

**NANOPARTİKÜL İLAVESİNİN EPOKSİ ESASLI KOMPOZİT
MALZEMELERDE KÜRLENME DAVRANIŞLARINA ETKİSİNİN
İNCELENMESİ**

GÜLDEN KABAKÇI

**DOKTORA TEZİ
MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**DANIŞMAN
DR. ÖĞR. ÜYESİ MERT KILINÇEL**

DÜZCE, 2023

T.C.
DÜZCE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**NANOPARTİKÜL İLAVESİNİN EPOKSİ ESASLI KOMPOZİT
MALZEMELERDE KÜRLENME DAVRANIŞLARINA ETKİSİNİN
İNCELENMESİ**

Güliden KABAKÇI tarafından hazırlanan tez çalışması aşağıdaki jüri tarafından Düzce Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Mühendisliği Anabilim Dalı'nda **DOKTORA TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Tez Danışmanı

Dr. Öğr. Üyesi Mert KILINÇEL

Düzce Üniversitesi

Eş Danışman

Doç. Dr. Güler Bengüsü TEZEL TANRISEVER

Bolu Abant İzzet Baysal Üniversitesi

Jüri Üyeleri

Dr. Öğr. Üyesi Mert KILINÇEL

Düzce Üniversitesi

Prof. Dr. Serkan SUBAŞI

Düzce Üniversitesi

Prof. Dr. Turgay KIVAK

Düzce Üniversitesi

Doç. Dr. Neşe KEKLİKÇİOĞLU

Sivas Cumhuriyet Üniversitesi

Dr. Öğr. Üyesi Alp Eren ŞAHİN

Kocaeli Üniversitesi

Tez Savunma Tarihi: 29/12/2023

BEYAN

Bu tez çalışmasının kendi çalışmam olduğunu, tezin planlanmasından yazımına kadar bütün aşamalarda etik dışı davranışımın olmadığını, bu tezdeki bütün bilgileri akademik ve etik kurallar içinde elde ettiğimi, bu tez çalışmasıyla elde edilmeyen bütün bilgi ve yorumlara kaynak gösterdiğimi ve bu kaynakları da kaynaklar listesine aldığımı, yine bu tezin çalışılması ve yazımı sırasında patent ve telif haklarını ihlal edici bir davranışımın olmadığını beyan ederim.

29 Aralık 2023

Gülden KABAKÇI

TEŐEKKÜR

Doktora öğrenimimde ve bu tezin hazırlanmasında gösterdiği her türlü destek ve yardımdan dolayı çok değerli hocam Dr. Öğr. Üyesi Mert KILINÇEL'e en içten dileklerle teşekkür ederim.

Tez çalışmam boyunca değerli katkılarını esirgemeyen eş danışmanım Doç. Dr. Güler Bengüsü TEZEL TANRISEVER'e de şükranlarımı sunarım.

Tez sürecim boyunca laboratuvarını kullanmama olanak sağlayan ve değerli katkılarını esirgemeyen tez izleme komite üyesi hocam Prof. Dr. Serkan SUBAŐI'na teşekkür ederim.

Tez sürecim boyunca tecrübeleri ile her zaman yol gösteren tez izleme komite üyesi hocam Prof. Dr. Turgay KIVAK'a teşekkür ederim.

Bu çalışma boyunca yardımlarını ve desteklerini esirgemeyen sevgili aileme, eşime ve bu süreçte beni sabırla bekleyen çocuklarıma sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Bu tez çalışması, Düzce Üniversitesi BAP-2021.06.05.1244 numaralı Bilimsel Araştırma Projesiyle desteklenmiştir

29 Aralık 2023

Gülden KABAŐI

İÇİNDEKİLER

Sayfa No

ŞEKİL LİSTESİ.....	vii
ÇİZELGE LİSTESİ.....	ix
KISALTMALAR.....	x
SİMGELER.....	xi
ÖZET.....	xiii
ABSTRACT.....	xiv
EXTENDED ABSTRACT.....	xv
1. GİRİŞ.....	1
1.1. LİTERATÜR TARAMASI.....	5
1.1.1. Alümina (Al ₂ O ₃).....	5
1.1.2. Grafen Nanoplatelet (GNP).....	7
1.1.3. Titanyum Dioksit (TiO ₂).....	10
1.1.4. Kürlenme Kinetiği.....	11
2. KOMPOZİT MALZEMELER.....	13
2.1. KOMPOZİT MALZEMELERİN SINIFLANDIRMASI.....	13
2.1.1. Matris Türüne Göre Kompozit Malzemeler.....	14
2.1.2. Takviye Elemanına Göre Kompozitler.....	15
2.2. POLİMERLER VE TÜRLERİ.....	16
2.2.1. Termoplastik Polimerler.....	17
2.2.2. Elastomerler.....	18
2.2.3. Termoset Polimerler.....	18
2.3. YAYGIN KULLANILAN TERMOSET REÇİNELER.....	20
2.3.1. Fenolik Reçineler.....	20
2.3.2. Furan Reçineleri.....	21
2.3.3. Poliester Reçineler.....	21
2.3.4. Vinilester Reçineler.....	22
2.3.5. Epoksi Reçineler.....	22
2.4. EPOKSİ KÜR MEKANİZMALARI.....	23
2.4.1. Asit-anhidler Kullanarak Sertleşme.....	27
2.4.2. Amin Kullanarak Sertleşme.....	27
2.4.3. Amid Kullanarak Sertleşme.....	29
2.5. EPOKSİ REÇİNE KÜRLEŞME YÖNTEMLERİ.....	29
2.5.1. Oda Sıcaklığında Kürleşme.....	30
2.5.2. Isı Etkisi ile Sertleşme.....	31
2.6. NANO KOMPOZİTLER.....	31
2.7. NANO PARÇACIKLAR VE YAPILAN ÇALIŞMALAR.....	32
2.7.1. Alümina (Al ₂ O ₃).....	34
2.7.2. TiO ₂	34
2.7.3. Grafen Nanoplatelet.....	35

3. KARAKTERİZASYON YÖNTEMLERİ.....	37
3.1. KÜRLENME DERECESESİ KONTROLÜ	38
3.1.1. DSC Analizi.....	40
3.1.2. Fourier Dönüşümü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR)	42
3.1.3. Diğer Analiz Yöntemleri.....	42
3.2. AKTİVASYON ENERJİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ.....	42
3.3. MEKANİK ÖZELLİKLERİN DEĞERLENDİRİLMESİ	44
4. MATERYAL VE YÖNTEM	46
4.1. MATERYAL	46
4.2. EPOKSİ NANO PARTİKÜL KARIŞIMLARININ HAZIRLANMASI.....	48
4.3. DSC ANALİZİ	49
4.4. ÇEKME DAYANIM DENEYİ	51
4.5. SERTLİK ÖLÇÜMLERİ.....	54
4.6. FTIR ANALİZİ.....	55
4.7. TERMAL İLETKENLİK ANALİZİ.....	56
5. BULGULAR VE TARTIŞMA	57
5.1. SEM SONUÇLARI.....	57
5.2. İZOTERMAL DSC SONUÇLARI.....	58
5.2.1. Ortak DSC Çalışması Sonuçları	69
5.3. KÜRLENME PARAMETRELERİ HESABI	70
5.4. ÇEKME TESTİ SONUÇLARI.....	74
5.5. TOKLUK, ELASTİSİTE VE REZİLYANS MODÜLÜ HESABI.....	79
5.5.1. Tokluk Hesabı.....	80
5.5.2. Elastisite Modülü Hesabı.....	81
5.5.3. Rezilyans Modülü Hesabı.....	82
5.6. SERTLİK ÖLÇÜMLERİ.....	83
5.7. FTIR ANALİZİ.....	84
5.8. TERMAL İLETKENLİK ANALİZİ.....	90
6. SONUÇLAR VE ÖNERİLER.....	92
6.1. SONUÇLAR.....	92
6.2. ÖNERİLER.....	93
7. Kaynaklar	95
ÖZGEÇMİŞ.....	106

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa No

Şekil 1.1. Kürlenme reaksiyonu boyunca termoset yapının değişimi.....	3
Şekil 1.2. Kürlenme sürecinde kürlenme derecesinin değişimi.....	4
Şekil 2.1. Kompozit malzemelerin sınıflandırılması.....	14
Şekil 2.2. Termoplastik malzemelerin şematize gösterimi.....	18
Şekil 2.3. Çapraz bağ oluşturmuş termoset malzeme şematize gösterimi.....	19
Şekil 2.4. Epoksi kür mekanizmaları a) Karıştırma aktivenli b) Katalizör aktivenli.....	25
Şekil 2.5. Çapraz bağ sayısı ve yoğunluğunun analizi.....	26
Şekil 2.6. Epoksi Sertleşme Kademeleri.....	28
Şekil 2.7. Çapraz Bağlı Epoksi.....	29
Şekil 2.8. Sertleştirici olarak kullanılan diaminler.....	30
Şekil 2.9. Sertleştirici olarak kullanılan polifonksiyonel aminler.....	31
Şekil 2.10. Alümina atomlar arası bağ yapısı.....	34
Şekil 2.11 Titanyum dioksit moleküler yapısı.....	35
Şekil 2.12. Grafen plakaları arasındaki Vander-waals bağları.....	35
Şekil 3.1. Kinetik denklem modelleri.....	38
Şekil 3.2. DSC analiz bölmesi kesit görünüşü.....	40
Şekil 4.1. Nano partikül SEM görselleri.....	47
Şekil 4.2. DSC test numunesi hazırlanışı şematik gösterimi.....	48
Şekil 4.3. Karıştırma işlemi tamamlanmış numuneler a) TiO ₂ b) GNP c) Al ₂ O ₃	49
Şekil 4.4. Sürüntü testi numune örnekleri.....	49
Şekil 4.5. Mettler-Toledo DSC1 modülü.....	50
Şekil 4.6. DSC analiz prosedürü a) Hassas terazi b) Panlama işlemi c) DSC numune haznesi d) DSC cihazı.....	51
Şekil 4.7. Kütleme kalıp örneği.....	52
Şekil 4.8. Kür fırını görseli.....	52
Şekil 4.9. Çekme testi numune boyutları.....	53
Şekil 4.10. Çekme testi ve numuneler a) Çekme işlemi örneği b) TiO ₂ c) Al ₂ O ₃ d) GNP.....	53
Şekil 4.11. Test numuneleri hazırlama ve çekme testine ait şematik gösterim.....	54
Şekil 4.12. Sertlik ölçüm cihazı.....	55
Şekil 4.13. Agilent Technologies Cary 630” FTIR cihazı.....	56
Şekil 4.14. C-THERM termal iletkenlik cihazı.....	56
Şekil 5.1. Al ₂ O ₃ , TiO ₂ ve GNP katkılı numunelere ait SEM ve EDS analiz sonuçları a) Al ₂ O ₃ b) GNP c) TiO ₂ d) Saf epoksi.....	57
Şekil 5.2. Al ₂ O ₃ katkılı numunelere ait sıcaklık ve zamana bağlı α-t grafikleri a) % 0.75 b) % 1.25 c) %2.0.....	60
Şekil 5.3. GNP katkılı numunelere ait sıcaklık ve zamana bağlı α-t grafikleri a) %0.75 b) % 1.25 c) %2.0.....	61
Şekil 5.4. TiO ₂ katkılı numunelere ait sıcaklık ve zamana bağlı α-t grafikleri a) %0.75, b) % 1.25, c) %2.0.....	62
Şekil 5.5. Al ₂ O ₃ katkılı epoksin sıcaklığa bağlı kürleşme grafikleri a) 90 °C b) 100 °C c) 120 °C.....	64
Şekil 5.6. GNP katkılı epoksin sıcaklığa bağlı kürleşme grafikleri a) 90 °C b) 100 °C c) 120 °C.....	66
Şekil 5.7. TiO ₂ katkılı epoksin sıcaklığa bağlı kürleşme grafikleri a) 90 °C b) 100 °C c) 120 °C.....	68

Şekil 5.8. Ağırlıkça %0.75 katkı oranında 100°C’de kurlleşme grafiđi.	70
Şekil 5.9. % 0.75 katkı oranında nano partikül türüne göre gerilme-uzama grafiđi.....	75
Şekil 5.10. % 1.0 katkı oranında nano partikül türüne göre gerilme-uzama grafiđi.....	76
Şekil 5.11. % 1.25 katkı oranında nano partikül türüne göre gerilme-uzama grafiđi.....	78
Şekil 5.12. Katkı oranlarına göre nano partikül türünün tokluđa etkisi.....	81
Şekil 5.13. Katkı oranlarına göre nano partikül türünün ve elastisite modülüne etkisi.	82
Şekil 5.14. Katkı oranlarına göre nano partikül türünün rezilyans modülüne etkisi.	83
Şekil 5.15. Nano partikül katkısının kompozit yapının sertliđine etkisi.....	84
Şekil 5.16. FTIR spektrumunda yer alan fonksiyonel grup ve parmak-izi alanları [137].	85
Şekil 5.17. GNP katkılı numunelere ait FTIR spektrumları a) %1.25 b)%1 c) %0.75.....	86
Şekil 5.18. Al ₂ O ₃ katkılı numunelere ait FTIR spektrumları a) %1.25 b)%1 c) %0.75.....	87
Şekil 5.19. Al ₂ O ₃ +epoksi birleşiminde çapraz bağ açılımı modeli.....	88
Şekil 5.20. TiO ₂ katkılı numunelere ait FTIR spektrumları a) %1.25 b)%1 c) %0.75.....	89
Şekil 5.21. TiO ₂ +epoksi birleşiminde çapraz bağ açılımı modeli.	90
Şekil 5.22. Nano partikül katkısının kompozit yapının termal iletkenliđine etkisi.	91

ÇİZELGE LİSTESİ

	<u>Sayfa No</u>
Çizelge 2.1. Polimerlerin gruplandırılması.....	17
Çizelge 2.2. Bazı termoset polimerlerin temel özellikleri.....	20
Çizelge 3.1. Model bağımsız ve Model bağımlı metotlarına ait avantaj ve dezavantajlar.....	39
Çizelge 4.1. Reçine ve sertleştirici teknik bilgileri.....	46
Çizelge 4.2. Nano partikül teknik özellikleri.....	47
Çizelge 4.3. Epoksi içerisine eklenen nano partiküllerin katkı miktarları.....	48
Çizelge 5.1. Nano partikül katkı oranlarına göre model denklem parametreleri.....	72
Çizelge 5.2. Nano partikül katkı oranlarına göre aktivasyon enerjileri.....	74
Çizelge 5.3 Test numunelerin hesaplanan dayanım değerleri.....	79
Çizelge 5.4. Mekanik Özellikler.....	80



KISALTMALAR

DSC	Diferansiyel tarama kalorimetri
FTIR	Fourier dönüşümü kızılötesi spektroskopi
GNP	Grafen nanoplatelet
PNK	Polimer nano kompozit
PTK	Parçacık takviyeli kompozit
AFM	Atomik kuvvet mikroskobu



SİMGELER

A	Üstel öncesi faktör
A ₀	İlk kesit alanı
Al	Alüminyum
Al ₂ O ₃	Alüminyum oksit
Au	Altın
C	Karbon
C ₂ H ₄ O	Etilen oksit
cm ³	Santimetreküüp
Cl	Klor
Cu	Bakır
da/dt	reaksiyon hızı
dk	Dakika
Ea	Aktivasyon enerjisi
f(α)	Reaksiyon modeli
Fe ₃ O ₄	Demir II oksit
Fe ₂ O ₃	Demir III oksit
F _ç	Maksimum yük
g	Gram
Ht	ısı miktarı
l	Isıl genleşme katsayısı
k	Hız sabiti
kj	Kilojoule
KOH	Potasyum hidroksit
L	Kopma anındaki uzunluğu
L ₀	Başlangıç uzunluğu
lt	Litre
m	Başlama reaksiyon sabiti
m ³	Metreküp
Mg	Magnezyum
mgr	Miligram
MJ	Megajoule
ml	Mililitre
mm	Milimetre
MPa	Megapaskal
N	Newton
n	İlerleme reaksiyon hız sabiti
nm	Nanomikron
O	Oksijen
Pd	Paladyum
R	Evrensel gaz sabiti
SiO ₂	Silisyum dioksit
Ti	Titanyum
TiO ₂	Titanyum dioksit
ZnO	Çinko oksit
ZrO ₂	Zirkonyum dioksit
°C	Santigrat
%	Yüzde
α	Kürlenme derecesi

ΔH
 ε
 $\sigma_{\check{c}}$
 σ_k

Toplam reaksiyon ısısı
Kopma uzaması
Çekme dayanımı
Kopma dayanımı



ÖZET

NANOPARTİKÜL İLAVESİNİN EPOKSİ ESASLI KOMPOZİT MALZEMELERDE KÜRLENME DAVRANIŞLARINA ETKİSİNİN İNCELENMESİ

Gülden KABAKÇI
Düzce Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü, Makine Mühendisliği Anabilim Dalı

Doktora Tezi

Danışman: Dr. Öğr. Üyesi Mert KILINÇEL

Eş Danışman: Doç. Dr. Güler Bengüsü TEZEL TANRISEVER

Aralık 2023, 105 sayfa

Yapılan çalışma, epoksi-nano partikül birleşiminin kompozit malzemelerin kürlenme kinetiği ve mekanik özellikleri üzerine etkilerinin değerlendirilmesi amacı ile gerçekleştirilmiştir. Kürlenme kinetiği davranışlarının tespit ve değerlendirilmesinde izotermal diferansiyel tarama kalorimetrisi (DSC) kullanılırken, mekanik özelliklerin belirlenmesi amacı ile çekme, sertlik ve termal iletkenlik deneyleri gerçekleştirilmiştir. Bunlara ek olarak numunelerin kürlenme sonrası bağ yapısının detaylı olarak incelenebilmesi için FTIR testleri yapılmıştır. Çalışmalar, Hexion marka ticari Epikotetm MGS L285 epoksi içerisine ağırlıkça farklı katkı oranlarında TiO₂ (% 0.1-% 0.5-% 1.0), Al₂O₃ (% 0.75-% 1.25-% 2.0) ve grafen nanoplatelet (GNP) (% 0.25-% 0.75-% 1.0) katılarak yapılmıştır. 90-100-120 °C sıcaklıklarda gerçekleştirilen DSC analizlerine ait sonuçlar MATLAB programında (eğri uydurma aracı kullanılarak) modellenmiş ve grafikleştirilmiştir. Matematiksel modellerin oluşturulmasında epoksi-nano partikül sistemlerinin kürlenmesini en iyi tanımlayan model olan Kamal-Sourour kinetik modeli kullanılmıştır. Elde edilen kinetik parametreleri ve her sisteme ait kürlenme reaksiyonları Arrhenius yasalarına göre analiz edilmiştir. Analiz sonuçlarına göre minimum aktivasyon enerjileri Al₂O₃'te 21.88 kJ/mol, TiO₂'de 11.12 kJ/mol ve GNP'de 9 kJ/mol olarak bulunmuş; Kamal modeline en uygun eğrilerin tüm partiküller için 100 °C'de olduğu gözlenmiştir. Bir kimyasal reaksiyonun aktivasyon enerjisinin düşük olması bu reaksiyonun daha kısa sürede gerçekleşeceğini ifade ettiğinden, %100 kürlenmiş yapıya ulaşmada en anlamlı modelin GNP olacağı düşünülmektedir. İkinci basamak çalışmalarında tespit edilen optimum sıcaklık değerinde (100 °C) her nano partikül siteminin kendi içerisinde en yüksek kürlenme hızına ulaştığı %0.75-1.0-1.25 katkı oranları ortak değer olarak kabul edilerek DSC çalışmaları, çekme, sertlik ve termal iletkenlik analizleri tekrar gerçekleştirilmiştir. En yüksek çekme dayanımına %1.25 Al₂O₃ katılı numunelerde ulaşılırken, en yüksek kopma uzamasına %1.0 TiO₂ katılı numunede ulaşılmıştır. Diğer yandan en yüksek sertlik ise % 1.25 Al₂O₃ katılı numunede tespit edilmiştir. Saf epoksiye kıyasla çekme dayanımı, kopma uzaması ve sertlikte sırası ile %140.32, % 175, % 7 artış tespit edilmiştir. En yüksek termal iletkenlik değerlerine ise tüm parçacıklar için %1.25 oranında ulaşılmıştır. Termal iletkenlik; referans numune ile karşılaştırıldığında GNP, TiO₂ ve Al₂O₃ katılı numunelerde sırası ile %123.5, %69 ve %47 artış göstermiştir.

