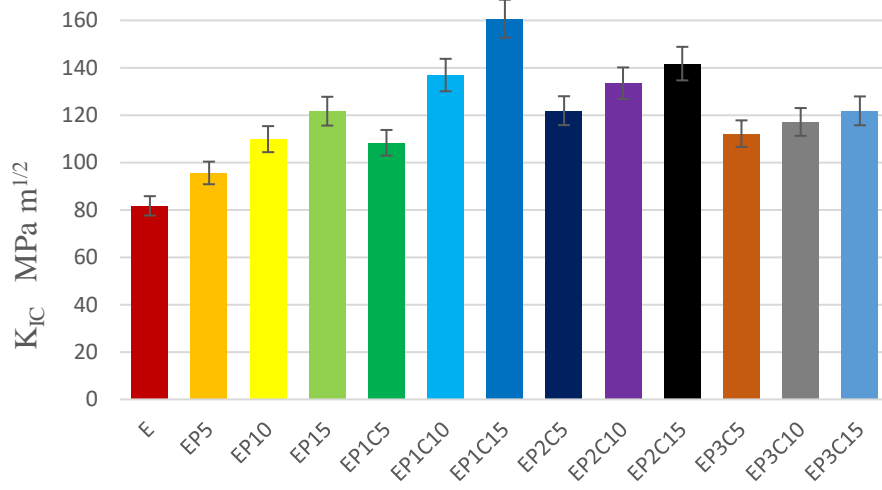


Şekil 5.9. Epoksi ile 5/10/15 kat %3 ÇCKNT takviyeli PSU nanokompozit levhaların kritik gerilme şiddet faktörleri

Şekil 5.9’da E kompozit malzemenin ASTM E1922-04 ‘e göre kritik gerilme şiddet faktörü 81.70 MPa $m^{1/2}$ iken, beş kat %3 ÇCKNT takviyeli polisülfon takviyeli epoksi kompozit, on kat %3 ÇCKNT takviyeli polisülfon takviyeli epoksi kompozit, on beş kat %3 ÇCKNT takviyeli polisülfon takviyeli epoksi kompozit nanokompozit malzemenin kritik gerilme şiddet faktörü sırasıyla %37, 43 ve 49 artış ile 112.18 MPa $m^{1/2}$, 117.12 MPa $m^{1/2}$ ve 121.80 MPa $m^{1/2}$ elde edilmiştir.

Şekil 5.10’da E, EP5, EP1C5, EP2C5 ve EP3C5 nanokompozit malzemelerin kritik gerilme şiddet faktör değerleri verilmiştir. Nanoelyaf takviyesi olmayan epoksi malzemenin (E) kritik gerilme şiddet faktörü ASTM E1922-04 ‘e göre 81.70 MPa $m^{1/2}$ iken, beş kat polisülfon takviyeli epoksi kompozit (EP5), beş kat %1 ÇCKNT takviyeli polisülfon takviyeli epoksi kompozit (EP1C5), beş kat %2 ÇCKNT takviyeli polisülfon

takviyeli epoksi kompozit (EP2C5) ve beş kat %3 ÇCKNT takviyeli polisülfon takviyeli epoksi kompozit (EP3C5) tabakalı nanokompozit malzemenin kritik gerilme şiddet faktörü sırasıyla %17, 32, 49 ve 37 artış ile 95.59 MPa m^{1/2}, 108.32 MPa m^{1/2}, 121.87 MPa m^{1/2} ve 112.18 MPa m^{1/2} elde edilmiştir.



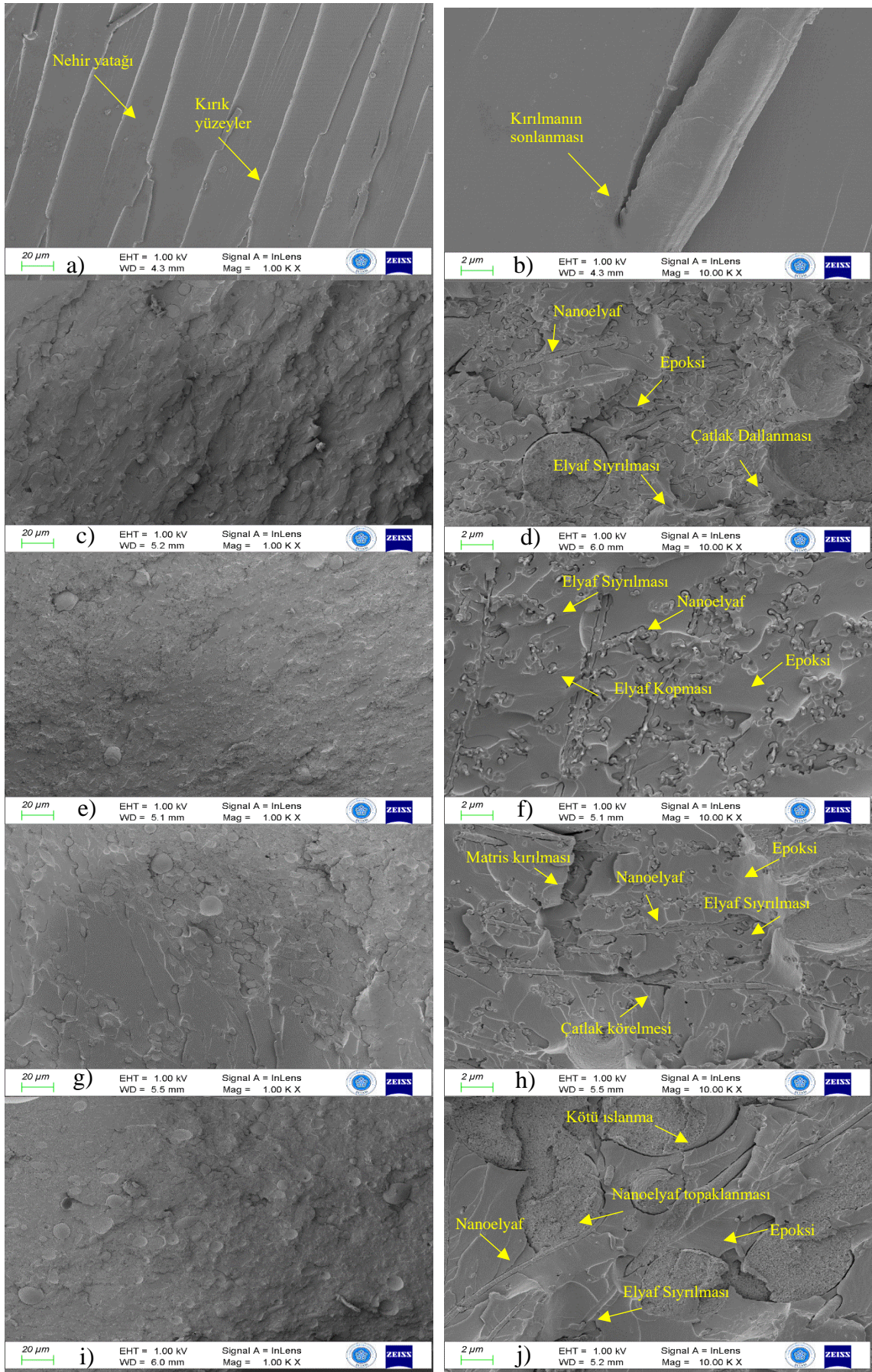
Şekil 5.10. Epoksi ile 5/10/15 kat %1/2/3 ÇCKNT takviyeli PSU nanokompozit levhaların kritik gerilme şiddet faktörü