Anahtar sözcükler: Kompozit malzeme, Kürlenme kinetiği, DSC, Nano partikül, Çekme dayanımı.

ABSTRACT

INVESTIGATION OF THE EFFECT OF NANOPARTICLE ADDITION ON THE CURING BEHAVIOR OF EPOXY BASED COMPOSITE MATERIALS

Gülden KABAKÇI

Düzce University

Graduate School of Natural and Applied Sciences, Department of Mechanical Engineering

Doctoral Thesis

Supervisor: Asst. Prof. Mert KILINÇEL

Co-Supervisor: Assoc. Prof. Güler Bengüsu TEZEL TANRISEVER

December 2023, 105 pages

The study was carried out to evaluate the effects of epoxy-nanoparticle combination on the curing kinetics and mechanical properties of composite materials. While isothermal differential scanning calorimetry (DSC) was used to detect and evaluate curing kinetic behaviors, tensile, hardness and thermal conductivity experiments were carried out to determine mechanical properties. In addition, FTIR tests were performed to examine the bond structure of the samples in detail after curing. Studies have shown that TiO₂ (%0.1-%0.5-%1.0), Al₂O₃ (%0.75-%1.25-%2.0) and graphene nanoplatelet (GNP) (%0.25-%0.75) were added to Hexion brand commercial Epikotem MGS L285 epoxy at different weight ratios. It was made by adding %1.0. The results of DSC analyzes performed at temperatures of 90-100-120 °C were modeled and graphed in the MATLAB program (using the curve fitting tool). The Kamal-Sourour kinetic model, which is the model that best describes the curing of epoxy-nanoparticle systems, was used to create mathematical models. The obtained kinetic parameters and the cure reactions of each system were analyzed according to Arrhenius laws. According to the analysis results, the minimum activation energies were found to be 21.88 kJ/mol in Al₂O₃, 11.12 kJ/mol in TiO₂ and 9 kJ/mol in GNP; It was observed that the curves best suited to the Kamal model were formed at 100 °C for all particles. Since the lower activation energy of a chemical reaction means that this reaction will occur in a shorter time, it is thought that GNP will be the most meaningful model in reaching a 100% cured structure. At the optimum temperature value (100 °C) determined in the second step studies, DSC studies, tensile, hardness and thermal conductivity analyzes were carried out again, accepting the %0.75-1.0-1.25 contribution rates at which each nanoparticle system reached its highest curing speed as the common value. While the highest tensile strength was achieved in the samples with %1.25 Al₂O₃ added, the highest elongation at break was reached in the sample with %1.0 TiO₂ added. On the other hand, the highest hardness was detected in the sample with %1.25 Al₂O₃ added. Compared to pure epoxy, an increase of %140.32, %175 and %7 in tensile strength, elongation at break and hardness, respectively, was detected. The highest thermal conductivity values were reached at %1.25 for all particles. Thermal conductivity; Compared to the reference sample, it increased by %123.5, %69 and %47, respectively, in GNP, TiO₂ and Al₂O₃ added samples.

Keywords: Composite material, Curing kinetics, DSC, Nanoparticle, Tensile strength.

EXTENDED ABSTRACT

INVESTIGATION OF THE EFFECT OF NANOPARTICLE ADDITION ON THE CURING BEHAVIOR OF EPOXY BASED COMPOSITE MATERIALS

Gülden KABAKÇI

Düzce University

Graduate School of Natural and Applied Sciences, Department of Mechanical
Engineering

Doctoral Thesis

Supervisor: Asst. Prof. Mert KILINÇEL

Co-Supervisor: Assoc. Prof. Güler Bengüsu TEZEL TANRISEVER

December 2023, 105 pages

1. INTRODUCTION

Recent studies indicate that nanocomposites produced by adding nanoparticles to epoxy can significantly increase their mechanical abilities and kinetic parameters such as tensile strength, toughness, hardness, and fatigue resistance. Changes in the properties of polymer composites by additives; The natural properties of the matrix and additive are affected by many variables such as the chemical structure of the additive, grain size and shape, and bonding properties. The solidification of epoxy polymers by gaining a three-dimensional network structure is expressed as curing. There are two different methods for the evaluation of epoxy curing kinetics, mechanical and phenomenological (empirical). Mechanical methods evaluate the equilibria during chemical transformation. However, since curing reactions involve very complex transformations due to chemical kinetic and physical state changes, it is very difficult to develop a mechanical model that is fully compatible with these reactions. Phenomenological models, which focus on the type of reaction models, the selection of initial parameters and the correct evaluation of the result parameters, therefore find more widespread use in curing kinetics studies. The important variables in establishing the curing kinetic parameters are temperature, pressure, and time. There are many studies in the literature on modeling the curing kinetics of pure epoxy, but the evaluation of the curing kinetics of nanoparticle-doped epoxy has become the focus of new generation research. In this study, the effects of Al₂O₃, TiO₂ and GNP additives on the curing kinetic parameters and mechanical properties of epoxy were investigated. While isothermal differential scanning calorimetry (DSC) was used to evaluate the curing kinetic behaviors, tensile and hardness tests were performed to determine the mechanical properties.

2. MATERIAL AND METHODS

This study was carried out with Epikotetm MGS L285 epoxy, commercially available from Hexion, with an equivalent weight of 155-170 and a density of 1.18-1.23 g/cm³. Liquid MGS LH285 commercial hardener was used to cure the resin. In studies on the use of nanoparticles in epoxy, Al₂O₃, TiO₂ and GNP are preferred with their effective properties. The studies were carried out using these three nanoparticles in varying proportions and at temperatures of 90-100-120 °C. The test samples were prepared by subjecting them to mechanical stirring for 15 minutes and magnetic stirring for 5 minutes at room temperature in order to ensure homogeneous dispersion of nanoparticles into the resin. Again at room temperature, it was mixed with the hardener in stoichiometric ratio. Kinetic scanning of the Epoxy-Nanoparticle system was performed by means of Differential Scanning Calorimetry (DSC). In the second stage, the cured and cut test samples were subjected to tensile testing at a speed of 2mm/min with different load cells according to TS EN ISO 527-1 standard, and maximum tensile and stress-strain values were reached. On the other hand, Shore D hardness values of the samples were calculated using the TIME TH-210 digital hardness meter in accordance with the ASTM D2240 standard and finally thermal conductivity analyzes were performed. In addition, FTIR tests were performed to examine the bond structure of the samples in detail after curing.

3. RESULTS AND DISCUSSIONS

SEM images showed globular formations in Al₂O₃, plates in GNP and spheroidal formations in TiO₂. The pore formation detected in Al₂O₃ and TiO₂ doped test samples is expressed in the literature as proof that effective matrix/additive interaction occurs and the distribution of nanoparticles is homogeneous. At the same time, the formation of filled pores in Al₂O₃ added epoxy was observed in a small number and in spots. This is attributed to the weakness of the interaction between the filler/matrix. It was observed that GNPs were less dispersed as they were added to the structure as plates as described in the literature. The degree of curing increased rapidly in the initial stage of the curing reaction at constant temperature, and tended to reach a constant value in the later stages. It is thought that this tendency can be attributed to the sequential reactions of chain elongation, branching and cross-linking of the epoxy resin during polymerization. As expected, the reactivity increased and the k-values increased depending on the temperature increase. The highest “k” values were calculated as 0.01260, 0.005040,

0.003484 in Al₂O₃, graphene nanoplatelet and TiO₂. The “m” reaction constants also showed similar behavior and the highest values were calculated as 1.3640, 1.0500, 0.7244 in Al₂O₃, graphene nanoplatelet and TiO₂. Among the different nanoparticle modified epoxy test samples, the highest load carrying capacity and maximum tensile strength were determined in the sample containing “epoxy + %1.25 Al₂O₃”. The addition of TiO₂ has a %3 lower rate of increase in mechanical properties compared to Al₂O₃. The GNP additive had reduced mechanical properties compared to other nanoparticles and empty epoxy. The highest thermal conductivity values were reached at %1.25 for all particles. Thermal conductivity; Compared to the reference sample, it increased by %123.5, %69 and %47, respectively, in GNP, TiO₂ and Al₂O₃ added samples.

4. CONCLUSION AND OUTLOOK

As the temperature increased, the kinetic parameters “k” and “m” increased for all additive amounts. This indicates that nanoparticles added to the epoxy during the early curing process have a positive effect on curing. It was observed that the particles added to the resin reduced the activation energy of the reaction by %30, except for %1.25 Al₂O₃. Addition of Al₂O₃ significantly increased the tensile strength of the epoxy, but decreased the elongation at break by %38. While the toughness values increased for all particle types with %0.75 additive ratio, they decreased for GNP at %1.0-1.25. An increase was observed for the modulus of elasticity, all particle types and additive ratios. The highest value was measured in Al₂O₃ at %1.0 additive ratio. In the hardness measurements, an increase was observed for all particle types and additive ratios. The highest value was measured in Al₂O₃ with an additive ratio of %1.25. The highest thermal conductivity value was reached in GNP added samples, which showed a 123.5% increase compared to the reference sample.

1. GİRİŞ

Kompozit malzemeler, farklı türlerde iki ya da daha fazla malzemenin birleştirilmesi ile üretilen ve bileşenlerinden daha üstün özelliklere sahip olan malzemeler olarak tanımlanmaktadır. Son yıllarda kompozit malzemelerin kullanımı endüstriyel pek çok alanda artış göstermiş ve bu artış oranı günümüzde hız kazanmaya devam etmiştir. Kompozit malzemelerin endüstride tercih edilmesini sağlayan; yüksek özgül mukavemet ve sertlik gibi özelliklerinin yanında talep edilen mekanik ihtiyaçlar doğrultusunda güncellenebilen imalat esnekliğine sahip olmalarıdır [1]. Özellikle hafifliğin talep edildiği uygulamalarda metaller gibi genel geçer malzemelerin yerine, diğer malzemelere oranla daha iyi özellikler sergileyen kompozit malzemeler tercih edilmektedir [2], [3]. Kompozit malzemeler ayrıca, bir parçanın esas olarak tek yönlü yüklemeye maruz kalması gibi, bir parçanın yönlü mukavemetinin uyarlanmasıyla faydalı olduğu durumlarda da kullanılmaktadır [1].

Kompozit yapıyı oluşturan bileşenlerden biri malzemeleri birbirine bağlama görevini gerçekleştiren matris diğeri ise takviye elemanıdır. Kompozit malzemeler matris türüne göre metal, seramik ve polimerik kompozitler olarak sınıflandırılmaktadır. Endüstriyel uygulamalarda düşük ağırlık, ucuzluk, üstün şekillendirilebilme, kimyasal ve korozyon dayanımı gibi özellikleri ile en yaygın kullanıma sahip olan kompozit grubu polimer kompozitlerdir [4].

Polimerik kompozit yapılara istenen özelliklerin kazandırılmasında polimer yapıların özelliklerinin tam anlamıyla bilinmesi ve karışımları ile gözlenebilecek özellikler hakkında çalışmalar yapılması oldukça önemlidir. Polimer yapılar, küçük boyutlu moleküllerin birleşmesi ile oluşan makro bileşiklerdir. Zincir yapısına, kökenine, monomer cinsine, sentez metoduna ve ısı karşısında gösterdikleri davranışlara göre farklı statülerde sınıflandırılmaktadırlar [5].

Polimer kompozitlerin yaygın olarak kullanılması, bu yapılardan beklenen özellikleri çeşitlendirmiş bu da polimerler üzerinde gerçekleştirilen araştırma sayısında artış sağlamıştır. Talep edilen yeni özellik kombinasyonlarının polimer kompozitlere kazandırılması için fiber ve parçacık dolguları tercih edilmeye başlanmıştır. Endüstriyel

uygulamaların hemen hepsinde kompozit yapılarda mekanik özelliklerin iyileştirilmesi için fiber takviyesi yaygın olarak kullanılmaktadır. Yeni nesil çalışmalarda fiber takviyesi ile birlikte parçacık takviyeleri de kullanılmaya başlanmıştır. Bu şekilde üretilen kompozit yapılara polimerik nano kompozit denilmektedir [6].

Polimer kompozit yapıları malzemeler otomotiv-taşıma sektörü, inşaat sektörü, elektronik ekipman imalatı, sıvı nakil boruları imalatı gibi alanlarda %30'luk yüksek talep oranına sahiptir [7]. Özellikle otomotiv ve uçak sanayinde, zararlı gaz salımının azaltılması için daha hafif malzeme üretimi ile yakıt tüketimi daha az araçlar üretilmesi öncelikli hedefler arasında yer almaktadır. Bu da geleneksel metalik malzemeler yerine kompozit malzeme kullanımını artırmıştır. İnşaat uygulamalarında kolay şekillendirilebilme, hafiflik, iyi yalıtım özellikleri gibi özellikleri ile kompozit yapılar tercih edilmektedir [8].

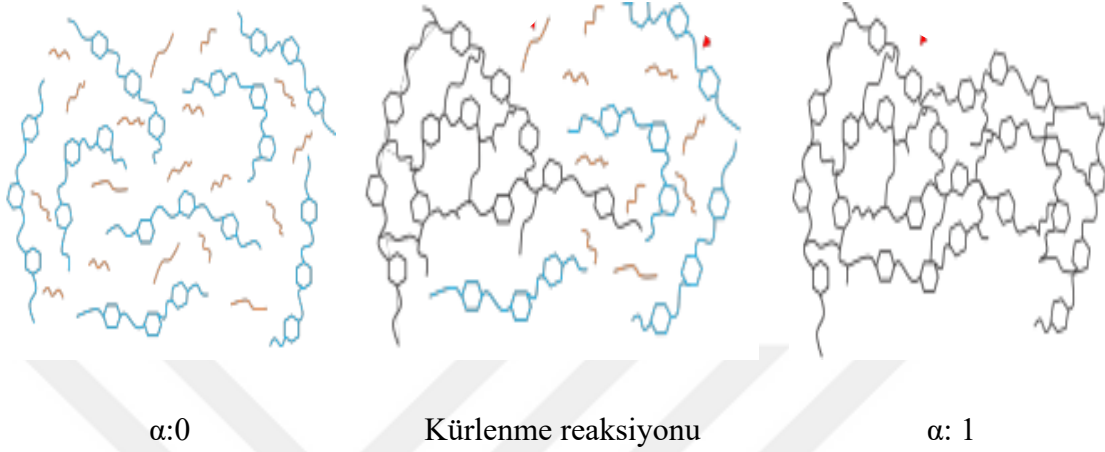
Artan taleplerin karşılanmasında kompozit malzeme üretim süreçlerinin optimizasyonunu bir zorunluluk haline getirmiştir. Kompozit imalat süreçlerinin optimize edilmesinde temel kriterler; doğru takviye ve matris malzemelerinin seçimi, talep edilen özelliklerin sağlanması için optimum miktarlarda parçacık takviyesinin sağlanması ile sıcaklık ve kürlenme sürelerinin tespitidir [9]. Bu kriterlerin seçiminde enerji tüketim maliyetlerinin ve işçilik kullanım miktarlarının düşürülmesi için imalat süresinin kısaltılması ve malzeme ağırlığının düşürülmesi gereklilikleri kısıtlayıcı etkenlerdir. Kompozit malzemelerin ağırlığının azaltılmasında çeşitli parçacık takviyeleri üzerine araştırmalar yapılırken, imalat sürelerinin kısaltılması için kürlenme (sertleşme) süreçlerinin optimizasyonu üzerine çalışmalar devam etmektedir. Kürlenme sürecinin optimizasyonu malzemelerin kürlenme kinetik parametrelerinin detaylı olarak incelenmesini gerekli kılmaktadır.

Kompozit malzemeler ısı karşısında gösterdikleri davranışlara göre termoset ve termoplastik olarak sınıflandırılmaktadırlar. Termoset reçineler, kompozit malzemelerde kullanılan yaygın bir matris grubudur. Bu reçineler, geri dönüşü olmayan bir kimyasal süreç olan kürlenme (sertleşme) reaksiyonuna girebilen polimer bazlı malzemelerdir [10].

Kürlenme reaksiyonu öncesinde kısa zincirli monomerlerden oluşan termosetler kürlenme sürecinde bu monomerlerin birbirleriyle çapraz bağlar oluşturması sonucu polimerize bir yapı kazanırlar [11]. Kürlenme süreci şematik olarak Şekil 1.1'de

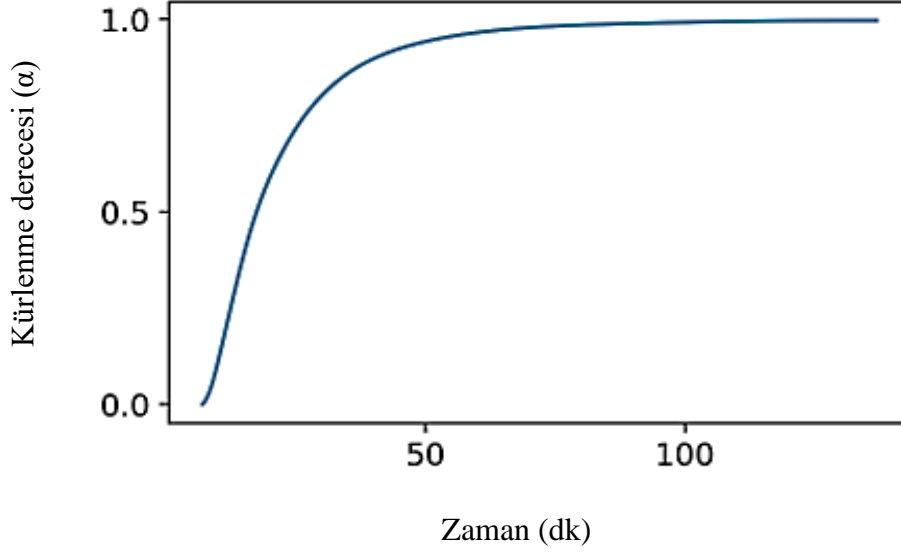
gösterilmiştir.

Sertleşme reaksiyonunun kürlenme derecesi (α) malzemede oluşan çapraz bağ sayısının malzemede yer alan toplam bağ sayısına oranıdır. Bu boyutsuz oran, 0-1 arasında bir değere sahiptir [12].



Şekil 1.1. Kürlenme reaksiyonu boyunca termoset yapının değişimi [13].

Tamamen monomerlerden oluşan yapısında çapraz bağ oluşmamış malzemelerde kürlenme derecesi 0, tamamen kürlenmiş çapraz bağ sayısı maksimum sayıya ulaşmış malzemelerde de kürlenme derecesi 1 olarak kabul edilir. Termoset malzemelerin kürlenme işlemleri genellikle belirlen bir süre boyunca yüksek sıcaklıkta ya da kademeli olarak yükselen sıcaklıklara ısıtılması ve bu sıcaklıkta tutulması ile gerçekleştirilmektedir. Kürlenme işleminde farklı termoset malzemeler için farklı sıcaklık ve kür süresi seçilmelidir. Örnek bir kürlenme derecesi değişim grafiği Şekil 1.2'de gösterilmiştir.



Şekil 1.2. Kürlenme sürecinde kürlenme derecesinin değişimi [12].

Kürlenme ile oluşan çapraz bağların sayısı mikro ölçekte moleküler yapıyı etkilerken buna bağlı olarak da makro ölçekte malzeme davranışını etkilemektedir. Reçine viskozitesi, ısıl genleşme katsayısı, mukavemeti ve sertliği kürlenme süreci boyunca değişmektedir [14]. Bu mekanik özellikler üretilen malzemenin davranışını ve buna bağlı olarak üretim metodunu etkileyeceğinden kürlenme işlemi sırasında kür derecesini doğru tespit edebilmek oldukça önemlidir. Kürlenme reaksiyonunun hızı α 'nın zamana göre değişiminin ölçüsü olan sertleşme oranı ile gösterilir ve birkaç faktöre bağlıdır [15].

Kürlenme hızını etkileyen temel faktör sıcaklıktır [16]. Temel olarak kürlenme işleminin gerçekleştirildiği ortam sıcaklığı ne kadar fazla ise malzeme o kadar hızlı sertleşir. Bundan dolayı termoset malzemeler kürlenme sıcaklığının doğru ölçülmesi ve sıcaklık kontrolünün aktif olarak sağlanabilmesi için fırınlarda ya da otoklavlarda kürlenmektedir [1]. Termoset malzemelerin büyük çoğunluğunda kürlenmeyi sağlayan çapraz bağların oluşabilmesi için belirli sınır sıcaklıklarının aşılması gerekmektedir.