Şekil 5.10’da E, EP10, EP1C10, EP2C10 ve EP3C10 nanokompozit malzemelerin kritik gerilme şiddet faktör değerleri verilmiştir. E kompozit malzemenin gerilme şiddet faktörü ASTM E1922-04 ‘e göre 81.70 MPa m^{1/2} iken, EP10, EP1C10, EP2C10 ve EP3C10 tabakalı nanokompozit malzemenin kritik gerilme şiddet faktörü sırasıyla %34, 67, 63 ve 43 artış ile 109.86 MPa m^{1/2}, 136.92 MPa m^{1/2}, 133.46 MPa m^{1/2} ve 117.12 MPa m^{1/2} elde edilmiştir.

Şekil 5.10’da E, EP15, EP1C15, EP2C15 ve EP3C15 nanokompozit malzemelerin kritik gerilme şiddet faktör değerleri verilmiştir. Nanoelyaf takviyesi olmayan epoksi malzemenin (E) gerilme şiddet faktörü ASTM E1922-04 ‘e göre 81.70 MPa m^{1/2} iken, on beş kat polisülfon takviyeli epoksi kompozit (EP15), on beş kat %1 ÇCKNT takviyeli polisülfon takviyeli epoksi kompozit (EP1C15), on beş kat %2 ÇCKNT takviyeli polisülfon takviyeli epoksi kompozit (EP2C15) ve on beş kat %3 ÇCKNT takviyeli polisülfon takviyeli epoksi kompozit (EP3C15) tabakalı nanokompozit malzemenin kritik gerilme şiddet faktörü sırasıyla % 49, 96, 73 ve 49 artış ile 121.66 MPa m^{1/2}, 160.69 MPa m^{1/2}, 141.74 MPa m^{1/2} ve 121.80 MPa m^{1/2} elde edilmiştir.

5.6. Kırık Yüzeylerin SEM Görüntüleri

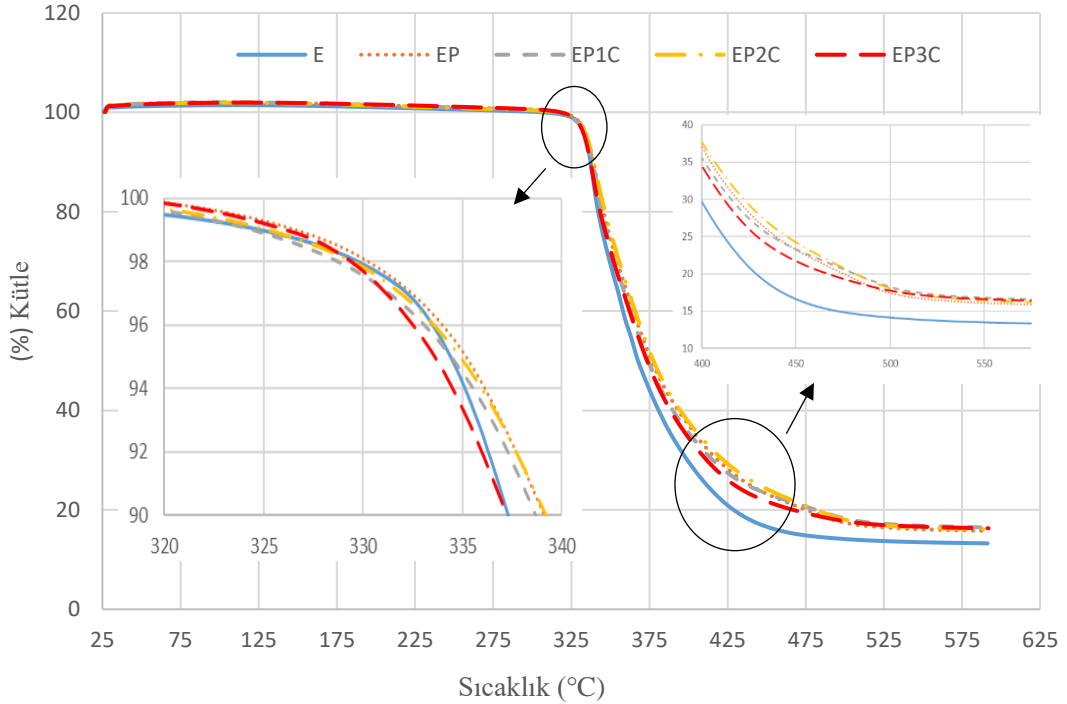
Şekil 5.11’te E, EP, EP1C, EP2C ve EP3C nanokompozit malzemelerin çekme sonrası kırık yüzeylerin 1.00 KX ve 10.00 KX büyütme SEM görüntüleri verilmiştir. Şekil 5.11. c,e, g ve i’de görüldüğü gibi ÇCKNT katkılı/katkısız PSU nanoelyaf takviyeli epoksi kompozitlerin 1.00 KX büyütme kırık yüzeyleri, saf epoksi ile karşılaştırıldığında daha pürüzlü bir kırılma yüzeyleri sergiler. Şekil 5.11.a’da ise epoksi malzemenin kırık yüzeyi, düz, basit kıvrımlı ve ince nehir yatağı gibi sarp yamaçlı kırık beyazlaşmış olarak görülmektedir. ÇCKNT katkılı/katkısız PSU nanoelyaf takviyeli epoksi kompozitlerde yüzey pürüzlülüğü matriksin plastik deformasyon oluşturulmasına eşlik eder ve böylece daha fazla kırılma enerjisi harcanır. Bu nedenle epoksi matris içinde 15 kat ve ağırlıkça %1 ve 2 ÇCKNT katkılı PSU nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelerin daha iyi ıslama bilirliliği ve ÇCKNT’lerin polisülfon nanoelyaf içerisinde daha iyi dağılımından dolayı, kırılma süreci esnasında enerji dağılımının artmasıyla maksimum gerilme şiddet faktörü değerleri elde edilmiştir. Ayrıca Şekil 5.11. d, f ve h’de ÇCKNT katkılı/katkısız PSU nanoelyaf takviyeli nanokompozitlerde elyaf sıyrılması ve kopması, çatlak köprülemesi ve dallanması gibi hasar mekanizmaları elyafça zengin bölgenin görüntüsü verilmektedir. SEM görüntüsü açıkça ortaya koymaktadır ki kırılma yüzeyleri en pürüzlü olan numuneler nanoelyaf takviyeli numunelerdir. Şekil 5.11.j’de EP3C numunesinde nanoelyafların iyi ıslanmadığı yani nanoelyaflar ile matriks arasında iyi yapışmadığı (debonding) anlaşılmaktadır. Bu durum nanokompozit malzemenin çekme esnasında çatlak başlaması ve ilerlemesi hızlandırmakta olup, gerilme şiddet faktörünü düşürmektedir.



Şekil 5.11. 15 katlı kompozitlerin 1.00 ve 10.00 KX büyütmeli SEM görüntüleri; a) ve b) E; c) ve d) PSU; e) ve f) PIC; g) ve h) P2C; i) ve j) P3C

5.7. Nanokompozit Levhaların Termal Analizleri

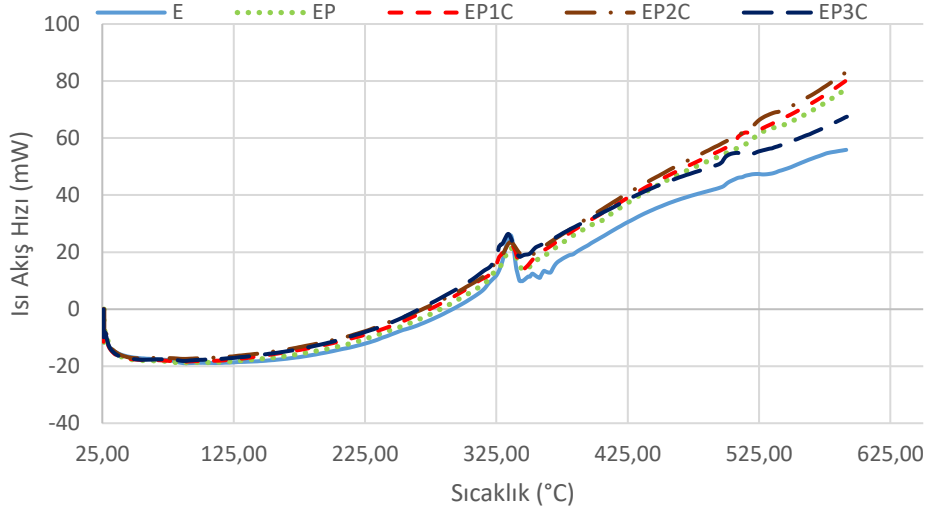
Epoksi (E), epoksi polisülfon nanokompozit (EP), %1 ÇCKNT katkılı polisülfon takviyeli epoksi nanokompozit (EP1C), %2 ÇCKNT katkılı polisülfon takviyeli epoksi nanokompozit (EP2C), %3 ÇCKNT katkılı polisülfon takviyeli epoksi nanokompozit (EP3C) 15 tabakalı nanokompozitlerin TGA eğrileri (Şekil 5.12.) gösterilmektedir. Çalışmalara göre epoksi için, azot atmosferinde TGA’da %10 luk kütle kaybı sıcaklık değeri 337 °C ye karşılık gelmektedir. ÇCKNT katkılı PSU nanoelyaf takviyeli epoksi nanokompozitler için bu sıcaklık değeri 340 °C ye karşılık gelmiştir. Epoksi malzemenin % kütle kaybı bozunma sıcaklığı 475 °C iken nanokompozit malzemelerde ise 525 °C ulaşılmıştır. Epoksi malzemeye PSU nanoelyaf ve ÇCKNT nano katkısı bozunma sıcaklığını iyileştirmiştir. Ayrıca epoksi malzemenin kalıntı kütle miktarı %14.57 iken ÇCKNT katkılı PSU nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelerde ise % 16.83 elde edilmiştir. ÇCKNT ilavesi % kalıntı miktarını arttırmıştır.