İkinci faktör, malzemenin anlık kürlenme derecesidir [16]. $\alpha=1$ 'e yaklaştıkça malzeme içerisinde oluşabilecek çapraz bağ sayısı azalmakta ve buna bağlı olarak kürlenme hızı düşmektedir.

Özel reçine sistemleri dışında, termosetlerin kürlenme hızının bu iki faktöre bağlılık oranı birbirine yakınlık göstermektedir. Bu durumun sebebi farklı reçinelerin farklı kimyasal içerikleri dolayısıyla kürlenme sırasında sıcaklık etkisi ile farklı kimyasal

değişimler göstermeleridir. Kürlenme reaksiyonunun ilerlemesinin sıcaklık ve α gibi faktörlere bağlı oluşu malzemenin kür-kinetik ilişkisi ile açıklanmaktadır [17].

Bir termoset sistemin kürlenme kinetiği kendisine özgüdür ve kürlenme işleminde gerçekleşen kimyasal reaksiyonlara bağlıdır. Kürlenme sırasında gerçekleşen çapraz bağlanma reaksiyonu farklı şekillerde oluşabilir. İlk olarak bir molekül tamamen polimerize olmadan önce çoklu bağlar oluşturarak çok sayıda farklı ara kimyasal bağlanmalar gerçekleştirebilmektedir [18]. Bu kimyasal bağlanmalar tek bir kürlenme reaksiyonunda farklı sıcaklık eşikleri oluşumu ile bu reçine sistemine özgü bir kürlenme kinetiği meydana getiren çok sayıda aktivasyon enerjisi oluşturabilir. Buna bağlı olarak sıcaklık ve α 'da meydana gelen değişim her reçine sisteminde kürlenme derecesinin farklı oranlarda etkilemektedir.

Kompozit bir yapının davranışının incelenmesinde ya da yeni bir üretim sisteminin araştırılması sırasında, malzemenin kürlenme kinetiğinin doğru bir şekilde analiz edilmesi vazgeçilmez bir zorunluluktur. Kürlenme derecesi ve sıcaklık arasındaki bağıllık oranı her reçine sistemi için değiştiğinden, her kür sistemi için özel bir kürlenme kinetik modelinin oluşturulması kompozit yapılarında imalatında önemli basamaklardan biridir.

1.1. LİTERATÜR TARAMASI

1.1.1. Alümina (Al_2O_3)

Farklı nano boyutlardaki (0-5-10-40-60-120 nm) alümina partiküllerinin epoksi reçine içerisine hacimce %50 oranında eklenmesi ile epoksinin termal iletkenlik, dinamik mekanik yapı ve mekanik özellikleri üzerine etkisi değerlendirilmiştir. Yapılan deneyler sonucunda partikül boyutunun artması ile kompozit yapının camsı geçiş sıcaklığının ve ısı iletkenliğinin düştüğü ancak enerji depolama modülünün arttığı tespit edilmiştir. Ölçülen en yüksek ısı iletkenlik ve enerji depolama modülü sırası ile 0.679 (W/mK) ve 160MPa olarak kaydedilmiştir. Saf reçineye kıyasla termal iletkenlik 2.7 kat, enerji depolama modülü ise 3.2 kat artış göstermiştir [19].

Yapılan bir çalışmada 30 nm boyutunda ağırlıkça %1.0, %3.0, %5.0, %7.0 oranlarında nano alümina epoksi reçineye ilave edilerek kompozit plakalar üretilmiştir. Üretilen nanokompozit yapının çekme ve darbe analizleri gerçekleştirilmiştir. %3 katkı oranında çekme dayanımı (74.83 MPa) , darbe dayanımı(13.79 kJ/m²) ve kopma uzaması sırası

ile %82.60, %63,58, %33,38 artarak maksimum deęerlere ulaşmıştır [20].

Şakir Y. Ve arkadaşları epoksi içerisine ağırlıkça %5.0-%2.0 aralığında farklı oranlarda çok duvarlı karbon nanotüp (MWCNT) ve alümina ekleyerek gerçekleştirdikleri çalışmada malzemenin mekanik özellikleri üzerinde oluşan deęişimleri incelemiştir. Yapılan nanopartikül ilavesinin epoksi ile nanopartikül etkileşimim katkı oranı arttıkça iyileştğini ortaya koymaktadır. Camsı geçiş sıcaklığının katkı oranına paralel olarak artış gösterdiğini, bu artışta alümina ilavesinin MWCNT'den daha etkili olduğunu göstermektedir. En yüksek çekme dayanımına sırası ile %1.25 MWCNT ve %1.0 alümina ilavesinde ulaşılmış, katkı oranı artırıldıkça çekme dayanımı düşmüştür.

Şhabaz ve arkadaşlarının gerçekleştirdiği çalışmada, karbonfiber ile takviye edilmiş epoksi reçine içerisine nano boyutlu Al_2O_3 ve SiC eklenerek üretilen nanokompozitlerin mekanik özellikleri deęerlendirilmiştir. Al_2O_3 için ağırlıkça %1.0, %1.5, %1.75, %2. ve SiC için ağırlıkça %1, %1.25, %1.5, %2.0 katkı oranlarında çalışmalar gerçekleştirilmiştir. Maksimum çekme dayanımına %1.75 Al_2O_3 katkılı numunede ulaşılmış, çekme dayanımı, elastikiyet modülü ve sertlikte sırası ile %29.54, %2.42 ve %74'lük artış kaydedilmiştir. Katkı oranının %2'ye çıkması ile tüm özelliklerde düşüş gözlenmiştir. Elde edilen bu iyileşmelerin epoksi ile Al_2O_3 arasında gerçekleşen hidrojen bağlarından kaynaklandığı not edilmiştir [21].

Omar ve arkadaşlarının gerçekleştirdiği çalışmada, epoksi reçine içerisine ağırlıkça %0.25, %0.5, %0.75 ve %1.0 oranlarında Al_2O_3 (60nm) katkısının malzemenin mekanik özelliklerine etkisi deęerlendirilmiştir. Yapılan testlerde en iyi çekme dayanımına %31 artış ile %1.0 katkı oranında ulaşılrken en yüksek sertlik deęerine %5.5 artışla %0.75 katkı oranında ulaşılmıştır. Çekme özelliklerinde meydana gelen artışın Al_2O_3 arasında gerçekleşen hidrojen bağlarından kaynaklandığı not edilmiştir [22].

Simunin ve arkadaşlarının epoksi içerisine ağırlıkça %0.2, %0.5, %1.0 ve %2.0 Al_2O_3 ekleyerek yaptıkları çalışmada, en iyi sonuçlara bükülme mukavemetinde %73.17, elastikiyet modülünde %34.06 artış ile %2.0 Al_2O_3 katkı oranında ulaşmıştır. Buna ek olarak ısıl iletkenliğinde iyileşme sağlandığını not etmiştir [23].

Osman ve arkadaşlarının gerçekleştirdiği çalışmada epoksi içerisine grafenoksit ve Al_2O_3 ekleyerek ürettikleri nano kompozitlerin termal ve mekanik özelliklerini deęerlendirmişlerdir. Analizler sonrasında nano partiküllerin eklenmesi ile saf epoksiye kıyasla çekme dayanımı, rezilyans modülü ve termal iletkenliği sırası ile %22.56, %4.6

ve %23.4 oranında artış sağladığını tespit edilmiştir [24].

Ghadami ve arkadaşları, epoksi matrise ağırlıkça %1.5, %3.0 ve %5.0 Al_2O_3 nanopartikül katkısı ile ürettikleri nanokompozitlerin mekanik özelliklerini araştırmışlar ve en yüksek çekme dayanımına saf epoksiye kıyasla %46.5 artışla %1.5 Al_2O_3 katkılı yapıda ulaşımlardır [25].

Şakir ve arkadaşlarının yaptıkları çalışmada epoksi içerisine ağırlıkça %0.5-%2.0 arlığında değişken oranlarda karbon nanotüp ve Al_2O_3 ekleyerek gerçekleştirdikleri çalışmada kompozit yapının kimyasal, mekanik ve termal özelliklerindeki değişimi değerlendirmişlerdir. Yapılan analizler sonrasında Al_2O_3 katkısının camsı geçiş sıcaklığını karbon nanotüpten daha fazla arttırdığını tespit etmişlerdir. Bu durum alümina partiküllerinin epoksi ile daha iyi bir arayüzey oluşturmaya bağlanmıştır. Çekme dayanımı, tokluk ve elastikiyet modülünde maksimum artışlar %1.0 Al_2O_3 katkısında sırası ile %27.6, %187.9 ve %18.7 olarak ölçülmüştür. Ayrıca her iki partikülünde termal iletkenliği artırdığı not edilmiştir [26].

Mishra ve arkadaşlarının epoksi içerisine %1-%5 oranında Al_2O_3 ekleyerek gerçekleştirdikleri çalışmada malzemenin kazandığı mekanik ve termal özellikler değerlendirilmiştir. Yapılan analizler tüm özelliklerde maksimum değerlere %3'lük katkı oranında ulaşıldığı bu oranın üzerine çıkıldığında özelliklerde düşüş olduğunu göstermektedir. %3 Al_2O_3 katkısı ile çekme dayanımı, kopma uzaması, tokluk, sertlik ve termal iletkenlik değerlerinde sırası ile %141.0, %11.0, %71.0, %73.0 ve %26.0 artış tespit etmişlerdir. Çekme dayanımı ve kopma uzamasında meydana gelen artışın alüminanın nem geri kazanım özelliğinden dolayı kürlenme esnasında ortaya çıkan OH gruplarının oluşturduğu hidrojen bağlarının bağlanmıştır [27].

Huang ve arkadaşları ağırlıkça %1.0, %3.0, %5.0, %7.0 ve %10.0 oranında Al_2O_3 ve epoksi karışımı ile hazırladıkları nanokompozitlerin ısıl iletkenliğini değerlendirmişlerdir. Yapılan testler sonucunda katkı oranının artması ile termal iletkenliğin arttığını ve %10 katkı oranında saf epoksiye kıyasla %34 artış sağlandığını tespit etmişlerdir [28].

1.1.2. Grafen Nanoplatelet (GNP)

Namdev ve arkadaşları, ağırlıkça %0.25, %0.5, %1.0 grafen nanoplatelet katkısının epoksi reçinenin mekanik özellikleri üzerine etkisini değerlendirmişlerdir. Testler sonrasında %0.5'lik katkı oranına kadar çekme özelliklerinin iyileştiğini bu orandan

sonra azalma eğilimi gösterdiğini kaydetmişlerdir. %0.5 GNP katkısı saf epoksinin çekme dayanımını %16, elastikiyet modülünü % 28 artırmıştır. Aynı zamanda saf epoksi reçinenin sertlik değerinin 79 olarak ölçüldüğünü ve GNP katkısının artması ile sertlik değerlerinin arttığını, %1.0 katkı oranında 83'e yükseldiğini tespit etmişlerdir [29].

Namdev ve arkadaşları, ağırlıkça %0.3, %0.5 ve %0.7 GNP katkısı ile geliştirdikleri nano kompozitlerin mekanik özellikleri ve termal iletkenliğindeki değişimi değerlendirmişlerdir. Yapılan testler sonrasında mekanik özelliklerin ve termal iletkenliğin %0.5'e kadar arttığını, daha yüksek dolgu oranlarında iase düşme eğilimi sergilediğini kaydetmişlerdir. %0.5 GNP katkısında saf epoksiye kıyasla çekme dayanımı ve sertlikte sırası %11 ve %7 artış gözlenmiştir [30].

Wang ve arkadaşları fiber takviyeli olarak ürettikleri nanokompozitlerin matrisi olarak ağırlıkça %3 ve %5 GNP katkılı epoksi reçine sistemi kullanmışlardır. Yapılan analizlerde saf epoksiye kıyasla elastikiyet modülünün %48.8 ve termal iletkenliğin %115.0 artış gösterdiği not edilmiştir [31].

Hadimani ve arkadaşları ağırlıkça % 0.5, %1.0, %1.5 ve %2.0 GNP katkısının epoksinin mekanik özellikleri üzerindeki etkisini değerlendirmişlerdir. Yapılan testlerde çekme dayanımının GNP katkısının %1.0'a kadar artması ile arttığının daha yüksek yüklerde ise düşüş gösterdiğini kaydetmişlerdir. Çekme dayanımı ve elastikiyet modül değerinin saf epoksiye oranla sırası ile %8 ve %16 oranında arttığı belirtilmiştir. Sertlik analizlerinde ise katkı oranının artması ile shore D sertliğinin de arttığını ve %2 katkı oranında saf epoksiye oranla %12.6 sertlik artışı sağlandığı tespit edilmiştir [32].

Sapuan ve arkadaşları, biyokütle kaynaklı %28 karbonla üretilen yeşil polimer matris içerisine ağırlıkça %0.1, %0.25 ve %0.5 GNP yüklemesi ile geliştirdikleri yeşil epoksi nanokompozitlerin morfolojik, termal, termo-mekanik ve mekanik davranışı değerlendirmişlerdir. Yapılan değerlendirmede çekme testinde %6,45 ve sertlikte %13,3 artış elde etmişlerdir [33].

Pour ve ekibi, ağırlıkça %1.0, %3.0 ve %5.0 GNP içeren nanokompozitlerin young modülü ve eğilme modülü değişimini incelemişlerdir. Ağırlıkça %3 GNP katkılı nano kompozitlerde young modülü, eğilme modülünde ve sertliğinde sırası ile %30, %54 ve %94 artış tespit etmişlerdir. %3'lük oranın aşılması ile mekanik özelliklerin düşüş gösterdiğini gözlemlemişlerdir. Aynı zamanda saf reçine matrisine oranla termal

iletkenliğin %5 artış gösterdiği kaydedilmiştir [34].

Shabberhussain ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada %0.1 ve %0.5 GNP katkılı nano kompozitler üreterek, nanopartüküllerin mekanik özelliklere etkisini değerlendirmişlerdir. Çekme dayanımı %0,1 ve %0,5 GNP katkısı ile sırasıyla %35.8 ve %40.4 artmıştır. %0.5 GNP katkılı nano kompozitlerin çekme modülü, katkısız nano kompozitlere göre %11.8 oranında azalmıştır [35].

Tarawneh ve arkadaşları epoksi matris içerisine ağırlıkça %0.1, %0.3, %0.5 ve %0.7 oranında GNP eklemiş yapının kazandığı yeni mekanik ve termal özellikleri değerlendirmişlerdir. %0,3 GNP içeren nanokompozitlerin; bükülme dayanımı, bükülme modülü, çekme dayanımı ve çekme modülü, saf epoksi göre sırasıyla %14, %25, %19 ve %8 artış göstermiştir. Ayrıca camsı geçiş sıcaklığının 3,3°C ve termal iletkenliğin %30-39 oranında arttığı tespit edilmiştir [36].

Agustina ve arkadaşları epoksi içerisine ağırlıkça %0-%10.0 oranında GNP ekleyerek kompozit yapılar üretmiş ve mekanik özelliklerini değerlendirmişlerdir. Kompozitlerin ısı iletkenlikleri, GNP yükleme miktarı ile doğrusal olarak arttığı, çekme dayanımının ise ağırlıkça %0.3'te maksimuma ulaşmış ve daha sonra GNP miktarının artmasıyla sürekli olarak azaldığı gözlenmiştir. En yüksek çekme dayanımı saf epoksiye oranla %56 artış sağlayan %0.3 katkılı kompozit yapıda ölçülmüştür [37].

Alsaadi ve arkadaşları ağırlıkça %0.1, %0.25 ve %0.5 GNP katkısı ile ürettikleri karbonfiber takviyeli nanokompozitlerin mekanik özellikleri üzerine bir çalışma gerçekleştirmişlerdir. Çalışmada %0.25'lik katkı oranına kadar mekanik özelliklerin iyileştiğini ancak bu değer üzerinde gerçekleştirilen yüklemelerde mekanik özelliklerin gerilediğini not etmişlerdir. Çekme dayanımı, eğilme dayanımı ve tokluk değerleri sırası ile %4.6, %16.2 ve %6.2 artış gösterdiği belirtilmiştir [38].

Gouda ve arkadaşları ağırlıkça %0.2, %0.4, %0.6, %0.8 ve %1.0 GNP katkısının epoksi matris temelli kompozit yapının mekanik ve ısı özellikleri üzerinde yaratacağı etkiyi değerlendirmişlerdir. Yapılan çalışma ile GNP'lerin eklenmesiyle kompozit yapının termal iletkenlik değerinin sürekli arttığını, maksimum noktada saf epoksiye göre 4 kat artış gösteren %1 GNP katkısında ulaşıldığını ifade etmişlerdir. Çekme dayanımının ise %0.8 katkı oranına (saf epoksiye göre %22 daha fazla) kadar arttığını ve sonrasında azaldığını ifade etmişlerdir [39].

1.1.3. Titanyum Dioksit (TiO₂)

Kumar ve arkadaşlarının ağırlıkça %5.0, %10.0 ve %15.0 TiO₂ içeren epoksi esaslı kompozit yapıların mekanik özellikleri üzerine gerçekleştirdikleri çalışmada nanopartikül oranının %10'u aşması ile kompozit yapının mekanik özelliklerinin zayıfladığını tespit etmişlerdir. Saf epoksiye göre en yüksek çekme ve tokluk özellikleri, sırası ile %22 ve %69'luk artış gösteren %10 TiO₂ katkılı epoksi reçinede kaydedilmiştir [40].

%1.0, %3.0, %5.0 ve %7.0 TiO₂ katkısının epoksinin mekanik özelliklerine etkisini değerlendirmişlerdir. Yapılan analizler sonucunda tüm katkı oranlarında saf epoksiye göre çekme özellikleri artış göstermiş ve en iyi sonuçlara saf epoksiye oranla %320 artış gösteren %1 katkı oranında ulaşılmıştır. Ancak elastikiyet modülünde katkı oranındaki artışla saf epoksiye oranla düşüş gözlemlenmiştir [41].

Umar ve arkadaşları yaptıkları bir çalışmada ağırlıkça %1-5 TiO₂ katkılı kompozit yapının mekanik özelliklerini değerlendirmiştir. Analizler %2 nanopartikül ilavesine kadar çekme dayanımının arttığını, daha fazla miktarda yapılan yüklemelerde ise düşüş gösterdiğini ifade etmektedirler. %2 TiO₂ katkısı çekme dayanımında saf epoksiye göre %71.22'lik artış sağlamıştır [42].

Kumar ve arkadaşları TiO₂ partiküllerinin konsantrasyonunun, epoksi kompozitlerin mekanik ve viskoelastik özellikleri üzerindeki etkisini incelemek için yaptıkları çalışmada, nano boyuttaki TiO₂ takviyeli epoksi kompozitler için çekme dayanımı, kopma dayanıklılığı ve termal iletkenliğindeki maksimum artış, ağırlıkça %6'lık katkı oranında sırasıyla %43.70, %141.85 ve %32.88 olarak tespit etmişlerdir [43].

Rubab ve arkadaşları ticari epoksi içerisine ağırlıkça %2.5, %5.0, %7.5, %10.0, %12.5 TiO₂ ekleyerek nanokompozit plakalar üretmiş ve mekanik özelliklerini değerlendirmişlerdir. Yapılan testler partikül katkısı olmayan numunelere göre çekme dayanımı, kopma dayanımı, elastikiyet modülü ve toklukta sırası ile %49, %64, %80 ve %35 artış tespit etmişlerdir [44].

Zheng ve ekibi ağırlıkça %3.0, %4.0, %5.0, %6.0, %7.0 TiO₂ ekleyerek ürettikleri nanokompozitlerin mekanik özelliklerini değerlendirmişlerdir. Yapılan testler partikül katkısı olmayan numunelere göre çekme uzaması, çekme dayanımı ve eğilme mukavemeti sırası ile %81.6, %33.66 ve %36.53 artış tespit etmişlerdir [15].