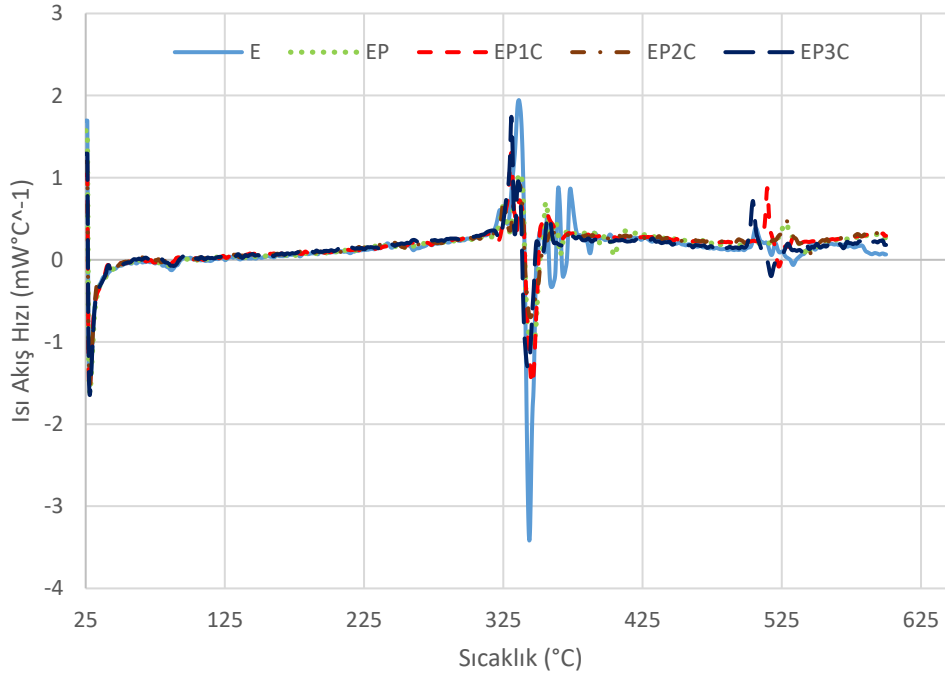
Şekil 5.12. Nanokompozit levhaların TGA eğrileri

E ve farklı oranlarda ÇCKNT katkılı polisülfon nanoelyaf takviyeli nanokompozitlerin DTA eğrileri (Şekil 5.13.) gösterilmektedir. DTA eğrileri incelendiği zaman E ve nanokompozit malzemelerimiz ekzotermik bir reaksiyon göstermiş olup 340 °C sıcaklıkta ani olarak bir ısı akışı artmıştır. Epoksi malzemenin camsı geçiş sıcaklığı

(T_g), 87.5 °C karşılık gelmektedir. PSU takviyeli epoksi nanokompozit malzemenin T_g değeri 84.8 °C iken ağırlıkça % 1, 2 ve 3 ÇCKNT katkılı PSU nanoelyaf takviyeli epoksi kompozitlerin ise sırasıyla 85.2, 88.8 ve 90.2 °C elde edilmiştir. ÇCKNT ilavesi epoksi malzemenin hem bozunma hem de T_g sıcaklıklarını arttırmıştır. Ayrıca d-DTA eğrileri (Şekil 5.14.) incelendiğinde karbon atomları arasındaki kovalent bağ bozunmaları 510-530 °C arasında gerçekleştiği düşünülmektedir.



Şekil 5.13. Nanokompozit levhaların DTA eğrileri



Şekil 5.14. Nanokompozit levhaların d-DTA eğrileri

6. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

6.1 Sonuçlar

Bu tez çalışmasında, elektro eğirme yöntemiyle üretilen Polisülfon (PSU) nanoelyafların ve ağırlıkça %1, %2 ve %3 oranlarında Çok Cidarlı Karbon Nanotüp (ÇCKNT) ile güçlendirilmiş PSU nanoelyafların, bir kalıp yardımıyla epoksi reçine içerisinde üst üste 5/10/15 tabakalı olacak şekilde yerleştirilmesi sonucu üretilen nanokompozit levhaların gerilme şiddet faktörü (K_{IC}) belirlenmiş ve referans numunesi olan saf epoksi ile kıyaslanmıştır. Üretilen bu nanokompozit malzemeler için kırılma deneyleri gerçekleştirilmiş olup tek eksenli 1 mm/dk sabit çene hızında K_{IC} incelenmiş ve referans numunelerin davranışlarıyla kıyaslanmıştır. Çok Cidarlı Karbon Nanotüplerin (ÇCKNT) elyaf morfolojisine ve nanoelyaflar ile beraber nanokompozitler de kullanıldığında gerilme şiddet faktöründeki etkileri de incelenmiştir.

PSU nanoelyaf ve ağırlıkça %1, %2 ve %3 oranlarında ÇCKNT katkılı PSU nanoelyafların çapları ve ÇCKNT'lerin nanoelyaf içerisindeki dağılımları, Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) ve Geçirimli Elektron Mikroskopu (TEM) aracılığıyla incelenmiştir. PSU nanoelyaflar ve ağırlıkça %1, %2 ve %3 oranlarında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PSU nanoelyaflar kullanılarak üretilen nanokompozit levhaların termal karakterizasyonları ve özellikleri, Termogravimetrik Analiz (TGA) ve Diferansiyel Termal Analiz (DTA) ile incelenmiş ve yorumlanmıştır. Ayrıca bu nanokompozit levhaların gerilme şiddet faktörü belirlenmesi için yapılan kırılma deneyleri sonucunda oluşan kırık yüzeylerinin morfolojisi de taramalı elektron mikroskopu (SEM) ile incelenmiştir.

Elde edilen sonuçlar maddeler halinde şu şekildedir:

- Ölçümleri yapılan 10 farklı çap değeri neticesince ortalama olarak PSU nanoelyafların çap ölçüleri 411 ± 162 nm aralığında ve ağırlıkça %1 oranında ÇCKNT katkılı PSU nanoelyafların çap ölçüsü 523 ± 141 nm aralığındadır. Ayrıca, ağırlıkça %2 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PSU nanoelyafların çap ölçüsü 530 ± 129 nm aralığında iken ağırlıkça %3 oranında ÇCKNT katkılı PSU nanoelyafların çap ölçüsü ise 515 ± 112 nm olarak belirlenmiştir. Ortalama çap ölçüleri dikkate alındığında, nanoelyaf içerisindeki ağırlıkça ÇCKNT oranının

artmasına bağı olarak elyaf çaplarında düşme olduğu ve ince çapa sahip elyafların oluştuğu görülmüştür. SEM ve TEM görüntüleride bu durumu desteklemektedir.