Iyer ve arkadaşları epoksi içerisine %1.0-5.0 TiO₂ nanopartiküllerinin eklenmesi ile

üretileen kompozit yapıların mekanik özelliklerde önemli bir iyileşme olduğunu tespit etmişlerdir. TiO_2 katkısız numunelerle karşılaştırıldığında en yüksek mekanik özellikler, %4 TiO_2 nanopartiküllerine sahip numunelerde gözlenirken, eğilme dayanımı, çekme dayanımı ve kayma dayanımında %60, %40 ve %70'lik artışlar olduğunu kaydetmişlerdir [45].

1.1.4. Kürlenme Kinetiği

Ren ve arkadaşları DGEBA/BAPP sisteminin kürlenme davranışı ve cam geçiş sıcaklığı dinamik ve izotermal DSC ile incelenmiştir. İzotermal DSC tekniğine dayalı kürleme kinetiğini ve mekanizmasını analiz etmek için n'inci dereceden reaksiyon modeli ve otokatalitik model kullanılmıştır. Sonuçlar, Kamal otokatalitik modelinin kür reaksiyonunun başlangıcından difüzyon kontrol aşamasının başlangıcına kadar deneysel verilerle büyük bir uyum içinde olduğu tespit edilmiştir. İzotermal olmayan koşullar altında reaksiyon modeli tipini tanımlamak hem hız sabiti (k) hem de kürlenme derecesi sıcaklıkla eş zamanlı olarak değişim gösterdiğinden oldukça zordur. Ancak otokatalitik profil izotermal koşullar altında k sabit olduğundan kolayca tanımlanacağı ortaya konmuştur [46].

Tezel ve arkadaşları yaptıkları çalışmada karbon nanotüp katkılı epoksi reçinenin kürlenme kinetiğine etkisini değerlendirmişlerdir. Kürlenme sırasında sıcaklığın artması ile birlikte kürlenme derecesinin ve kürlenme hız sabitinin arttığını tespit etmişlerdir. Termoset reçinelerin kürlenmesine dair rekinetik modelleri belirlemek için yaygın olarak kullanılan Kamal modelinin izotermal ve izotermal olmayan kürleme altında epoksi sistemlere başarıyla uygulanabildiğini kaydetmişlerdir [9].

Cai ve arkadaşları iki epoksi reçine-amin sisteminin kürlenme kinetiği, dinamik ve izotermal diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC) ile incelemiştir. Analizler sonucunda İzotermal deneylerde Kamal'ın modeli tüm kürleme sürecinin tanımlanmasında deneysel çalışmalarla tam uyumla çalıştığını ifade edilmektedir [47].

DGEAC/DDM/DETDA/DGEB epoksi reçine sisteminin kürlenme kinetiği, dinamik ve izotermal diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC) kullanılarak incelenmiştir. Sonuçlar, epoksi reçinenin izotermal kinetik reaksiyonunun oto katalitik bir kinetik mekanizmayı takip ettiğini göstermiş ve epoksi kürlenme kinetiğinin tanımlanmasında oto katalitik yaklaşımların kullanılmasının doğru olacağı ifade edilmiştir [48].

Xiong ve ekibi yeni bir aromatik diamin içeren ftalid yapısı ile kürlenen epoksi

sisteminin izotermal DSC tekniğine dayalı krlenme kinetiđi ve mekanizması, n'inci dereceden reaksiyon modeli ve otokatalitik model kullanılarak analiz edilmiřtir. Otokatalitik Kamal modelinin difzyon kontroll olmayan blgede izotermal krleme srecini n'inci derece modelden daha iyi tanımlayabildiđi ortaya konmuřtur [46].

Kratz ve arkadařları nceden oluřturulmuř epoksi matris reęine sisteminin sertleřme dngsn, izotermal ve dinamik ısıtma kořullarında DSC tekniđi kullanarak incelemiřtir. Sertleřme dngsnn analizinde otokatalitik model kullanılmıřtır. Seęilen bu modelin hem dinamik hem de izotermal ısıtma kořullarındaki kinetik davranıřı dođru bir řekilde tanımladıđı ve iřlem sırasında termal davranıřı modellemek iin bir bařlangı noktası grevi grdđ not edilmiřtir [49].

Epoksi reęine ile birlikte uyumlu alıřabilen TiO_2 , Al_2O_3 ve GNP nano paracıklarının kompozit uygulamalardaki kullanımlarının arařtırılması konusunda ok sayıda alıřma bulunmasına rađmen kr srelerinin deđerlendirilmesi ve krlenme kinetik parametrelerin analizi noktasında yeterli alıřma bulunmamaktadır. Gerekleřtirilen bu alıřma ile literatrde var olan bu eksiđin kapatılması iin nemli bir geliřme kaydedilmiřtir. Aynı zamanda epoksi esaslı nanokompozit yapıların mekanik analizleri ile krlenme sreleri arasındaki iliřkinin birlikte incelenmesi sađlanarak, stn zelliklere sahip nanokompozit rnlerin imalat ařamalarının optimizasyon srecine yeni bir bakıř aısı ve deđerlendirme kriteri kazandırılmıřtır. Bu řekilde kompozit yapıların imalat sonrası zelliklerinin tahmininde ileri bir seviyeye ulařılmıřtır.

2. KOMPOZİT MALZEMELER

Komponentlerinin sahip olduđu fiziksel ve kimyasal özelliklerden çok daha iyi özellikler sunan, en az iki tane farklı kimyasal yapı ve formda malzemenin birleştirilmesi ile oluşan malzemeler kompozit malzemeler olarak tanımlanmaktadır. Kompozit yapıyı oluşturan bileşenler makro boyutlarda olduğundan imalat sonrası iç yapılarının detaylı incelemesi mümkündür. Komponentlerin barındırdıkları öznel özellikler kompozit yapıda bir arada gözlemlenmektedir.

Kompozit yapılar; yüksek sertlik-mukavemet-aşınma-korozyon-dielektrik dayanımı, hafiflik, titreşim engelleme avantajlarının yanında üretim zorlukları, yüksek girdi maliyetleri, kalite standartlarının henüz oluşturulamamış olması, aynı malzeme üzerinde farklı noktalarda farklı mukavemet değerlerinin ölçülebilmesi, imalattan kaynaklı hava boşlukları ile yaygın karşılaşılması, malzeme üzerinde farklı yönlerde farklı özelliklerin gözlenmesi, tasarım parametrelerinin tespitinde yaşanan zorluklar gibi dezavantajlara da sahiptirler.

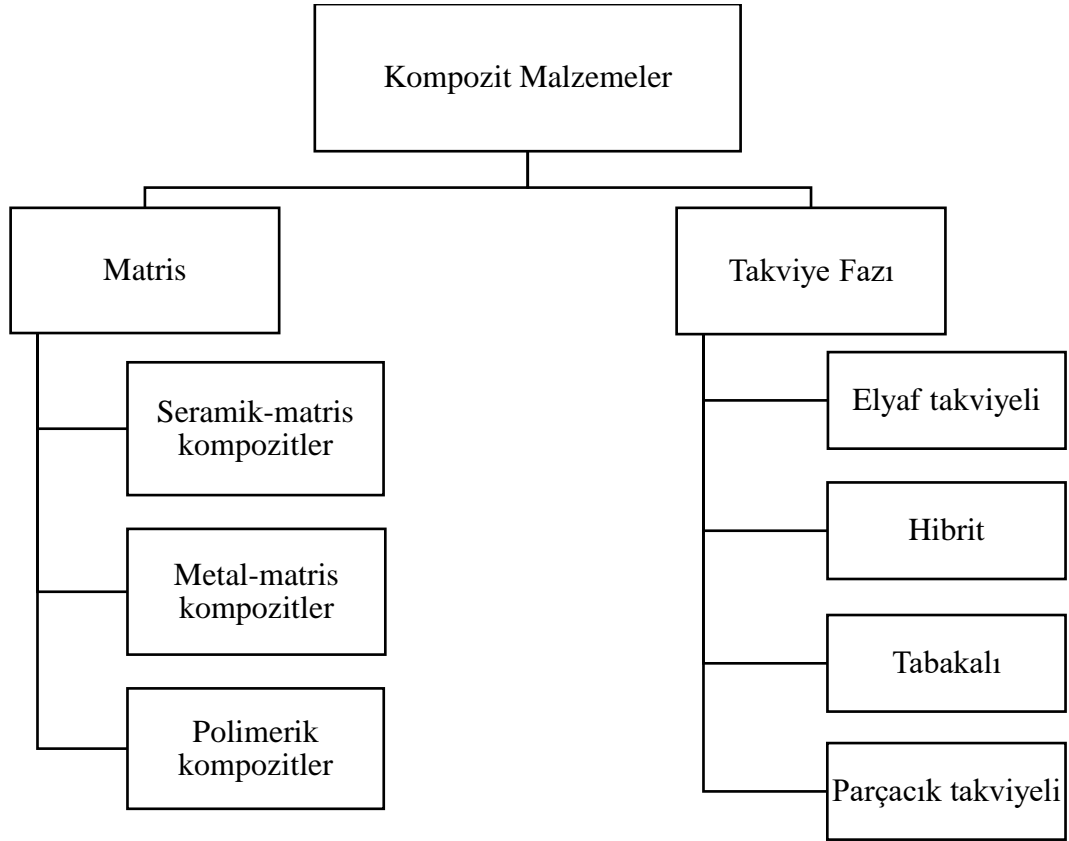
Kompozit malzemeleri oluşturan 2 temel bileşen matris ve takviye fazıdır. Bu iki bileşene ek olarak katalizörler ve yapıyı güçlendirmeye destek olmak üzere farklı katkı malzemeleri kullanılabilir.

Kompozit bileşimine eklenen katkılar kendi kimyasal özellikleri ile bağlantılı olarak yapıyı güçlendirmek üstün özellikler kazandırmak için kullanılmaktadır. Katkı malzemeleri kendi geometrik formlarına göre aşağıdaki gibi sınıflandırılabilir.

- Mikroskobik boyutlardaki taneciklerle güçlendirilen kompozitler.
- Makroskobik boyutlardaki taneciklerle güçlendirilen kompozitler.
- L/d oranı yüksek liflerle güçlendirilmiş kompozitler.
- En az iki plakanın birleştirilmesi ile güçlendirilen kompozitler.

2.1. KOMPOZİT MALZEMELERİN SINIFLANDIRMASI

Kompozit malzemelerin Şekil 2.1'de gösterildiği gibi matris ve takviye fazının türüne göre iki farklı grupta değerlendirilmesi mümkündür.



Şekil 2.1. Kompozit malzemelerin sınıflandırılması.

2.1.1. Matris Türüne Göre Kompozit Malzemeler

Matris faz; takviye elemanlarını birlikte tutmak ve çevresel etkilerden muhafaza etmek, kompozit malzemeye uygulama esnasında tatbik edilecek yükü takviye elemanları üzerine eşit dağıtmak görevlerini üstlenmektedir. Yükün malzeme üzerine eşit dağıtılması ile malzeme tokluğunu yükselten etki göstermektedir. Matris faz kürlenme öncesi düşük viskoziteye sahipken kürlenme sonrasında sertleşerek kompozit malzemeyi mukavemetli kılmaktadır. Matris türüne göre aşağıdaki gibi sınıflandırılabilir.

- Metal-matris kompozitler
- Seramik-matris kompozitler
- Polimerik kompozitler

Metal-matris kompozitler, Al, Cu, Mg, Ti benzeri hafif metallerin ve alaşımlarının matris olarak kullanıldığı kompozit yapılarıdır.

Seramik matrisli kompozitler, alüminyum oksit, silisyum karbür, silisyum nitrür, bor

karbür, kübik bor nitrür, titanyum karbür benzeri seramik matrislerin yine seramik veya metal parçacıklar, plakacıklar, kıl şeklinde kristaller ya da elyaflar gibi takviye fazları ile oluşturulan kompozitlerdir. Bu kompozitler, yüksek ısıl direnç ve yüksek mukavemet gösteren yapılardır. Seramik malzemeler yoğunlukları düşük, sert ve dayanıklı olmaları, yüksek ısıl ve kimyasal dayanım gibi avantajlarının yanında oldukça gevrek bir yapı sergilemek gibi dezavantajlara da sahiptirler.

Nano kompozitler üzerinde yapılan ilk araştırmalarda polimer matrisler kullanıldığından bu alanda yapılan çalışmalarda en çok yer alan matrisler polimer matrisler olmuştur [50]. Özellikle takviye elemanı olarak elyafların kullanıldığı kompozit malzemelerde %90 oranında polimerik matrisler kullanılmaktadır. Polimerik kompozitler iyi çekme ve basma direnci, yüksek elastikiyet modülü ve tokluk sergilemektedirler. Bu özellikleri ile özellikle uzay ve havacılık uygulamalarında alüminyum esaslı malzemeler kıyasla daha çok tercih edilmektedirler. PNK'lar inorganik yapıları nano taneler ve moleküler boyutlu organik polimer yapıları matris kullanılarak üretilmiş kompozit malzemelerdir. Takviye olarak kullanılan parçacıkların ölçüleri küçüldüğünde sahip oldukları yüzey alanı artmakta ve matris ile etkileşim oranları yükselmektedir. Etkileşim oranlarında meydana gelen bu artış ile PNK'ların gerilim direnci, sertlik, ısıl direnç, elastikiyet modül değerleri artarken maliyetleri azalmaktadır. Polimer nanokompozit yapılarda kompozitin özelliklerinin iyileştirilmesi için ZnO, SiO₂, TiO₂, Al₂O₃, Fe₃O₄, Fe₂O₃ gibi nano boyutlu katkı maddeleri kullanılmaktadır.

2.1.2. Takviye Elemanına Göre Kompozitler

Kompozit malzemelerin mukavemetini sağlayan temel bileşen takviye fazıdır. Kompozit malzemeler takviye elemanına göre; parçacık takviyeli, tabakalı, hibrit ve elyaf takviyeli kompozitler olarak sınıflandırılabilirler.

Kompozit imalatında en çok kullanılan takviye fazı; düşük özkütle, iyi elastisite modülü, yüksek sertlik ve korozyon direncine sahip olan elyaflardır. Kompozit malzemelerde kullanılan elyaflar uzun lifler şeklinde ya da parçalanmış halde kullanılabilirler. Elyaf takviyeli kompozit malzemelere uygulanan yükün tamamı elyaflar tarafından karşılanmaktadır. Yapılan çalışmalarda en çok tercih edilen elyaf türleri; karbon, cam, kevlar ve bordur.

Tabakalı kompozit yapıları en az iki farklı tabakanın birleştirilmesi ile elde edilirler. En önemli özellikleri; farklı özellik ve yönelimlerde elyaflar kullanılarak üretilmiş

levhaların birlikte kullanılabilmesine olanak sağlayarak, deęişik yönlerde uygulanan kuvvet etkisi altında yüksek mukavemet gösteren kompozit malzemelerin üretilebilmesidir.

En az iki farklı takviye elemanının matris faza eklenmesi ile oluşturulan kompozit yapılara karma kompozitler adı verilmektedir. Hibrit malzeme üretimi alanında yapılan yeni nesil çalışmalar karma kompozit malzemeler üzerinde yoğunlaşmakta ve çok sayıda yeni araştırma yapılmaktadır.

Parçacık takviyeli kompozitler (PTK) tek ya da çift boyuta sahip makroskobik ya da 0 boyutlu mikroskobik parçaların (pul, pelet, disk, granül, küre şekilli) matris fazı içerisine eklenmesi ile oluşturulan kompozit malzemelerdir [51]. Parçacıkların matris içerisine dağılımı rastgele yönden bağımsız olarak gerçekleşmesi ile elyaf takviyeli kompozitlerden farklı bir özellik sergilemektedirler. PTK'ların ilk grubunda bazıları matris içerisine yerleşen molekül ebadı 1 µm'dan fazla ve elyaf miktarının hacme oranının %25'ten küçüktür. Bu grupta en fazla tercih edilen partiküller alüminyum oksit ve silisyum karbürlerdir. Bir diğer grubunu ise metal matris ile mikrondan küçük boyutlu parçacıkların birleşmesi ile oluşan kompozitler oluşturmaktadır.

2.2. POLİMERLER VE TÜRLERİ

Polimer, aynı ya da deęişik atomik grupların kısmen ya da tamamen kimyasal bağ yapıları ile meydana gelen uzun zincir yapılı ve moleküler ağırlığı fazla bileşiklerdir. Bu bileşikler; düşük ağırlık ve maliyet, iyi mekanik özellikler, kolay form deęiştirebilme, yüksek korozyon direnci gibi özellikleri ile fizik, kimya, makine, tekstil gibi pek çok alanda bilim insanlarının çalışmalarında yer almaktadırlar.

Çok sayıda özellikleri olan polimerler Çizelge 2.1'deki gibi gruplandırılmaktadır [52].

Çizelge 2.1. Polimerlerin gruplandırılması.

Kökenine göre	Doğal polimer
	Sentetik polimer
Temel zincir atomlarının türüne göre	Organik polimer
	İnorganik polimer
Monomer türüne göre	Homopolimer
	Kopolimer
Zincir yapısına göre	Lineer zincirli polimer
	Dallanmış polimer
	Network polimer
Sentezlenme türüne göre	Yoğunlaşma polimeri
	Katılma polimeri
Isıl hareketlerine göre	Termoplastik polimer
	Termoset polimer
	Elastomerler

2.2.1. Termoplastik Polimerler

Termoplastik polimerler, ısı ile etkileşime girdiklerinde akışkan özellik kazanırken, soğutulduklarında tekrar sertleşerek katı form kazanmaktadırlar. Tekrarlı olarak ısıtılıp soğutulularak form değiştirebilir ve kimyasal yapılarında bir değişime uğramazlar. Bu polimerlerin zincir yapıları lineer veya dallanmış olabilir ancak zincirlerin arasında çapraz bağlanma gözlenmemektedir. Zincirler arasındaki bağlantı London kuvveti, polar etkiler ve hidrojen bağları gibi bağlanmalarla sağlanmaktadır [52]. Şekil 2.2’de termoplastik malzemelerin şematik gösterimi yer almaktadır.



Şekil 2.2. Termoplastik malzemelerin şematize gösterimi [53].

Termoplastik malzemeler endüstriyel uygulamalarda kullanılan polimerlerin yaklaşık %70'lik kısmını oluşturmaktadırlar. Elastomer ve termoset polimerlerde kalan %30'luk dilimi oluşturmaktadır [54]. Endüstride en çok kullanılan termoplastik malzemeler; naylon, polifinilensülfür, sıvı kristal polimer, polietereterketon, polipropilen, polietilen, polieterimid, floropolimerler, poliviniklorür ve polistirendir.

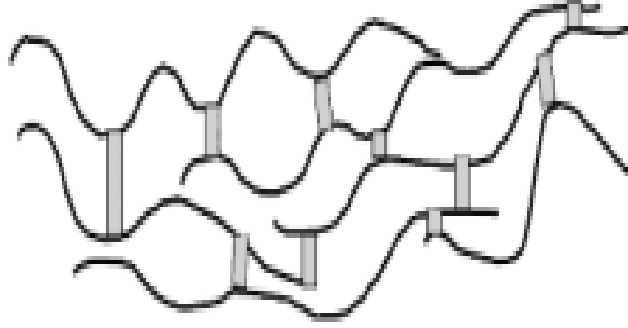
2.2.2. Elastomerler

Kauçuk benzeri yapıya sahip olan elastomerler çekilerek uzatıldıktan (%500'e kadar uzanan) sonra tekrar eski haline gelebilen malzemelerdir. Çapraz bağ yoğunluğu düşük olan bu polimerler düşük elastikiyet modülü ve yüksek akma dayanımına sahiptirler. Polimer zincirleri kısmi olarak hareket edebilen bu yapıların çapraz bağlı moleküllerin kütsel hareketinin engellenmesi için camsı faza kadar soğutulmaları gerekmektedir. Poli bütadien, stiren bütadien, nitrilkauçuk elastomerlere örnek gösterilebilmektedir.

2.2.3. Termoset Polimerler

Termoset polimerler kimyasal yapılarında en az iki C_2H_4O halkası veya epoksi grubu bulunduran polimerlerdir [55]. Termoset polimerler, ısı veya basınç etkisi altında serleştirilebilen ancak bu ısı ve basınç etkisi kaldırıldığında eski haline tekrar getirilemeyen malzemelerdir. Termosetler sertleşme reaksiyonu ile kimyasal değişime uğrarken aynı zamanda monomerleri arasında çok sayıda etkili çapraz bağlanmalar gerçekleştirirler. Monomerler arasında kurulan bu çapraz bağlar malzemenin tekrar şekillendirilmesini engellemekte; malzemeye daha sert ve kırılğan bir yapı kazdırmaktadır. Şekil 2.3'te çapraz bağlanma gerçekleştirmiş termoset malzemelere ait şematik gösterim yer almaktadır.

Kürlenme sürecini tamamlamış termoset polimerler iyi kimyasal ve korozyon direnci, üstün mekanik dayanım, iyi elektriksel yalıtım gibi özellikleri ile endüstriyel uygulamalarda sıklıkla tercih edilmektedirler [56]. Ancak saklama koşulları daha esnek olan termoplastik malzemelere oranla soğuk alanlarda depolanma zorunlulukları gibi dezavantajlara da sahiptirler [57].



Şekil 2.3. Çapraz bağ oluşturmuş termoset malzeme şematize gösterimi [53].

Termosetler, genel ve özel amaçlı termosetler ile mühendislik termosetleri olarak üç farklı grupta değerlendirilmektedir. Genel amaçlı olan grupta düşük ısı direnci, orta seviyede ölçülen mekanik dayanım ve ucuzluk; özel amaçlı grupta diğer iki termoset grubuna göre çok daha yüksek mekanik özellikler ancak yüksek maliyetlerinden dolayı az miktarda üretilebilme kısıtı; mühendislik termosetlerinde ise iyi mekanik ve ısı direnci, yüksek maliyet gibi özellikler gözlenmektedir [52].

Kısmi olarak polimerleşmiş termoset polimerlere reçine, reçinenin tamamen sertleşmesi ise kürlenme olarak tanımlanmaktadır. Bazı termoset polimerlerin temel nitelikleri Çizelge 2.2’de gösterilmektedir.

Epoksi reçinelerin sertleşmesi için yapısında bulunan reaktif grupların tamamının çapraz bağ reaksiyonu göstermesi gerekmektedir. Çapraz bağlar (karbon/karbon, karbon/oksijen, karbon/azot bağları), reçinenin iç yapısında var olan hidroksil-epoksit grupları ve kürleme ajanları arasında oluşmaktadır. Kürleme işleminde sertleştirici ajanların (anhidrit-amin) kullanılması daha iyi sonuçlar elde edilmesine yardımcı olmaktadır. Kürleme işleminde reçine içerisine stokiometrik oranlarda katılan sertleştiriciler kendi öznel yapıları ile kompozit yapıya farklı özellikler kazandırmaktadır.

Çizelge 2.2. Bazı termoset polimerlerin temel özellikleri [58].

Özellik	Epoksi	Poliester	Fenolik
Özkütle (g/cm ³)	1.11	1.04-1.46	1.24-1.32
Çekme direnci (MPa)	70	41-90	34-62
Kopma uzaması (%)	3-6	4.2	1.5-2.0
Isıl iletkenlik	0.19	0.19	0.15
Isıl genişleme sabiti (1/°C)	45-65	55-100	68

2.3. YAYGIN KULLANILAN TERMOSET REÇİNELER

Fenolik, furan, poliester, alkid, amino, vinilester ve epoksi reçineler çok kullanılan termoset polimerlerdir.

2.3.1. Fenolik Reçineler

Fenolik reçineler çoğunlukla fenol ve formaldehitin birleştirilmesi ile elde edilmektedir. 120-250 °C ve bazı uygulamalarda 300°C'ye kadar yüksek sıcaklık dayanımı gösteren fenolik reçineler özellikle plastik üretiminde yaygın olarak kullanılmaktadır.

Bu reçineler bazik temelli katalizör kullanılarak bir mol fenol ile bir molün üzerinde formaldehitin reaksiyona sokturulması ile üretilen ve asidik temelli katalizör kullanılarak elde edilen (novalak adı verilen) bir mol fenol ile bir molden düşük oranda formaldehitin reaksiyona sokturulması ile üretilen fenolik reçineler olarak iki grupta değerlendirilmektedirler. Birinci grupta yer alan fenolik reçinelerin katılaşması için sertleştirici kullanılmasına gerek yokken ikinci grupta sertleştirici kullanılmaktadır. Kompozit imalatında el yatırması, püskürtme, pultrüzyon ve elyaf sarma yöntemlerinde kullanılabilirler.

Oldukça sert ve dayanıklı olan fenolik reçineler;

- Uçak iç kısımları,
- Ray imatları,
- Gemi motor parçaları imalatında,

- Küçük ev ekipmanları parçalarında,
- Fren-balata yapıştırıcılarında,
- Isıl izolasyon malzemelerinde,
- Ahşap malzeme imalatlarında ve kaplama malzemesi olarak, kullanılmaktadırlar.

2.3.2. Furan Reçineleri

Furan reçineleri, fenol ve üre formaldehit temelli olmak üzere iki grupta incelenmektedir. Kondenzasyon tepkimeleri ile birleşen bu iki bazik grubun furfuralalkolle karıştırılması ile üretilmektedirler.

Termoset ve termoplastik reçine grupları ile uyumlu çalışabilen bu reçinelere epoksi ya da fenolik reçinelerle modifiye edilerek daha güçlü özellikler kazandırılmaktadır. Sertleştirilen furan reçine bazlı kompozit malzemeler yüksek asidik-alkali-organik çözücü dayanımı ve ısıl direnç göstermektedir.

Oda sıcaklığında kolaylıkla sertleştirilebilen furan reçineleri endüstride,

- Kum kalıba döküm uygulamalarında dökülerek üretilen araç parçalarının imalatında,
- Sıhhi tesisat parçalarının kalıp imalatında yaygın olarak kullanılmaktadır [59].

2.3.3. Poliester Reçineler

Cam elyaf takviyeli kompozit malzeme imalatında sıklıkla tercih edilen poliester reçineler katı veya sıvı olarak kullanılabilirler. Sıvı formdaki poliester reçinelerin sertleştirilmesinde katalizör ya da sertleştirici malzeme kullanılması ve karışımın hava ile temasının kesilmesi gerekmektedir. Hava ile olan teması, malzeme üst yüzeyine inorganik yapılı parafin gibi maddelerin sürülmesi ile engellenmektedir. Sertleşen poliester reçinelerin üzerinde yer alan bu katman kullanım öncesi uygun yöntemler kullanılarak temizlenmelidir.

Genel olarak ortoftalik ve isoftalik olarak sınıflandırılan bu reçine türü yüksek mukavemet, iyi kimyasal direnç ve düşük maliyet gibi avantajlara sahiptir. Isoftalik grup reçineler su dayanımları ile deniz sanayinde daha yaygın olarak kullanılmaktadır. Ancak kürlenme esnasında solunması ile ciddi zarara sebep olabilen stiren gazı açığa çıkarmalı kullanımlarını zorlaştırmaktadır.

Yapısal olarak oldukça mukavemetli ve kimyasallar ile korozyona da dayanıklıdırlar. En çok tercih edilen polyester reçine ortoftalik polyesterdir. İsoftalik polyesterler ise su dirençleri ile bilinirler ve özellikle denizcilik endüstrisinde sıklıkla kullanılırlar [60].

2.3.4. Vinilester Reçineler

Vinilester reçineler epoksi polimerlerinin karboksil asit kullanılarak esterleşme reaksiyonu gerçekleştirmesi ile elde edilmektedir. Bu reçineler cam, aramid ve karbon elyaflar ile iyi uyum göstermekte; el yatırması, püskürtme, pultrüzyon, enjeksiyon kalıplama ve döküm yöntemleri ile kompozit imalatında kullanılabilirler.

Takviye fazı ile iyi uyum gösterdiklerinden poliester reçinelere göre daha iyi ısı dayanım, kimyasal korozyon direnci ve mekanik dayanım sergilemektedir ancak maliyetleri daha yüksektir. Aynı zamanda kürlenme süreleri daha kısa ve prosesleri daha kolaydır.

Vinilester reçineler genellikle aşağıda ifade edilen alanlarda kullanılabilirler [61].

- Gemi üretim sanayinde,
- Su direnci gerektiren makine-elektrik uygulamalarında,
- Kimyasal ürün depolama ve nakil sistemlerinde,
- Poliester reçine karışımlarının hava ile temasının kesilmesinde,

2.3.5. Epoksi Reçineler

Epoksi reçine, termoset polimer grubun en yaygın kullanılan sınıfıdır [62]. Epoksi reçinelerin en önemli özellikleri sertleşme sürecinde herhangi bir uçucu bileşen ve kondensasyon çıktısı üretmemeleridir. Bunun dışında sertleşme sürecinde düşük büzülme (% 0.5) göstermeleri, imalat esnasında çok sayıda dolgu takviye malzemesi ile üst düzey yapışma özelliği göstermesi, imalat esnekliği tanınması gibi avantajlara da sahiptirler. Bu avantajları ile pek çok alanda kullanılan epoksi reçinelerin en çok kullanıldıkları alanlar aşağıdaki gibi sıralanabilmektedir.

- Havacılık sanayinde
- Uzay sanayinde
- Spor ekipmanları imalatında

- Denizcilik sanayinde
- İmalat sanayinde
- Otomotiv sektörü imalatlarında
- Müzik ekipmanları imalatında
- Uydu alıcıları, radar imalatlarında

Ancak nem hassasiyeti, yüksek sıcaklık dayanımı gerektiren yerlerde tokluk ihtiyacının karşılanamaması, imalat esnasında üstün teknolojik ihtiyaçların bulunması, kürlenme sürelerinin yüksek olması ve bu süreçte yüksek oranda dielektrik kayba uğramaları gibi dezavantajları da bulunmaktadır.

Kompozit malzemelerin nihai ürün kalitesi kürlenme sürecinde tercih edilen sıcaklık, zaman ve diğer kürlenme parametrik değişkenleri ile değişim göstermektedir. Kürlenme işleminde epoksi kürlenmesi için tercih edilen sıcaklık değeri değişik izotermal ya da dinamik kür mekanizmaları gerektirebilir. Kürlenme sürecinin tahmininde hem kür kinetiğinin hem de epoksinin yapısal özelliklerinin detaylıca bilinmesi gerekmektedir.

Aynı zamanda epoksi malzemenin viskozite değerlerinin çok sayıda polyester reçineden daha fazla oluşu ve iyi mekanik özelliklere ulaşmak için post-kür ihtiyacının olması dolayısı ile kürlenme sürelerinin uzun olması gibi kullanım güçlükleri vardır. Günümüz koşullarında tüm imalat alanlarında olduğu gibi kompozit imalatında da üretim, işçilik ve enerji maliyetlerinin düşürülmesi oldukça önemli bir konu olduğundan zamanın optimum sınırlar içerisinde kullanılması, kürlenme süreçleri üzerine gerçekleştirilen yeni nesil araştırmaların odak noktalarından biri kür süresinin kısaltılması olmuştur.

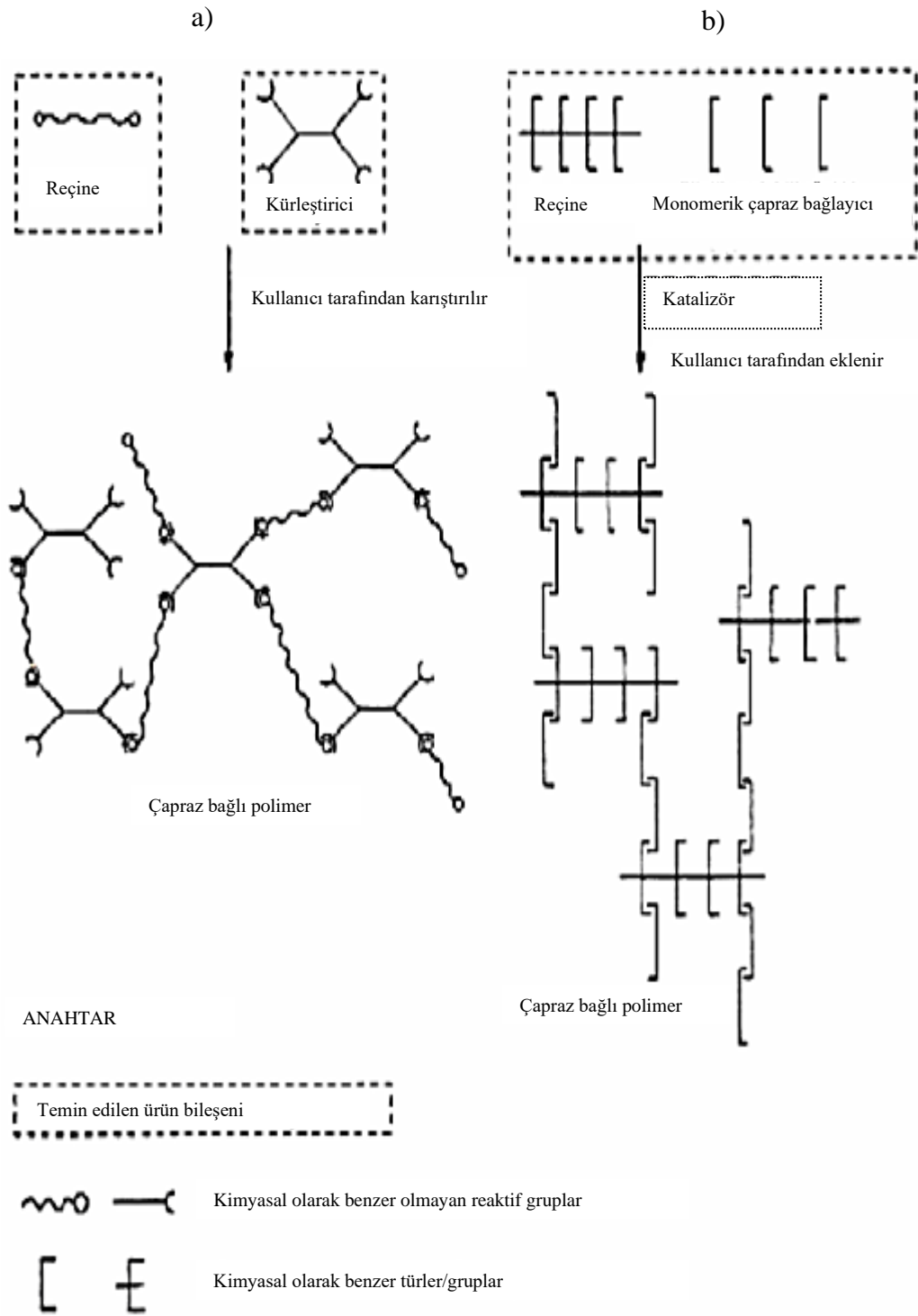
Yapılan çalışmada, bu güçlük ve dezavantajların giderilmesi, mekanik özelliklerin iyileştirilmesi, kürlenme kinetik parametrelerinin belirlenmesi ve kür sürelerinin kısaltılması için uygulama ve analizler gerçekleştirilmiştir.

2.4. EPOKSİ KÜR MEKANİZMALARI

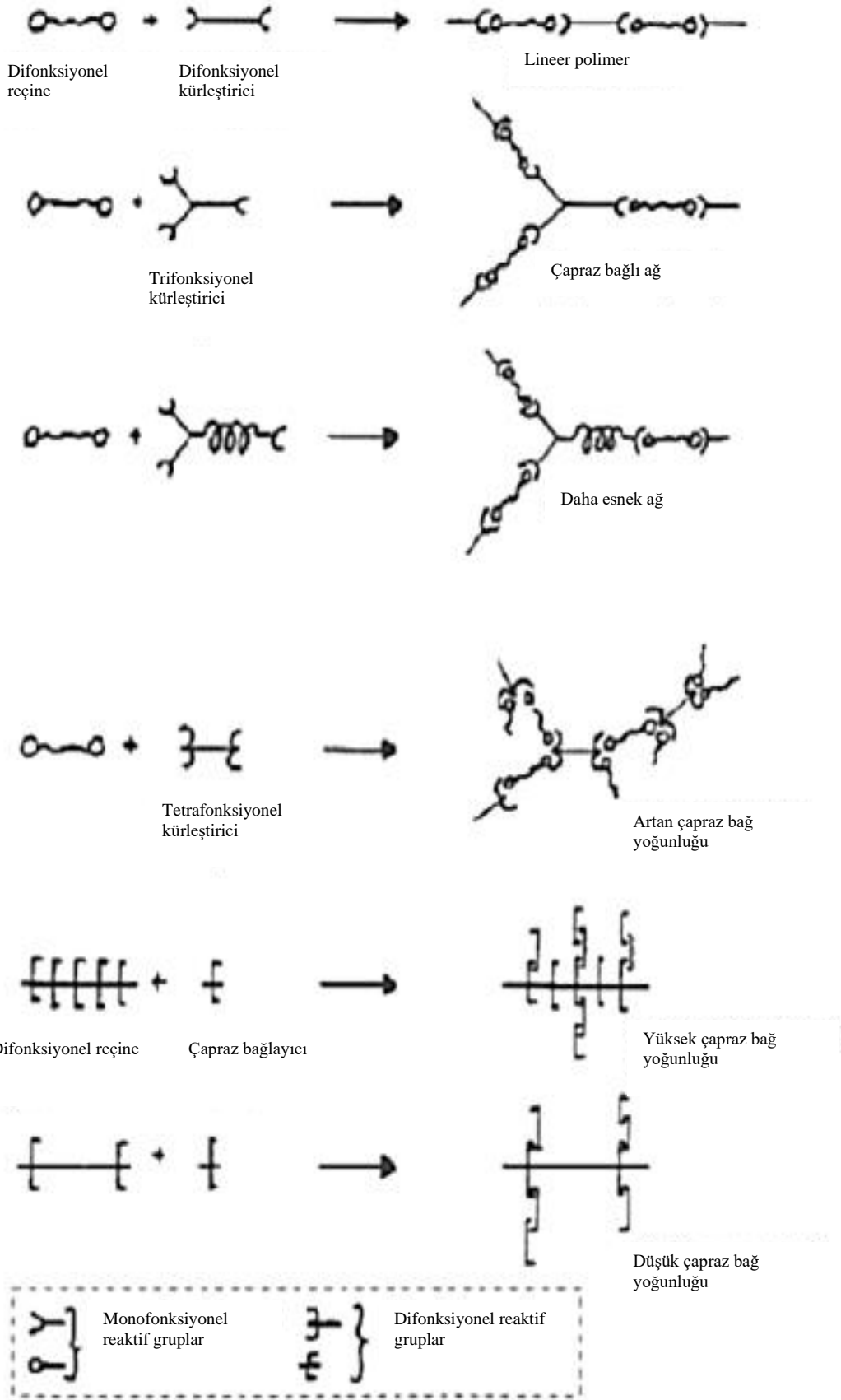
Epoksi reçinelerin kürleşme sistemleri Şekil 2.4'te gösterildiği gibi karıştırma ya da katalizör ile aktive edilerek gerçekleştirilmektedir. Kürlenme işlemi polimerizasyon-çapraz bağ birleşimleri ile moleküler ağırlığı düşük monomerlerin üçboyutlu moleküler ağırlıklı ağısı yapılara evrilmesi ile gerçekleşmektedir [63].

Yapı içerisinde oluşan çapraz bağ yoğunluğu reaktif gruplar arasındaki mesafe, kimyasal içerik ve fonksiyonları incelenerek ön görülebilmektedir. Epoksi polimerlerde çapraz bağlar içerisindeki zincir sayılarının miktarı kompozit malzemenin mekanik özelliklerini doğrudan etkilemektedir. Şekil 2.5'te görülebileceği gibi kürleşme mekanizmalarının tespitinde birbirine uygun reçine ve kürleştiricilerin doğru tespit edilmesi ile çapraz bağ sayısı ve yoğunluğu kontrol altında tutulabilmektedir [64].





Şekil 2.4. Epoksi kür mekanizmaları a) Karıştırma aktiveli b) Katalizör aktiveli [65].



Şekil 2.5. Çapraz bağ sayısı ve yoğunluğunun analizi [65].

2.4.1. Asit-anhidler Kullanarak Sertleşme

Asit-anhidritlerin kullanım ve saklama süreleri oldukça uzundur. Sertleştirme süreçlerinde anhidritler asitlerden daha yaygın kullanıma sahiptir. Kompozit malzeme üretiminde en çok tercih edilen asit-anhidritler aşağıdaki gibi sıralanabilmektedir.