- Nanoelyafların SEM ve TEM görüntüleri incelendiğinde, ağırlıkça % 1 ÇCKNT / PSU nanoelyafların içerisindeki tek tek ÇCKNT 'ler hem elyafın merkezinde hem de kenara yakın bölgelerde görülmektedir. Ağırlıkça % 2 ÇCKNT katkılı PSU nanoelyaflarda, ÇCKNT 'ler elyaf içerisinde homojen olarak dağıldığı ve nanoliflerin içine yerleştirildiği görülmektedir. Ağırlıkça %3 ÇCKNT /PSU nanoelyaf takviyeli nanolif durumunda, ÇCKNT topaklanmaların elyaf içerisinde daha fazla olduğu görülmektedir.
- E, EP5, EP10 ve EP15 nanokompozit malzemelerin kritik gerilme şiddet faktör değerleri, epoksi malzemenin (E) K_{IC} değeri Hiroshi Tada 'ya göre 81.64 MPa $m^{1/2}$ iken, beş kat polisülfon takviyeli epoksi kompozit (EP5), on kat polisülfon takviyeli epoksi kompozit (EP10) ve on beş kat polisülfon takviyeli epoksi kompozit (EP15) tabakalı nanokompozit malzemenin K_{IC} %17, 33 ve 48 artış ile 95.52 MPa $m^{1/2}$, 109.03 MPa $m^{1/2}$ ve 120.65 MPa $m^{1/2}$ elde edilmiştir. ASTM E1922-04 'e göre ise E kompozit malzemenin K_{IC} 81.70 MPa $m^{1/2}$ iken EP5, EP10, EP15 nanokompozit malzemenin K_{IC} %17, 34 ve 49 artış ile 95.59 MPa $m^{1/2}$, 109.86 MPa $m^{1/2}$ ve 121.66 MPa $m^{1/2}$ olduğu görülmektedir.
- E, EP1C5, EP1C10 ve EP1C15 nanokompozit malzemelerin K_{IC} değerleri, Hiroshi Tada 'ya göre E kompozit malzemenin kritik gerilme şiddet faktörü 81.64 MPa $m^{1/2}$ iken, EP1C5, EP1C10, EP1C15 nanokompozit malzemenin gerilme şiddet faktörü sırasıyla %31, 64 ve 96 artış ile 107.22 MPa $m^{1/2}$, 134.02 MPa $m^{1/2}$ ve 160.57 MPa $m^{1/2}$ elde edilmiştir. Epoksi malzemenin (E) kritik gerilme şiddet faktörü ASTM E1922-04 'e göre 81.70 MPa $m^{1/2}$ iken, beş kat %1 ÇCKNT takviyeli polisülfon takviyeli epoksi kompozit (EP1C5), on kat %1 ÇCKNT takviyeli polisülfon takviyeli i epoksi kompozit (EP1C10) ve on beş kat %1 ÇCKNT takviyeli polisülfon takviyeli epoksi kompozit (EP1C15) tabakalı nanokompozit malzemenin kritik gerilme şiddet faktörü sırasıyla %32, 67 ve 96 artış ile 108.32 MPa $m^{1/2}$, 136.92 MPa $m^{1/2}$ ve 160.69 MPa $m^{1/2}$ elde edilmiştir.
- E, EP2C5, EP2C10 ve EP2C15 nanokompozit malzemelerin K_{IC} değerleri, Hiroshi Tada 'ya göre nanoelyaf takviyesi olmayan epoksi malzemenin K_{IC} değeri 81.64 MPa $m^{1/2}$ iken, beş kat %2 ÇCKNT takviyeli polisülfon takviyeli epoksi kompozit, on kat %2 ÇCKNT takviyeli polisülfon takviyeli epoksi kompozit ve on beş kat %2 ÇCKNT takviyeli polisülfon takviyeli epoksi kompozit tabakalı

nanokompozit malzemenin kritik gerilme şiddet faktörü sırasıyla %47, 62 ve 72 artış ile $120.45 \text{ MPa m}^{1/2}$, $132.70 \text{ MPa m}^{1/2}$ ve $140.56 \text{ MPa m}^{1/2}$ elde edilmiştir. ASTM E1922-04 'e göre E kompozit malzemenin K_{IC} $81.70 \text{ MPa m}^{1/2}$ iken, EP2C5, EP2C10, EP2C15 nanokompozit malzemenin kritik gerilme şiddet faktörü sırasıyla %49, 63 ve 73 artış ile $121.87 \text{ MPa m}^{1/2}$, $133.46 \text{ MPa m}^{1/2}$ ve $141.74 \text{ MPa m}^{1/2}$ elde edilmiştir.