- Ftalik anhidrit
- Trimetrik anhidrit
- Hegzan hidroflatik anhidrit
- Hegzahidroftalik anhidrit

Anhidrit ile sertleştirmelerde kür reaksiyonu reçine hidroksi gruplarının anhidrit ile esterleşme reaksiyonuna girmesi ile başlamaktadır. Bu reaksiyon sonucunda karboksil grupları oluşmaktadır. Karboksil gruplarının epoksi molekülleri ile reaksiyona girmesi ile üçlü epoksi grubu içeren moleküller meydana gelmektedir.

Bu yöntemle gerçekleştirilen sertleştirme reaksiyonlarında sıcaklık ne kadar artırılırsa artırılın reaksiyonun katalizör kullanılarak hızlandırılmasına ihtiyaç vardır [66]. Bu amaçla asit ya da baz katalizörler kullanılabilir.

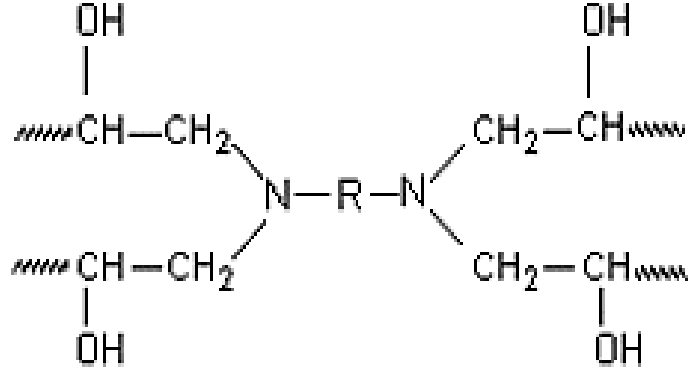
Asidik katalizör kullanımında, asidik etki altında suyun ya da epoksi hidroksil grupları anhidriti çözerek tepkimeyi hızlıca aktive edebilmektedir. Bazik katalizör kullanımında ise üçüncül-amin esterleşme reaksiyonları gerçekleştirerek sertleşme reaksiyonunu hızlandırmaktadırlar.

2.4.2. Amin Kullanarak Sertleşme

Birincil alifatik aminler, ikincil alifatik aminler ve bu iki grubun üçüncül aminlerle birleşmesiyle oluşan aminler epoksi reçineleri oda ısısında kürleştirebilmektedir. En çok kullanılan aminler aşağıdaki gibi sıralanabilmektedirler [67].

- Etilen di-amin
- Di-etilen tri-amin
- Tri-etilen tetra-amin
- Tetra-etilen penta-amin

Aminlerle gerçekleştirilen kürleşme işlemlerinde reçine ve sertleştiriciler çok hızlı sertleşme reaksiyonu gerçekleştirebildiğinden ayrı olarak tedarik edilmeleri



Şekil 2.7. Çapraz Bağlı Epoksi [69].

Alifatik primer amin grupları sertleşme sürecinde ısı etkisi ile hızla buharlaştığından tamamen kürleşme gerçekleşmeden yapıyı terk etmektedirler. Bu yüzden epoksi reçinelerin sertleştirmelerinde molekül ağırlıkları daha yüksek, buharlaşma süreleri daha fazla olan poli-amid ve poli-amin grupları kullanılmaktadır [67], [68].

Aromatik amin grupları ise yüksek sıcaklıklarda (~ 200 °C) epoksi ile reaksiyona girdiklerinden daha çok oda sıcaklığında kürleşme beklenmeyen ve tek katlı uygulamalarda tercih edilmektedirler [68].

2.4.3. Amid Kullanarak Sertleşme

Amidler ile sertleştirmede kimyasal dönüşüm amid grupları ile değil zincir içerisinde var olan ikincil grupları ile gerçekleşmektedir. Kürleşme işleminde sıcaklığın 150 °C üzerine çıkartılması ile sodyum hidroksit ve potasyum hidroksit gibi katalitik elemanların kullanılması gerekmektedir [70].

Amid grupları kür reaksiyonlarında açığa çıkan suyu absorbe etmeleri ile yapı içerisinde oluşan nemi uzaklaştırabildiklerinden aminler kullanılarak gerçekleştirilen sertleşme uygulamalarına göre esneme özellikleri ve su dirençleri daha yüksektir [70].

2.5. EPOKSİ REÇİNE KÜRLEŞME YÖNTEMLERİ

Araştırma ve uygulamalarda en çok tercih edilen kürleşme yöntemleri oda sıcaklığında kürleşme ve ısı etkisi ile kürleşme yöntemleridir [71]. Bu iki yöntemin dışında;

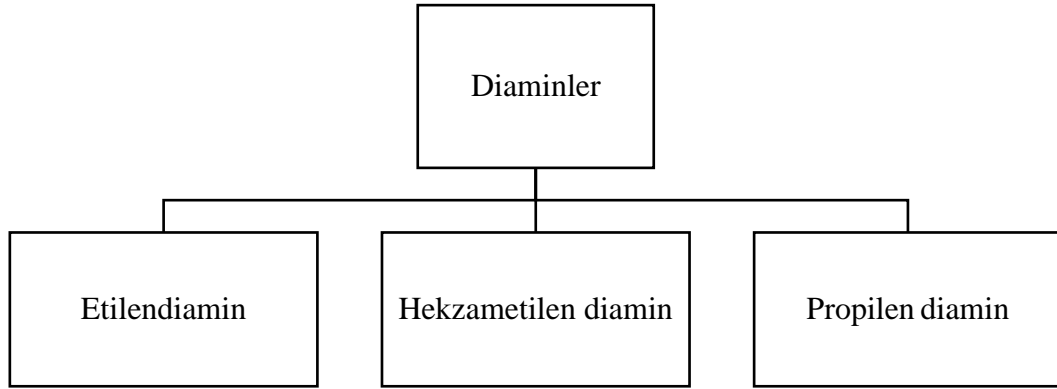
- UV ışını kullanılarak gerçekleştirilen kürleşme işleminde, ışınların malzeme içerisine tam anlamıyla nüfuziyetinde yaşanan sıkıntılar ve kürleşme işleminin

zaman almasından [72],

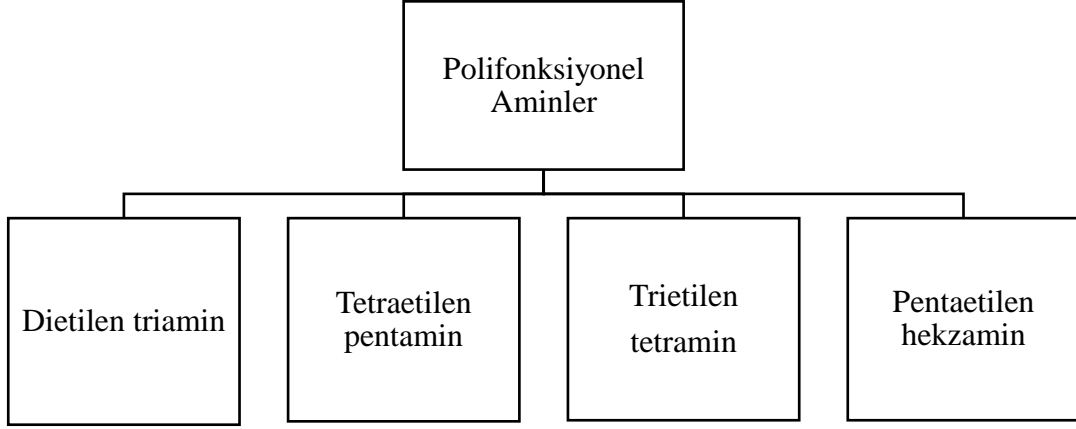
- Gama ışını ile sertleştirmede, işlem esnasında yayılan radyasyon miktarının fazla olması ve çevresel sorunlara yol açmasından [73],
- Elektron ışınları ile sertleştirmede, hızlı kürleşme yapılabilen ve iyi sonuçlar elde edilen bu yöntemde ekipman ve uygulama ücretlerinin yüksek olmasından, dolayı epoksi kürleşirme işlemlerinde daha az tercih edilmektedirler [73].

2.5.1. Oda Sıcaklığında Kürleşme

Epoksi reçinenin oda sıcaklığında kürlenmesinde alifatik amin ve polyamidlerin kullanılması ürün performansında çok iyi sonuçlar elde edilmesini sağlamaktadır. Epoksi içerisine amin gruplarının eklenmesi ile elde edilen karışımların kullanma süresi birkaç saatten birkaç güne kadar değişim göstermektedir. Karışım uygulama zaman dilimi, epoksinin türüne, sertleştirici için tercih edilen çözücünün cinsine ve bunun yanında muhafaza koşullarına bağlıdır. Karışımın kullanılabilceği zaman çoğunlukla 8-12 saat olacak şekilde tercih edilir. Yaygın uygulamada sertleştirici amacı ile kullanılan alifatik aminler Şekil 2.8 ve Şekil 2.9'da gösterilmektedir.



Şekil 2.8. Sertleştirici olarak kullanılan diaminler [68].



Şekil 2.9. Sertleştirici olarak kullanılan polifonksiyonel aminler [68].

2.5.2. Isı Etkisi ile Sertleşme

Isı etkisiyle gerçekleşen kürleşme epoksit, hidroksil ve reaktif gruplar arasındaki bağlanmalar yolu ile metilendiamin ya da metafenilendiamin türü aromatik katılaştırıcılar ile gerçekleştirilmektedir [74].

2.6. NANO KOMPOZİTLER

Günümüzde her alanda olduğu gibi endüstriyel alanlarda da üreticilerin ve tüketicilerin talepleri artmakta ve buna paralel olarak teknolojiye sürekli ilerlemeler yenilikler yaşanmaktadır. Endüstriyel alanlarda gelişen teknoloji ile en çok talep edilen özellik hafiflik, minimum hacimsel kullanım alanı ve maksimum dayanım talebi olarak gözlemlenmektedir. Bu talepler doğrultusunda malzeme boyutları küçülmüş ve özgül ağırlıkları azaltılmış malzeme arayışları başlamasıyla nanoteknoloji bilimi ortaya çıkmıştır. Nanoteknoloji, terimsel olarak atomik ölçülerde (0.1-100nm) gerçekleştirilen yeniden yapılandırma teknolojisi olarak açıklanmaktadır. Nano malzemelerin özellikleri aynı malzemenin mikro boyutlu türevlerine göre farklı özellikler sergilemektedir. Bu farklılığın nedeni nano ölçekli malzemelerde gözlenen kuantum etkisidir. Malzemelerin nano boyutlara indirgenmesi ile morfolojik özelliklerinde de ciddi değişimler gözlemlenmektedir. Morfolojik özellik malzemelerin sahip oldukları yüzey alanlarının kapladıkları hacme oranı olarak tanımlanmaktadır. Nano boyuta indirgenmiş malzemelerin mikro boyutlarına göre yüzey alanlarının oldukça arttığı gözlemlenmiştir. Bu artışın malzemenin morfolojik özelliklerini değiştirdiği, yeni elektriksel ve mekanik özellikler kazandırdığı gözlemlenmiştir [75].

Endüstriyel uygulamalarda kullanılan kompozit malzemelerin tanesal boyutları mikro metredir. İçeriği nanometre boyutunda olan kompozitler ise nano kompozit olarak isimlendirilmektedir. Matris yapıyı ve buna bağlı olarak kompozit malzemelerin özellikleri iyileştirmek için kullanılan nano tanecikler; tabakasal, lifimsi, midye kabuğu formu ya da küresel şekilde olabilir. Nano taneciklerin kompozit yapıdaki etkinliği, taneciklerin uzunluk/çap oranına ve matris ile sağladıkları etkileşim miktarına göre derecelendirilmektedir. Uzunluk/çap oranı arttıkça çok daha düşük katkı oranlarında bile matris ile etkileşime girecek yüzey oranı arttığından daha iyi fiziksel mekanik özellikler elde edilmektedir [76].

Nano kompozitlerde bu üstün özelliklerin elde edilebilmesi için önemli basamaklardan biri de nano parçacıkların matris içerisine eşit miktarda dağılımlarının sağlanmasıdır. Homojen dağılımın sağlanması ile çapraz bağların oluşumu için gerekli olan yüzey alanı sayısı ve bağ kalitesi artırılmış olacaktır [77], [78].

2.7. NANO PARÇACIKLAR VE YAPILAN ÇALIŞMALAR

1960 yılında üzerinde çalışılmaya başlanan nanoteknolojinin temelleri nano parçacıklara dayanmaktadır. Nano parçacıklar yapılarına, büyüklüklerine, kimyevi özelliklerine göre karbon, metal ve seramik içerikli olarak sınıflandırılabilir. [79].

Kristal grafit ve elmaslarda var olan karbon içeren nano parçacıklar iyi elektriksel, mekanik ve ısı özellikler sergilemektedirler. Elmas, grafit, grafen, fulleren ve karbon nanotüpler en çok kullanılan karbon içerikli nano parçacıklardır [79].

Metal içerikli nano partiküller metal ve metal alaşımlarından imal edilen mikrondan daha küçük parçacıklardır. Metal oksit, metal karbür, metal fosfat, metal karbonat, kalsiyum, titanyum ve silikon benzeri yarı metallerden elde edilen seramik içerikli nano partiküller yüksek sertlik, rijitlik ve aşınma direncine sahiptirler [80].

Epoksi reçineler yüksek düzeyde çapraz bağlar oluşturabilme yetenekleri ile üstün mekanik özellikler sergilemektedirler. Ancak bu çapraz bağlanmalar malzemeye kırılma özelliği kazandırmakta buda malzeme tokluğunun ve diğer mekanik özelliklerin düşmesine sebep olmaktadır [81]. Malzeme içerisinde gelişecek bu kayıpların giderilebilmesi için epoksi reçine içerisine nano parçacıklar eklenerek yeni nesil araştırmalar gerçekleştirilmeye devam etmektedir.

Epoksi reçine ile uyumlu çalışabilen ve en yaygın kullanılan nano parçacıklar Al_2O_3 , TiO_2 , SiO_2 , ZrO_2 , Fe_2O_3 , karbon nanotüpler ve grafen türevleri olmuştur [82]-[84].

Alümina, oksitlenme ve ısı dirençlerinin yüksek olması ve kompozit malzemenin mekanik özelliklerinde meydana getirdikleri iyileştirmeler ile en çok kullanılan seramik esaslı nano parçacıklardır. Alümina kullanılarak yapılan çalışmalarda sertlik, darbe ve çekme dayanımı, aşınma direnci değerlerinde saf epoksi reçineye göre kayda değer artışlar gözlemlenmiştir [85], [86].

Grafenler altıgen kafes yapılı, iki boyutlu karbon allotroplarıdır. Üretimlerinin kolay oluşu, düşük miktarlarda bile kompozit yapılara üstün özellikler (yüksek aşınma direnci-elastiklik modülü-sertlik) kazandırmaları gibi özellikleri ile günümüzde yapılan pek çok çalışmada tercih sebebi olmalarını sağlamaktadır.

Yapılan çalışmalarda kompozit yapıya eklenen grafen nanoplateletler (GNP) ile malzemede oluşan çatlak ilerlemeleri engellenmiş, daha fazla temas yüzeyi oluşturulması sağlanmış ve çekme dayanımı artırılmış, düşük oranlarda kullanıldığında dahi sertlik ve elastiklik modülünde ciddi artışlar elde edilmiştir [87],[88].

Yeni nesil teknolojik araştırmalarda malzeme mukavemetinin ağırlığa etkisini azaltarak yükseltilmesi büyük önem arz etmektedir. Karbon, doğal yapısı gereği sert özellik göstermektedir. İçerisindeki karbon miktarı yüksek olan grafen nanoplateletler, kompozit malzeme çalışmalarında yaygın kullanıma sahip olan karbon nanotüpler ile aynı sınıftadır. Her iki nano parçacığında düşük katkı oranlarında bile malzeme mukavemetinde kayda değer artışlar sergilemektedirler. Ancak grafen nanoplateletlerin üretilmesi daha kolay ve düşük maliyete sahip olduğundan karbon nanotüplere alternatif olarak tercih edilmeye başlamıştır [39].

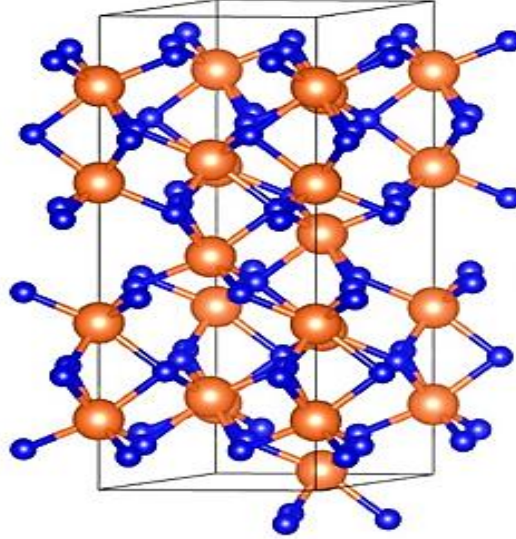
Doğadan doğal olarak elde edilebilen bir oksit türü olan TiO_2 diğer nano partiküllere göre daha düşük maliyetli olması, epoksi ile uyumlu çalışması, kırılma direncinin yüksek olması ve yüksek korozyon direnci gibi özellikleri ile kompozit imalatında yaygın kullanıma sahiptir [89]. TiO_2 ile yapılan çalışmalarda çekme dayanımı elastikiyet modülü, çarpma ve eğilme dayanımı ve sertlik değerlerinde kayda değer artışlar gözlemlendiği tespit edilmiştir [90]-[92].

Epoksi ile karışımında yüksek uyum sergilediği ve mekanik özelliklerini iyileştirdiği çok sayıda çalışma ile ifade edilen TiO_2 , Al_2O_3 ve GNP nano parçacıklarının, malzemenin kinetik parametrelerine ve kürlenme süresin kısaltılmasına etkisi üzerine

yapılan çalışma sayısı oldukça azdır. Yapılan çalışma ile bu açığın azaltılması amaçlanmıştır.

2.7.1. Alümina (Al_2O_3)

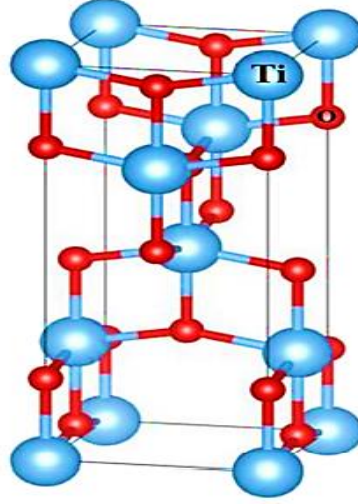
Alümina tozu kompozit imalatında yaygın olarak kullanılan seramik tozlarından biridir [93], [94]. Asidik ve bazik ortamlara direnç, yüksek şeffaflık, çok sayıda matris faz ile yüksek uyum sağlayabilme tane boyutuna bağımlı olarak yüksek sertlik gibi özellikleri ile çok sayıda mühendislik uygulamasında dikkat çekmektedir [95], [96]. Alümina oksijen ve alüminyumun kimyasal bağlarla birleşmesi ile oluşan bileşiktir. Şekil 2.10'da Al ve O iyonları arasındaki güçlü iyonik ve kovalent bağlar gösterilmektedir. Bu bağlar alüminaya yüksek bir ısı kapasite özelliği kazandırmaktadır [97], [98].



Şekil 2.10. Alümina atomlar arası bağ yapısı [99].

2.7.2. TiO_2

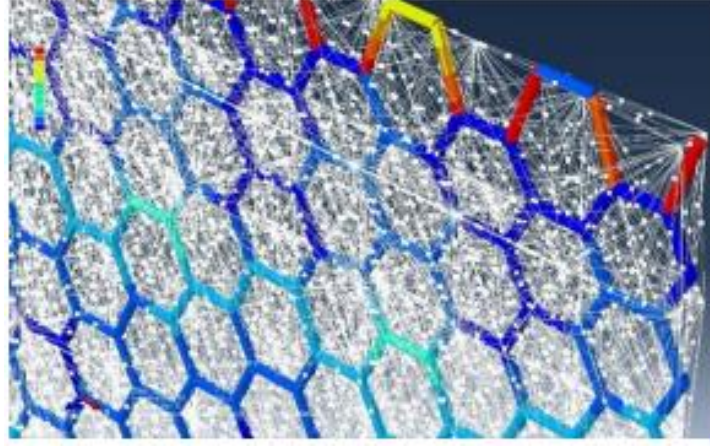
Moleküler yapısı Şekil 2.11'de yer alan titanyum dioksit (TiO_2), titanyum elementinin doğal olarak oluşan oksit formudur [100]. TiO_2 , toksik olmayışı, yüksek fotokatalitik aktivitesi, ultraviyole ışınları emme kabiliyeti, üstün mekanik ve termal özellikleri ile yaygın kullanıma sahip metal oksitlerdendir [101]. Ayrıca, TiO_2 parçacıkları genellikle çekme dayanımını, kırılma tokluğunu, termal iletkenliğini ve yüzey kalitesini iyileştirmek için polimer matris uygulamalarında tercih edilmektedir [102].



Şekil 2.11 Titanyum dioksit moleküler yapısı [103].

2.7.3. Grafen Nanoplatelet

Karbon atomunun doğada bulunabilen allotropları grafit ve elmadır. Grafit, karbon atomlarının üst üste iki boyut halinde yığılması ile oluşan yapı iken grafen, karbon atomlarının bal peteđi halinde örülmesi ile oluşan yapıdır. Her iki yapıda da karbon atomları SP2 hibrit ile birbirine bağlanmaktadır [104]. Bu nanopartiküller arasındaki etkileşim Şekil 2.12’de gösterilen Vander-waals bağları ile sağlanmaktadır [105].



Şekil 2.12. Grafen plakaları arasındaki Vander-waals bağları [106].

Kalınlıkları 0.7 ile 100 nm arasında deđişen az sayıda grafit katmanına sahip grafen nanoplateletler (GNP) üretim maliyetlerinin düşük olması, büyük ölçekli üretimlere uyum sağlayabilmeleri ile grafitlere güçlü bir alternatif haline gelmişler [107].

Doğası geređi sertliđi yüksek olan karbon atomunun varlıđı bu nanopartiküllerin kullanıldıđı kompozit malzemelerde mukavemet artışı sağlamaktadırlar. GNP’ler,

kompozit malzemelerin mekanik davranışlarını iyileştirmek, kimyasal dayanımlarını ve kullanım ömürlerini arttırmak için yaygın olarak polimer matrislere eklenmektedirler [108]. GNP ilavesiyle artan termal iletkenlik özellikleri ile güneş enerjisi dönüşümü ve depolamasında, donma-çözülme (F-T) direncini arttırmak için beton üretiminde yaygın kullanıma sahiptirler [109].

3. KARAKTERİZASYON YÖNTEMLERİ

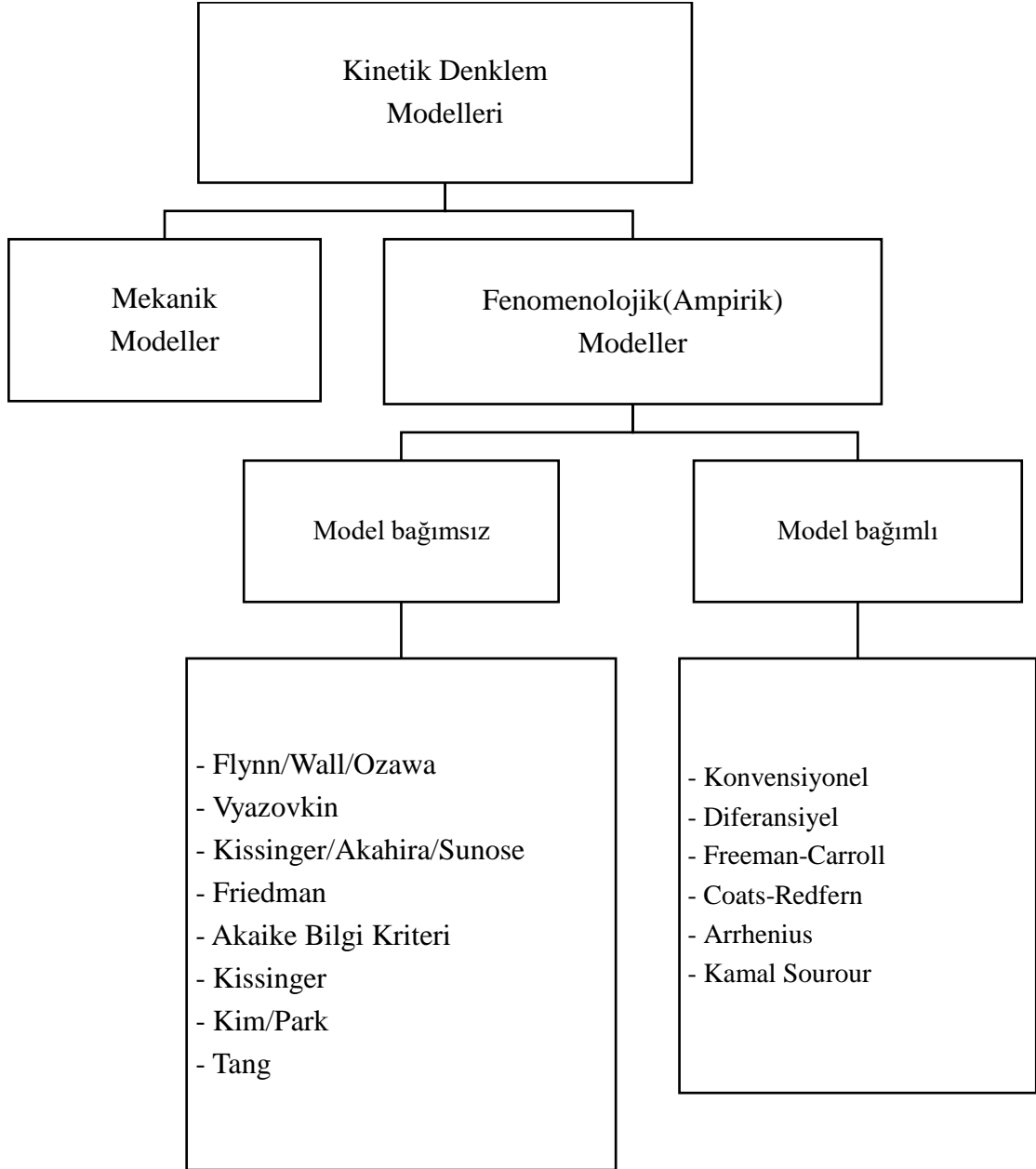
Parametrik modelleme, elde edilen veriler üzerinde örüntüler tespit etmek ve bireysel veri noktaları içeren veri gruplarını verilerin eğilimlerini ifade eden parametreler ile değiştirmektir. Model üzerinde yapılan tahminler veri gruplarına göre değil parametrelere göre yapılmaktadır [14].

Parametrik bir model, bir şekil ve parametrik büyüklüklerden oluşmaktadır. Burada şekil, parametre ve girdi şekillerini ifade eden bir denklemdir ve doğru denklemin seçimi model doğruluğunun en önemli parçalarından biridir. Modelin karmaşıklığı arttıkça daha hassas analizler yapılabilmekte ancak buna paralel olarak hata yapma olasılığı da artmaktadır. Bu yüzden parametrik modeller talep edilen verileri içerecek en az sayıda parametre ile oluşturulmalıdır [12]. Minimum parametre seçimi ile analizlerde karşılaşılan kabul dışı noktalar sebebi ile model denkleminin sapmasının önüne geçilmiş olacaktır.

Tercih edilen denklem deneylerden elde edilen verilerle kıyaslanarak parametre değerleri tespit edilmektedir. Parametrik modelin oluşturulmasında deney verilerinden kullanılacak olanların seçiminde hangi veri aralıklarının kullanılacağı, girdi değişkenlerinde ne kadar varyasyonun kabul edileceği, bazı veriler için girdilerden sabit tutulması gerekenlerin olup olmadığı değerlendirilmelidir. Yapılacak çalışmanın taleplerine göre model parametrelerinin sayısının tespit edilebilmesi, istenen zaman aralığında kabullerin yapılabilmesi gibi faydaları ile pek çok çalışmada kullanılmaktadır. Model denklemleri yaygın olarak kullanıldığından araştırmacıların bu denklemlerin kullanılması ile elde ettiği eğim ve kesişme değerlerini anlamlandırmaları çalışmalarını yorumlamalarını ve sonuçların diğer çalışmalarla kıyasını kolaylaşmaktadır. Aynı zamanda temel denklemlerin türevlerinin kullanılması ile farklı parametrik değişkenlerin hesaplanması mümkün olmaktadır. Ekzotermik kür reaksiyonu gösteren epoksi reçinelerin ısı iletkenlikleri düşük olduğundan homojen olarak kürlenmelerinin sağlanabilmesi ve kürlenme sırasında fazla ısınmanın engellenebilmesi için kürlenme mekanizmalarının doğru bir şekilde modellenmesi gerekmektedir. Epoksi karışımları ve kompozit malzemelere bu amaçla kürlenme derecesi kontrolleri, aktivasyon enerjilerinin tespiti gibi bir dizi parametrik modelleme yaklaşımları uygulanmaktadır [110].

3.1. KÜRLENME DERECESESİ KONTROLÜ

Termoset malzemelerin üretim sürecindeki davranışlarının anlaşılabilmesi, kürlenme süresince kürlenme derecesinin (α) bilinmesi ile doğrudan ilişkilidir. Malzeme özelliklerine göre α 'da meydana gelen değişimin modellenmesi için Şekil 3.1'de gösterilen analizler yapılmaktadır [110].



Şekil 3.1. Kinetik denklem modelleri .

Zamana bağlı α değerlerinin hesaplanmasında deneysel çalışmalar(mekanik) ya da tahmine odaklı modelleme (fenomenolojik/yarı ampirik) yaklaşımları kullanılmaktadır. Kürlenme derecesini hesaplamada kullanılan metotlardan mekanik olanlar kürlenme

boyunca malzeme yapısında meydana gelen kimyasal dönüşüm reaksiyonlarını incelerken, fenomenolojik yaklaşımlar α 'ya bağlı özelliklerin değişimini incelemekte ve buna bağlı olarak kürlenme derecesi tespiti yapmaktadır. Kür reaksiyonlarında meydana gelen kimyasal değişim reaksiyonları çok sayıda ve karmaşık olduğundan kürlenme kinetiği araştırmalarında fenomenolojik yaklaşımlar daha fazla uygulanmaktadır.

Model bağımsız ve Model bağımlı metotları için avantaj ve dezavantajlar Çizelge 3.1'de yer almaktadır.

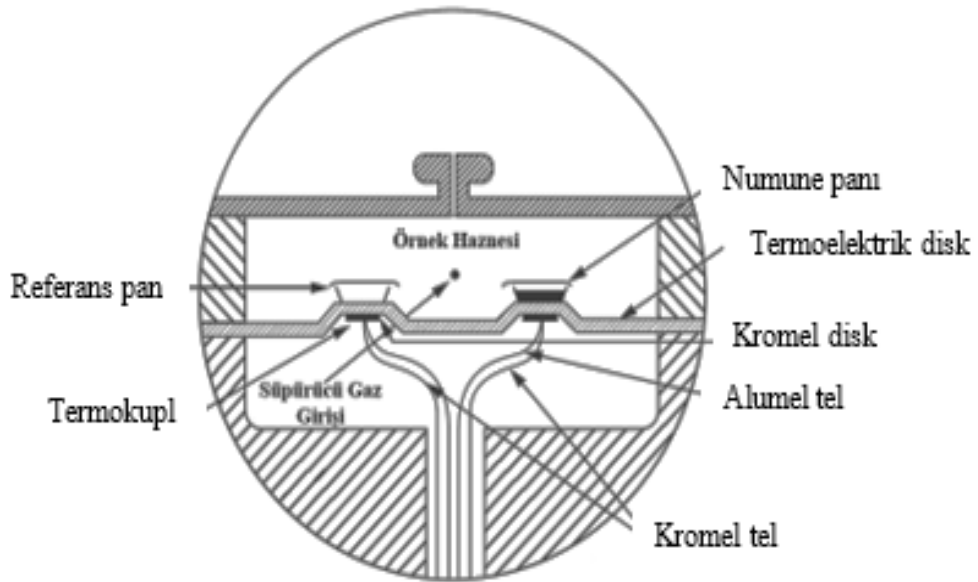
Çizelge 3.1. Model bağımsız ve Model bağımlı metotlarına ait avantaj ve dezavantajlar.

Uygulama Alanı	Model bağımsız	Model bağımlı
Karışımlar ile yapılan uygulamalarda kullanılabilir.		√
Difüzyon kontrolü ile yapılan kürlenme reaksiyonları için kullanılabilir.		√
Kristalizasyonda kullanılabilir.		√
Isıtma hızına göre değişen reaksiyon mekanizmaları için kullanılabilir.		√
Kürlenme reaksiyonlarında gerçekleşen ara basamaklar ile ilgili bilgi verir.		√
Uygulanması kolaydır.	√	
Hızlı sonuç alınabilir.	√	

3.1.1. DSC Analizi

Kürlenme derecesinin belirlenmesindeki en eski yöntemlerden biri DSC analizidir [111]. DSC yöntemi referans ve analiz numunesi arasındaki ısı akışında meydana gelen hız farkının sıcaklığa bağlı olarak analiz edildiği bir yöntemdir. Kürlenme reaksiyonu ekzotermik olarak geliştiğinden kürlenme işlemi tamamlanıncaya kadar her sistemin kütlesine oranla enerji serbest bırakması gerekmektedir. Serbest kalan bu enerjiye özgül ısı denir. DSC cihazları sertleşme döngüsü boyunca sisteme giren ve çıkan ısının miktarını ölçebilmektedir [112].

DSC analiz cihazı numune ölçüm modülü şematik gösterimi Şekil 3.2’de verilmiştir. Boş referans haznesi ve numunenin bulunduğu hazne arasındaki enerji farkına göre malzeme ısı geçiş miktarının ölçülmesi sağlanır. Referans haznesi ve numune haznesi ölçüm sıcaklığına aynı hızla aynı sürede ısıtılır.



Şekil 3.2. DSC analiz bölmesi kesit görünüşü [113].

Kürlenme kinetiğinde sertleşme derecesinin tespitinde çok sayıda fenomenolojik model için çalışılmış, bu çalışmaların içerisinde izotermal kürlenme kinetiği üzerine ilk modelleri Horie ve arkadaşlarının geliştirdiği ve bu modelleri Kamal Sourour’un daha detaylı hale getirdiği ifade edilmiştir [114]. DSC analizlerinde sertleşme derecesi α , Denklem (3.1)’de verildiği gibi hesaplanmaktadır.

$$\alpha = \frac{Ht}{\Delta H} \quad (3.1)$$

t süresinde açığa çıkartılan ısı miktarını H_t , toplam reaksiyon ısısını ΔH temsil etmektedir. Ekzotermik eğrinin maksimum olduğu noktada eğri altında kalan alan toplam ısı miktarının hesaplanmasını sağlamaktadır. Termal analiz ile gerçekleştirilen reaksiyon kinetik analizlerinde reaksiyonun Denklem (3.2)'de verilen hız yasasına uyması beklenmektedir.

$$\frac{d\alpha}{dt} = k(T)f(\alpha) \quad (3.2)$$

Burada, $d\alpha/dt$ reaksiyon hızını, $k(T)$ sıcaklık sabitini ve $f(\alpha)$ reaksiyon modelini ifade etmektedir. Epoksi reçinenin kürlenme kinetiği n'inci merteye ya da otokatalitik reaksiyon türleri tarafından tanımlanmaktadır ve reaksiyon modelleri $(1-\alpha)^n$ ya da $\alpha^m (1-\alpha)^n$ olarak hesaplanmaktadır.

Maksimum reaksiyon hızı $t=0$ 'da olan n'inci dereceden kinetik model için, $d\alpha/dt$ reaksiyona girmemiş materyal fraksiyonu ile orantılıdır ve Denklem (3.3)'teki gibi ifade edilmektedir.

$$\frac{d\alpha}{dt} = k(1-\alpha)^n \quad (3.3)$$

Denklem (3.4)'te verilen otokatalitik kinetik model için maksimum reaksiyon hızının bazı ara dönüşümlerle gerçekleşmektedir. Buda bu reaksiyon hızının reaksiyona girmemiş materyaller ile birlikte nihai üründen de etkilendiğini ifade etmektedir.

$$\frac{d\alpha}{dt} = k \alpha^m (1-\alpha)^n \quad (3.4)$$

Otokatalitik ve n'inci dereceden modellerini aynı anda kapsayan en yaygın fenomenolojik model olan Kamal-Sourour modeli Denklem (3.5)'teki gibi ifade edilmektedir. k_1 ve k_2 hız sabitlerini, m ve n sırasıyla reaksiyon başlama ve ilerleme dönemlerine ait reaksiyon sabitlerini ifade etmektedir.

$$\frac{d\alpha}{dt} = k_1(1-\alpha)^n + k_2 \alpha^m (1-\alpha)^n \quad (3.5)$$

Reaksiyon hızının sıcaklıkla olan ilişkisini ifade eden reaksiyon hız sabitleri (k) Arrhenius denklemleri ile ifade edilmektedir. Analizler izotermal olarak gerçekleştirildiğinde sıcaklık sabit kalmaktadır ancak izotermal olmayan analizlerde sıcaklık değeri sabit bir hızla yükseltilmektedir.

Numune sıcaklığının kontrol edilebilmesi ve anlık α değerlerinin ölçülebilmesi bu yöntemin en önemli özelliklerindedir. Kısıtlamaları ise ölçümlerin zaman alması ve üretimi tamamlanmış numunelerde analiz yapılamamasıdır.

3.1.2. Fourier Dönüşümü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR)

Diğer bir deneysel metot ise Fourier Dönüşümü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR) analizidir. Bu analiz malzemenin ışık spektrumu altında yansıtılabildiği ışık spektrumu miktarının ölçülmesine dayanmaktadır [18]. Test edilen numunenin kimyasal içeriğine ve yüzey özelliklerine bağlı olarak yansıyan dalga boyları değişmekte ve numuneye özgü tepe noktaları oluşturmaktadır [115]. Bu tepe noktalarının incelenmesi ile malzemenin kimyasal içeriğinin analiz edilmesi mümkündür. Bu yöntemin avantajı daha kısa sürede ölçümlerin yapılabilmesidir.

3.1.3. Diğer Analiz Yöntemleri

DSC ve FTIR analizleri kürlenme reaksiyonunu malzemenin kimyasal özelliklerine bağlı olarak değerlendirmektedir. Bu yöntemlerin dışında malzemelerin mekanik özelliklerine bağlı kürlenme analizi yapılabilen metotlardan bir tanesi ultrasonik analizdir. Malzemenin maruz kaldığı ultrasonik dalgaları geçirme oranına bağlı çizilen dalga profilleri ile malzemenin ultrasonik hızı ve yavaş lama katsayısı ölçülür. Ölçülen bu değerler kürlenme katsayısına bağlı olarak değişmektedir [116]. Ancak bu yöntemin kısıtlaması malzemeye gönderilen ışınların hızı ile analiz sonuçlarında değişimler yaşanması tutarlı sonuçların elde edilememesidir.

Bir başka yöntem ise numunenin viskozitesi ile bağlantılı olarak elektromanyetik dalgaları yalıtma oranının ölçüldüğü dielektrik direnci analizidir. Termoset malzemelerin dielektrik sabitleri tıpkı viskoziteleri gibi kürlenme derecesi ile değişmektedir. Bu yöntemle yapılan çalışmalarda α 'nın düşük kürlenme sıcaklıklarında doğru ölçüldüğü tespit edilmiştir [116].

Araştırmalarda ve endüstriyel uygulamalarda kürlenme derecesinin hesaplanmasında kullanılan farklı metotlarda bulunabilmektedir. Burada ölçüm metodunun belirlenmesinde gerçekleştirilecek imalata bağlı olarak seçim yapılması gerekmektedir.

3.2. AKTİVASYON ENERJİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ

Kürlenme kinetiğinin incelenmesinde en çok tercih edilen parametrik model Arrhenius

denklemleridir. Bu denklemler aktivasyon enerjisini bir parametre olarak kabul eden bir grup üstel fonksiyondan oluşmaktadır. Arrhenius denklemleri girdi parametrelerinden birinin belirlenen bir eşik değeri aşmasının kürlenme reaksiyonunun devam etmesini sağladığı sistemlerin tanımlanmasında tercih edilmektedir. Kürlenme kinetiği araştırmalarında bu girdi sıcaklıktır. Kürlenme reaksiyonlarının her basamağı için farklı sayıda parametre ihtiva eden Arrhenius denklemleri kullanılabilir. Bu tercihler yapılırken çalışılan sistemin deneysel sonuçlardan elde edilen verilerinin miktarı ve modelin uyumlu olmasıdır.