- E, EP3C5, EP3C10 ve EP3C15 nanokompozit malzemelerin K_{IC} değerleri, Hiroshi Tada 'ya göre $81.64 \text{ MPa m}^{1/2}$ iken, beş kat %3 ÇCKNT takviyeli polisülfon takviyeli epoksi kompozit (EP3C5), on kat %3 ÇCKNT takviyeli polisülfon takviyeli epoksi kompozit (EP3C10) ve on beş kat %3 ÇCKNT takviyeli polisülfon takviyeli epoksi kompozit (EP3C15) tabakalı nanokompozit malzemenin kritik gerilme şiddet faktörü sırasıyla %37, 44 ve 47 artış ile $111.98 \text{ MPa m}^{1/2}$, $117.55 \text{ MPa m}^{1/2}$ ve $120.35 \text{ MPa m}^{1/2}$ elde edilmiştir. ASTM E1922-04 'e göre kritik gerilme şiddet faktörü $81.70 \text{ MPa m}^{1/2}$ iken, beş kat %3 ÇCKNT takviyeli polisülfon takviyeli epoksi kompozit, on kat %3 ÇCKNT takviyeli polisülfon takviyeli epoksi kompozit, on beş kat %3 ÇCKNT takviyeli polisülfon takviyeli epoksi kompozit nanokompozit malzemenin kritik gerilme şiddet faktörü sırasıyla %37, 43 ve 49 artış ile $112.18 \text{ MPa m}^{1/2}$, $117.12 \text{ MPa m}^{1/2}$ ve $121.80 \text{ MPa m}^{1/2}$ elde edilmiştir.
- E, EP5, EP1C5, EP2C5 ve EP3C5 nanokompozit malzemelerin kritik gerilme şiddet faktör değerleri, nanoelyaf takviyesi olmayan epoksi malzemenin (E) gerilme şiddet faktörü ASTM E1922-04 'e göre $81.70 \text{ MPa m}^{1/2}$ iken, beş kat polisülfon takviyeli epoksi kompozit (EP5), beş kat %1 ÇCKNT takviyeli polisülfon takviyeli epoksi kompozit (EP1C5), beş kat %2 ÇCKNT takviyeli polisülfon takviyeli epoksi kompozit (EP2C5) ve beş kat %3 ÇCKNT takviyeli polisülfon takviyeli epoksi kompozit (EP3C5) tabakalı nanokompozit malzemenin kritik gerilme şiddet faktörü sırasıyla %17, 32, 49 ve 37 artış ile $95.59 \text{ MPa m}^{1/2}$, $108.32 \text{ MPa m}^{1/2}$, $121.87 \text{ MPa m}^{1/2}$ ve $112.18 \text{ MPa m}^{1/2}$ elde edilmiştir.
- E, EP10, EP1C10, EP2C10 ve EP3C10 nanokompozit malzemelerin kritik gerilme şiddet faktör değerleri, E kompozit malzemenin gerilme şiddet faktörü ASTM E1922-04 'e göre $81.70 \text{ MPa m}^{1/2}$ iken, EP10, EP1C10, EP2C10 ve EP3C10 tabakalı nanokompozit malzemenin kritik gerilme şiddet faktörü sırasıyla %34, 67, 63 ve 43 artış ile $109.86 \text{ MPa m}^{1/2}$, $136.92 \text{ MPa m}^{1/2}$, $133.46 \text{ MPa m}^{1/2}$ ve $117.12 \text{ MPa m}^{1/2}$ elde edilmiştir.

- E, EP15, EP1C15, EP2C15 ve EP3C15 nanokompozit malzemelerin kritik gerilme şiddet faktör değerleri, nanoelyaf takviyesi olmayan epoksi malzemenin (E) kritik gerilme şiddet faktörü ASTM E1922-04 'e göre $81.70 \text{ MPa m}^{1/2}$ iken, on beş kat polisülfon takviyeli epoksi kompozit (EP15), on beş kat %1 ÇCKNT takviyeli polisülfon takviyeli epoksi kompozit (EP1C15), on beş kat %2 ÇCKNT takviyeli polisülfon takviyeli epoksi kompozit (EP2C15) ve on beş kat %3 ÇCKNT takviyeli polisülfon takviyeli epoksi kompozit (EP3C15) tabakalı nanokompozit malzemenin kritik gerilme şiddet faktörü sırasıyla % 49, 96, 73 ve 49 artış ile $121.66 \text{ MPa m}^{1/2}$, $160.69 \text{ MPa m}^{1/2}$, $141.74 \text{ MPa m}^{1/2}$ ve $121.80 \text{ MPa m}^{1/2}$ elde edilmiştir.
- Epoksi için, azot atmosferinde TGA'da %10 luk kütle kaybı sıcaklık değeri $337 \text{ }^\circ\text{C}$ ye karşılık gelmektedir. ÇCKNT katkılı PSU nanoelyaf takviyeli epoksi nanokompozitler için bu sıcaklık değeri $340 \text{ }^\circ\text{C}$ ye karşılık gelmiştir. Epoksi malzemenin bozunma sıcaklığı $475 \text{ }^\circ\text{C}$ iken nanokompozit malzemelerde ise $525 \text{ }^\circ\text{C}$ ulaşılmıştır. Epoksi malzemeye PSU nanoelyaf ve ÇCKNT nano katkısı bozunma sıcaklığını iyileştirmiştir. Ayrıca epoksi malzemenin kalıntı kütle miktarı %14.57 iken ÇCKNT katkılı PSU nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelerde ise % 16.83 elde edilmiştir. ÇCKNT ilavesi % kalıntı miktarını arttırmıştır.
- DTA eğrileri incelendiği zaman E ve nanokompozit malzemelerimiz ekzotermik bir reaksiyon göstermiş olup $340 \text{ }^\circ\text{C}$ sıcaklıkta ani olarak bir ısı akışı artmıştır. Epoksi malzemenin camsı geçiş sıcaklığı (T_g), $87.5 \text{ }^\circ\text{C}$ karşılık gelmektedir. PSU takviyeli epoksi nanokompozit malzemenin T_g değeri $84.8 \text{ }^\circ\text{C}$ iken ağırlıkça % 1, 2 ve 3 ÇCKNT katkılı PSU nanoelyaf takviyeli epoksi kompozitlerin ise sırasıyla 85.2 , 88.8 ve $90.2 \text{ }^\circ\text{C}$ elde edilmiştir. ÇCKNT ilavesiyle epoksi malzemenin hem bozunma hem de T_g sıcaklıklarını arttırmıştır. Ayrıca d-DTA eğrileri incelendiğinde karbon atomları arasındaki kovalent bağ bozunmaları $510\text{-}530 \text{ }^\circ\text{C}$ arasında gerçekleşmiştir.

Kırılma deneyi sonucunda, nanokompozit malzemelerin tabakalar arası olan bölgesine PSU nanoelyafların ilave edilmesi, kompozit malzemenin kritik gerilme şiddet faktör değerleri gibi mekanik özelliklerini genel anlamda değerler yükselerek olumlu yönde etkilemiş ve değiştirmiştir. Bu olumlu yöndeki değişimde, kompozit malzemelerde kullanılan nanoelyafların karakteristik özelliklerinin de önemli ölçüde etkisi bulunmaktadır. Kullanılan nanoelyafların yapısı, geometrik dizilimi, fiziksel ve kimyasal

özellikleri ile nanoelyaflar arasındaki etkileşimi, elektro eğirme yöntemiyle üretilmiş nanoelyafların mekanik özelliklerini büyük ölçüde etkilemektedir. Bundan dolayı üretilen nanoelyafların mekanik özelliklerinin belirlenmesi büyük bir öneme sahiptir.

PSU nanoelyaflar ve ÇCKNT ile güçlendirilmiş PSU nanoelyaflar takviye edilmiş aynı çözeltiye sahip kompozit malzeme içerisindeki, nanoelyaf tabaka sayısının artırılmasının kritik gerilme şiddet faktör değerleri ve malzeme tokluğunu artırdığı gözlemlenmektedir. Aynı çözeltiye sahip nanokompozit malzemelerin içerisindeki nanoelyaf tabakasının artması ile çekme dayanımı ve malzeme tokluğu artmaktadır. PSU nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelerde kritik gerilme şiddet faktör değerleri ve malzeme tokluğu, büyükten küçüğe doğru sırasıyla EP15, EP10 ve EP5 kompozit malzemelerde olurken, benzer durumlar %1, %2 ve %3 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PSU nanoelyaf takviyeli malzemelerde de gözlemlenmiştir. Bunun sebebi numune görselindeki uzama boyu olarak adlandırdığımız bölgede aynı matris hacmi içerisinde nanoelyaf tabakaların artmasına bağlı olarak elyaf/matris hacim oranının artmasıdır.

ÇCKNT'lerin nanoelyaflara ilave edilmesi kompozit malzemelerin mekanik, iletkenlik ve termal özellikleri üzerinde önemli bir yer tutmaktadır. Ağırlıkça %1 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PSU nanoelyafların kritik gerilme şiddet faktör değerleri ve tokluk değerlerinde, aynı kat nanoelyafa sahip saf PSU nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelere göre artış görülmüştür. Aynı durum ağırlıkça %2 ve %3 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PSU nanoelyafların kritik gerilme şiddet faktör değerleri ve tokluk değerlerinde, aynı kat nanoelyafa sahip saf PSU nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelere göre de artış görülmüştür. Aynı kat nanoelyafa sahip %1 %2 ve %3 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PSU nanoelyaflar takviyeli nanokompozit malzemeler kıyaslandığında ÇCKNT oranının artması ile kritik gerilme şiddet faktör değerleri ve tokluk değerlerinde düşme görülmektedir. Bunun sebebi, TEM görüntülerinde de görüldüğü gibi ağırlıkça %2 ve %3 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PSU nanoelyafların yapısında hem elyaf içerisinde hem de elyaf üzerinde ara ara aglomerasyon oluşması ve iyi ıslanabilirliğin olmamasıdır. Yapısal bir kusur olan aglomerasyon oluşumu, nanoelyafların genellikle mekaniksel özelliklerini azaltarak negatif yönde etkilerken nanokompozit malzemelerin üretiminde kütleme sıcaklığı vs. gibi üretim parametreleriyle olumlu yönde değişebilir.

Üretilen nanokompozit malzemelerin morfolojik özellikleri ve kırılma testi sonuçları göz önüne alındığında, nanoelyaf tabaka sayısı sabit tutulduğunda, nanoelyaf çözelti içerisindeki ağırlıkça ÇCKNT oranı artırıldığında kompozit malzemenin kritik gerilme şiddet faktör değerleri, maksimum birim şekil değiştirme ve tokluğu azalırken; ağırlıkça aynı oranda ÇCKNT içeren PSU nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelerde nanoelyaf tabakalarının artması kritik gerilme şiddet faktör değerleri, maksimum birim şekil değiştirmeyi ve tokluğu artırmaktadır.

6.2 Öneriler

Üretimi yapılan nanokompozit malzemelerin;

- Çekme,yorulma, eğilme, darbe testleri ve hasar mekanizmaları araştırılabilir.
- Ayrıca nanoparçacıkların ve nanoelyafların hava araçlarının maruz kaldığı -50 °C ile +50 °C sıcaklıkları arasındaki davranışları incelenebilir.
- Elyaf/matris hacim oranının daha yüksek değerlerde olduğu yeni nanokompozit malzemelerin üretimi yapılabilir ve mekanik özellikleri araştırılabilir.

7. KAYNAKLAR

- Abbasi, H., Antunes, M. ve Velasco, J. I., 2020, Electrical Conduction Behavior of High-Performance Microcellular Nanocomposites Made of Graphene Nanoplatelet-Filled Polysulfone, *Nanomaterials*, 10 (12).
- Anderson, T. L., 2017, Fracture mechanics: fundamentals and applications, CRC press, p.
- Ashby, M. ve Jones, D., 1980, Engineering Materials 1 Pergamon Press, Oxford.
- Bağcı, Ğ., 2006, Epoksi reçinesi ile nanokompozit sentezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, *Yüksek Lisans Tezi*.
- Bedar, A., Tewari, P. K., Bindal, R. C. ve Kar, S., 2020, Enhancing γ -radiation resistant property of polysulfone membranes with carboxylated nanodiamond: Impact and effect of surface tunability, *Applied Surface Science*, 507, 144897.
- Cai, S. M., Li, Y., Liu, H. Y. ve Mai, Y. W., 2019, Effect of electrospun polysulfone/cellulose nanocrystals interleaves on the interlaminar fracture toughness of carbon fiber/epoxy composites, *Composites Science and Technology*, 181.
- Dungani, R., Sumardi, I., Alamsyah, E., Aditiawati, P., Karliati, T. ve Malik, J., 2020, A study on fracture toughness of nano-structured carbon black-filled epoxy composites, *Polymer Bulletin*, 1-19.
- Ekrem, M., 2006, Cam kumaş takviyeli termoplastik kompozitlerin mekanik özellikleri ve kırılma davranışları, *Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*.
- Ekrem, M., Ataberk, N., Avcı, A. ve Akdemir, A., 2017, Improving electrical and mechanical properties of a conductive nano adhesive, *Journal of adhesion science and Technology*, 31 (7), 699-712.
- Eskizeybek, V., Yar, A. ve Avcı, A., 2018, CNT-PAN hybrid nanofibrous mat interleaved carbon/epoxy laminates with improved Mode I interlaminar fracture toughness, *Composites Science and Technology*, 157, 30-39.
- Esmaili, A., Ma, D., Manes, A., Oggioni, T., Jimenez-Suarez, A., Urena, A., Hamouda, A. M. S. ve Sbarufatti, C., 2020, An experimental and numerical investigation of highly strong and tough epoxy based nanocomposite by addition of MWCNTs: Tensile and mode I fracture tests, *Composite Structures*, 252.
- Hashish, M. ve Kent, W., 2013, Trimming of CFRP aircraft components, *WJTA-IMCA conference and Expo*.
- Ioan, S., 2015, Functionalized polysulfones: synthesis, characterization, and applications, CRC Press, p.
- Irwin, G. R., 1957, Analysis of stresses and strains near the end of a crack traversing a plate.
- Lin, X. ve Smith, R., 1999, Finite element modelling of fatigue crack growth of surface cracked plates: Part II: Crack shape change, *Engineering Fracture Mechanics*, 63 (5), 523-540.
- Ma, H., Aravand, M. A. ve Falzon, B. G., 2021, Synergistic enhancement of fracture toughness in multiphase epoxy matrices modified by thermoplastic and carbon nanotubes, *Composites Science and Technology*, 201.
- Mercer, A. D., 1990, Corrosion in seawater systems, *Ellis Horwood, Market Cross House, Cooper Street, Chichester, West Sussex PO 19 1 EB, UK, 1990. 160*.
- Mohammadi, R., Najafabadi, M. A., Saghafi, H. ve Zarouchas, D., 2020, Fracture and fatigue behavior of carbon/epoxy laminates modified by nanofibers, *Composites Part a-Applied Science and Manufacturing*, 137.

- Nguyen, D. D., Vu, C. M. ve Choi, H. J., 2018, Improvement of the mode I interlaminar fracture toughness of glass fiber/epoxy composites using polystyrene electrospun nanofibres, *Polymer Bulletin*, 75 (11), 5089-5102.
- Oğuz, A., 1996, Kırılma Mekaniğine Giriş, Uludağ Üniversitesi, Bursa.
- Paris, P. C. ve Sih, G. C., 1965, Fracture toughness testing and its applications, *Astm Stp*, 381, 30-83.
- Pena-Bahamonde, J., San-Miguel, V., Baselga, J., Fernández-Blázquez, J. P., Gedler, G., Ozisik, R. ve Cabanelas, J. C., 2019, Effect of polysulfone brush functionalization on thermo-mechanical properties of melt extruded graphene/polysulfone nanocomposites, *Carbon*, 151, 84-93.
- Quan, D., Urdaniz, J. L. ve Ivankovic, A., 2018, Enhancing mode-I and mode-II fracture toughness of epoxy and carbon fibre reinforced epoxy composites using multi-walled carbon nanotubes, *Materials & Design*, 143, 81-92.
- Staab, G., 1999, Mechanical test methods for lamina, *Laminar composites ISBN*, 978-970.
- Sun, Z. Y., Xu, L., Chen, Z. G., Wang, Y. H., Tusiime, R., Cheng, C., Zhou, S., Liu, Y., Yu, M. H. ve Zhang, H., 2019, Enhancing the Mechanical and Thermal Properties of Epoxy Resin via Blending with Thermoplastic Polysulfone, *Polymers*, 11 (3).
- Tada, H., Paris, P. ve Irwin, G., 2000, The analysis of cracks handbook, *New York: ASME Press*, 2, 1.
- Tavman, İ. ve Turgut, A., 2006, Mikro ve nano boyutlu tanecik katkılı polimer kompozitlerin mekanik özellikleri, *Proceedings of 11th International Materials Symposium*, 570-575.
- Tizchang, A., Jafarzadeh, Y., Yegani, R. ve Khakpour, S., 2019, The effects of pristine and silanized nanodiamond on the performance of polysulfone membranes for wastewater treatment by MBR system, *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 7 (6), 103447.
- Van der Bruggen, B., 2009, Chemical modification of polyethersulfone nanofiltration membranes: a review, *Journal of applied polymer science*, 114 (1), 630-642.
- Yao, J. W., Zhang, T. ve Niu, Y. F., 2020, Effect of curing time on phase morphology and fracture toughness of PEK-C film interleaved carbon fibre/epoxy composite laminates, *Composite Structures*, 248.
- Yeo, L. Y. ve Friend, J. R., 2006, Electrospinning carbon nanotube polymer composite nanofibers, *Journal of experimental nanoscience*, 1 (2), 177-209.
- Yıldırım, F., 2019, Elektro eğirme yöntemiyle üretilmiş çok cidarlı karbon nanotüp (ÇCKNT) katkılı polivinil alkol (PVA) nanoelyaf takviyeli nanokompozit levhaların üretimi ve mekanik özelliklerinin incelenmesi, *Necmettin Erbakan Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*.
- Yıldırım, F., Ataberk, N. ve Ekrem, M., 2021, Mechanical and thermal properties of a nanocomposite material which epoxy based and reinforced with polyvinyl alcohol nano fibers contained multiwalled carbon nanotube, *Journal of Composite Materials*, 55 (10), 1339-1347.
- Yılmazbayhan, A., 2006, Maleik anhidritle graflanmış oligomerlerin ve i-pp/silikat nanokompozitlerin tepkimeli ekstrüzyon yöntemiyle sentezi ve karakterizasyonu, Hacettepe Üniversitesi, *Yüksek Lisans Tezi*.
- Zhao, X. R., Chen, W., Han, X., Zhao, Y. ve Du, S. Y., 2020, Enhancement of interlaminar fracture toughness in textile-reinforced epoxy composites with polyamide 6/graphene oxide interlaminar toughening tackifier, *Composites Science and Technology*, 191.

Zheng, N., Sun, W., Liu, H.-Y., Huang, Y., Gao, J. ve Mai, Y.-W., 2018, Effects of carboxylated carbon nanotubes on the phase separation behaviour and fracture-mechanical properties of an epoxy/polysulfone blend, *Composites Science and Technology*, 159, 180-188.