Kürlenme kinetiğini modellemek için tercih edilen tek terimli Arrhenius denklemlerinin bir örneği Denklem (3.6)'da verilmiştir [112].

$$\dot{\alpha} = Z e^{\frac{E_a}{RT}} (1-\alpha)^n \quad (3.6)$$

Burada Z bir Arrhenius katsayısı, E_a aktivasyon enerjisi, R evrensel gaz sabiti ve n Arrhenius üstel katsayısıdır. Giriş parametreleri, malzeme sıcaklığı (T) ve termosetin sertleşme derecesi (α); çıkış parametresi iyileştirme oranı (α') dür.

Denklem (3.7)'de kürlenme kinetiğini modellemek için tercih edilen bir başka Arrhenius denklemi gösterilmektedir [117].

$$\dot{\alpha} = K_1 \alpha^{m_1} (1-\alpha)^{n_1} + \frac{K_2 \alpha^{m_2} (1-\alpha)^{n_2}}{1 + e^{\frac{D(\alpha - (\alpha_{C0} + \alpha_{CT}))}{RT}}} \quad (3.7)$$

Burada, K₁ ve K₂ Arrhenius katsayılarıdır ve Denklem (3.8) kullanılarak hesaplanmaktadır.

$$K_i = A_i e^{\frac{-E_{a,i}}{RT}} \quad (3.8)$$

Burada A_i üstel öncesi faktör, E_{a,i} reaksiyonun aktivasyon enerjileri, n₁, n₂, m₁ ve m₂ reaksiyon sıralarıdır, D difüzyon faktörü, α_{C0} mutlak sıfırdaki kritik kürlenme derecesi ve α_{CT}, sıcaklığa göre (Kelvin cinsinden) kritik kürlenme derecesinin artış oranıdır. Denklem (3.7), Denklem (3.6)'dan daha karmaşıktır ve literatüre uygun olması gereken on bir değişkene sahiptir.

Denklem (3.7) ile hem bir hem de iki basamaklı kürlenme reaksiyonlarının eğilimleri incelenebilmektedir. Ancak çok sayıda değişken içerdiği için bu denklemle yapılan analizler daha fazla zaman almaktadır.

3.3. MEKANİK ÖZELLİKLERİN DEĞERLENDİRİLMESİ

Polimerik kompozitlerin mekanik özelliklerinin değerlendirilmesinde çok sayıda hesaplama metodu bulunmaktadır. En yaygın kullanılan test metodu çekme testidir [81].

Çekme dayanımı ölçümleri, test numunesine belirlenen bir kuvvet etkisi altında sabit hız kullanılarak tek eksenli gerilme uygulama prensibine dayanmaktadır. Uygulanan gerilme etkisi ile numunenin kopması ile ölçümler sonuçlanmaktadır. Malzemenin kopma anına kadar sergilediği şekil değiştirmeler çekme cihazı tarafından ölçülerek sayısal sonuçlara dönüştürülmektedir. Gerçekleştirilecek çekme testi sonuçları kullanılarak; kopma uzaması, çekme dayanımı, kopma dayanımı, Elastisite modülü kolaylıkla hesaplanabilmektedir.

$$\varepsilon = \frac{L-L_0}{L_0} \times 100 \quad (3.9)$$

Kopma uzaması (ε) Denklem (3.9)'da verilen formül kullanılarak hesaplanmaktadır. Burada L kopma anındaki uzunluk, L_0 numuneye ait başlangıç uzunluğudur [81].

$$\sigma_{\zeta} = \frac{F_{\zeta}}{A_0} \quad \sigma_k = \frac{F_k}{A_0} \quad (3.10)$$

Çekme (σ_{ζ}) ve kopma (σ_k) dayanımları Denklem (3.10) kullanılarak hesaplanmaktadır. F_{ζ} test numunesinin taşıyabileceği maksimum yükü, A_0 numunenin ilk kesit alanını, F_k numunenin kopma noktasındaki yükü ifade etmektedir [81].

Uygulanan gerilmelerin küçük olması durumunda malzemeler elastik şekil değiştirmektedir ve tatbik edilen kuvvetin ortadan kaldırılması ile malzemeler eski haline geri dönmektedir. Malzemelerin bu özelliği Elastisite modülü (E) olarak tanımlanmaktadır. E değeri Denklem (3.11) ile hesaplanmaktadır.

$$E = \frac{\sigma_2 - \sigma_1}{\varepsilon_2 - \varepsilon_1} \quad (3.11)$$

Burada σ_1 uzama değeri, $\varepsilon_1=0,0005$ olduğunda ölçülen gerilmeyi, σ_2 uzama değeri, $\varepsilon_2=0,0025$ olduğunda ölçülen gerilmeyi ifade etmektedir [81].

Malzemelerin kırılıncaya kadar depolayabildiği enerjinin tamamı tokluk olarak ifade edilmektedir. Tokluk değerleri çekme testlerinden elde edilen gerilme şekil değiştirme grafiklerinin altında kalan alanın Denklem (3.12)'ye uygun olarak hesaplanması ile elde

edilmektedir [85].

$$\int_0^{\epsilon} \sigma d\epsilon \quad (3.12)$$

Elastik şekil deęiřtirme noktasına kadar malzeme tarafından depolanabilen ve tatbik edilen kuvvetin ortadan kaldırılması ile geri verilebilen enerji miktarı rezilyans olarak isimlendirilmektedir. Malzemelerin bu özellięi rezilyans modülü ile ifade edilmektedir ve çekme eęrilerinin elastik sınırına kadar olan bölgenin altında kalan alanın Denklem (3.12)'ye uygun olarak hesaplanması ile elde edilmektedir [85].

4. MATERYAL VE YÖNTEM

4.1. MATERYAL

Bu çalışmada epoksi olarak Hexion marka EPIKOTETM MGS LR285 laminasyon reçinesi ve sertleştirici olarak sıvı MGS LH285 kullanılmıştır. Reçine ve sertleştiriciye ait teknik bilgiler Çizelge 4.1’de gösterilmektedir.

Çizelge 4.1. Reçine ve sertleştirici teknik bilgileri.

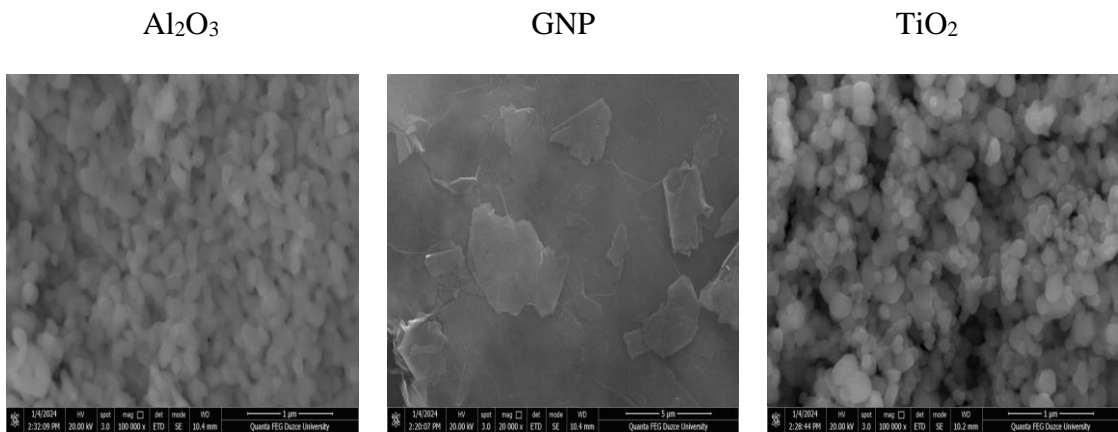
MGS L 285 Laminasyon Reçinesi		H287 Sertleştiricisi	
Yoğunluk (g/cm ³)	1.18-1.23	Yoğunluk (gr/cm ³)	0.94-0.97
Vizkosite (mPas)	600-900	Vizkosite (mPas)	80-120
Epoksi eşdeğeri (gr/eşdeğer)	155-170	Amin Değeri (mgr KOH/gr)	480-550
Refraktör indeksi	1.525-1.530	Refraktör indeksi	1.4950-1.4990
Epoksi değeri (Eşdeğer/100gr)	0.59-0.65		

Nano parçacıkların epoksi içerisinde kullanılması üzerine yapılan çalışmalarda Al₂O₃, TiO₂ ve grafen nanoplateletler etkin özellikleri ile tercih edilmektedir [118], [119].

Çalışmada kullanılan nano partiküllere ait teknik özellikler Çizelge 4.2’de ve SEM görselleri Şekil 4.1’de yer almaktadır.

Çizelge 4.2. Nano partikül teknik özellikleri.

ÖZELLİK	TiO ₂	Al ₂ O ₃	GNP
Saflık	% 99.55	% 99.9	% 99.9
Renk	Beyaz	Gri	Beyaz
Parça Boyutu	13 nm	5nm	8nm
Spesifik Yüzey Alanı	60 m ² /g	135 m ² /g	30 m ² /g
Toplu Yoğunluk	0.19	-	-
Gerçek Yoğunluk	4.1 g /cm ³	-	1 g /cm ³
PH	5.5-6.5	-	7
Elektriksel İletkenlik	-	1100-1600 s/m	-



Şekil 4.1. Nano partikül SEM görselleri.

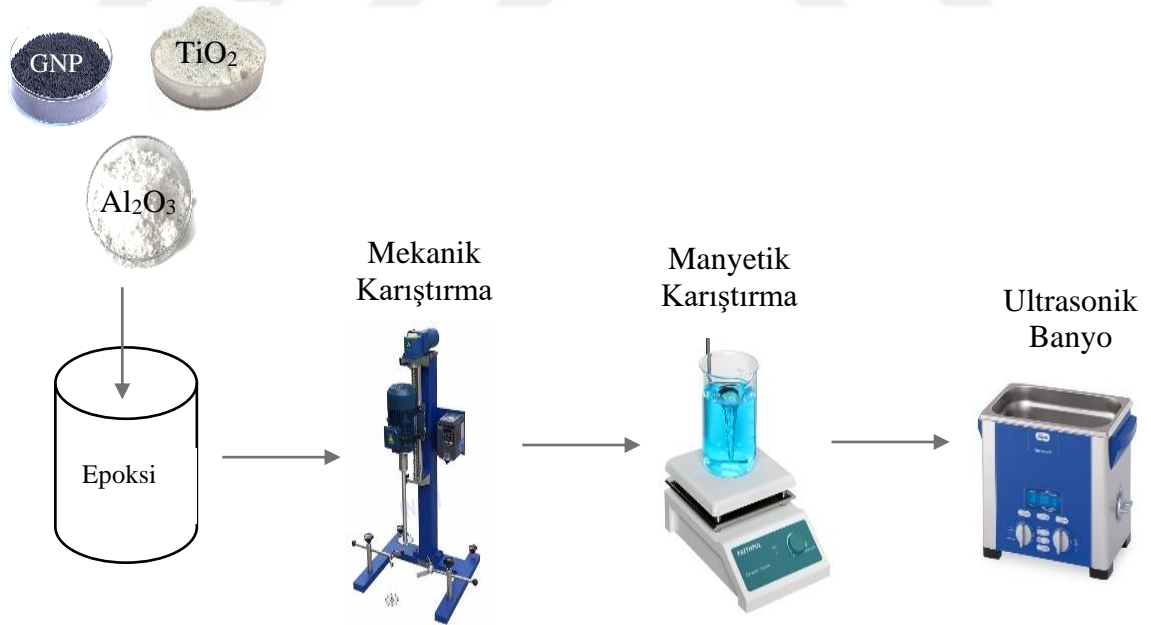
Çalışmalar Çizelge 4.3'te verilen miktarlarda (ağırlıkça) nano partikül kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

Çizelge 4.3. Epoksi içerisine eklenen nano partiküllerin katkı miktarları.

	Al_2O_3	GNP	TiO_2
Katkı Oranları (ağırlıkça %)	0.75	0.25	0.1
	1.25	0.75	0.5
	2.0	1.0	1.0

4.2. EPOKSİ NANO PARTİKÜL KARIŞIMLARININ HAZIRLANMASI

Karışımlar reçine içerisine nano partiküllerin homojen bir şekilde dağıtılmasını sağlamak amacıyla, oda sıcaklığında 15 dk mekanik ve 5 dk manyetik karıştırmaya tabi tutularak hazırlanmıştır. Karışımlar sonraki aşamada içerisinde oluşan hava kabarcıklarının giderilmesi için 15 dk ultrasonik banyoda bekletilmiş ve yine oda sıcaklığında stokiometrik oranda (100: 40±1) sertleştirici ile karıştırılarak Şekil 4.2’de gösterildiği şekilde hazırlanmıştır. Karışım işlemi tamamlanmış numunelere ait görseller Şekil 4.3’te yer almaktadır.





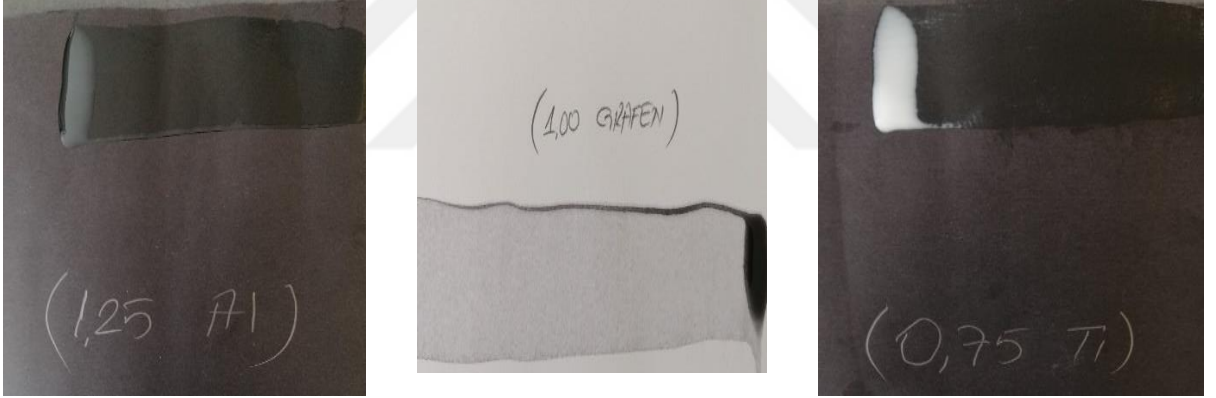
a)

b)

c)

Şekil 4.3. Karıştırma işlemi tamamlanmış numuneler a) TiO_2 b) GNP c) Al_2O_3 .

Hazırlanan karışımlar, aglomerasyon oluşumunun kontrol edilebilmesi için her DSC analizi öncesinde Şekil 4.4'te görüldüğü gibi sürüntü testine tabi tutulmuştur. Yapılan sürüntü testlerinde, katkı oranından bağımsız olarak hiçbir numunede aglomerasyon gözlemlenmemiştir.



Şekil 4.4. Sürüntü testi numune örnekleri.

4.3. DSC ANALİZİ

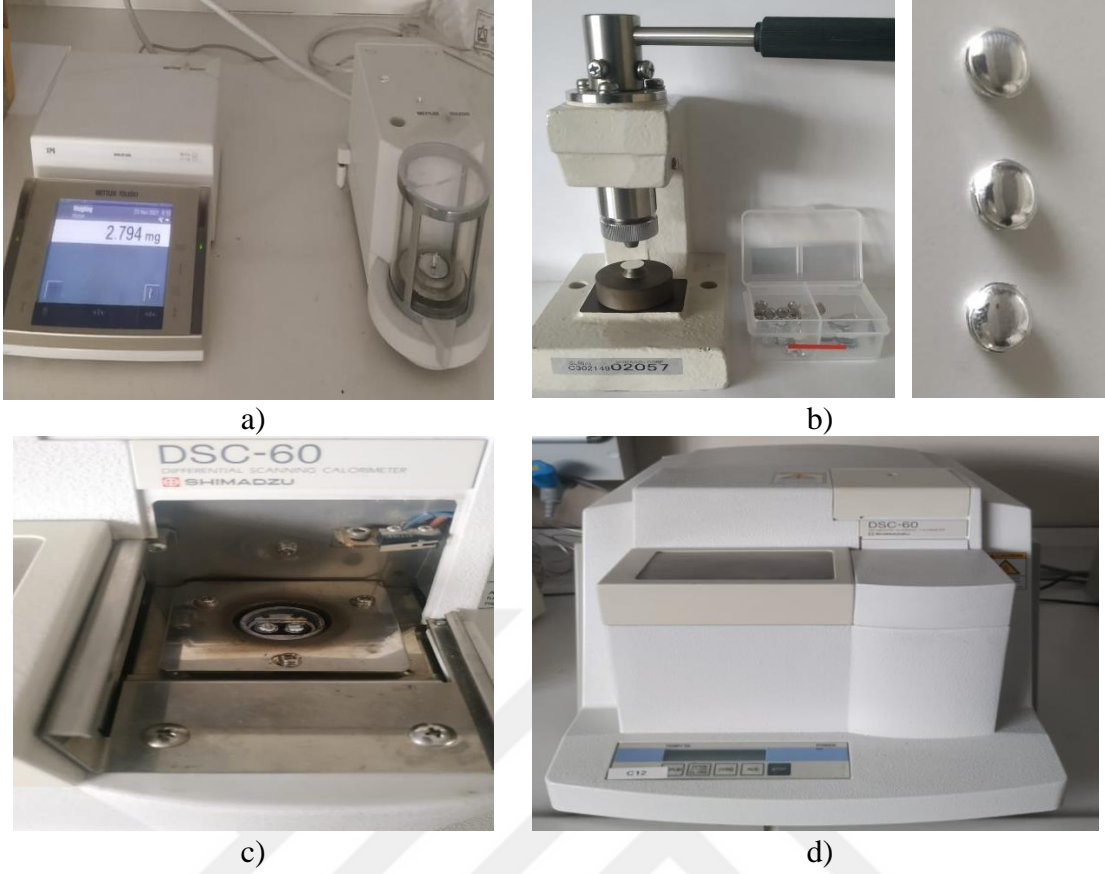
Epoksi-Nano partikül sisteminin kinetik taraması, Diferansiyel Taramalı Kalorimetre vasıtasıyla gerçekleştirilmiştir. DSC ölçümleri Şekil 4.5'te görüldüğü gibi, bir intracooler ile döşenmiş ve önceden yüksek saflıkta indiyum ve çinko standartlarıyla kalibre edilmiş bir Mettler-Toledo DSC1 modülünde gerçekleştirilmiştir.



Şekil 4.5. Mettler-Toledo DSC1 modülü.

Çalışmalar, kuru bir atmosferde, 50 ml/dk'lık nitrojen sabit akışı altında, 2.5 ile 3.5 mg numunelerle çalışılarak gerçekleştirilmiştir. Her deneysel ölçümden önce tüm sistemlerin yeni bir örneği hazırlanmıştır. Hazırlanan numuneler, Şekil 4.6 a'da hassas terazi de ölçüm, b'de panlama işlemi, c'de DSC cihazı numune haznesine yerleştirme ve d'de izotermal DSC analizinin gerçekleştirilmesi gösterilmektedir.

İzotermal dinamik kürlenme sırasında açığa çıkan toplam ısıyı belirlemek amacıyla her örnek, numune haznesine yerleştirildikten sonra, DSC bekleme sıcaklığından (~ 30 °C) istenen izotermal sıcaklıklara (90-100-120 °C) 2dk gibi hızlı bir sürede ısıtılmıştır.



Şekil 4.6. DSC analiz prosedürü a) Hassas terazi b) Panlama işlemi c) DSC numune haznesi d) DSC cihazı.

4.4. ÇEKME DAYANIM DENEYİ

Kompozitlerin mekanik ve fiziksel niteliklerini yapıyı bozmadan matris içerisine eklenecek nano partiküller ile arttırmak mümkündür. Bu çalışmada epoksi reçine içerisine kütlece %0.75-1.0-1.25 oranlarında TiO_2 , Al_2O_3 , Grafen nanoplatelet ve $100/40 \pm 2gr$ sertleştirici eklenmiş ve numuneler DSC analizine tabi tutulmuştur.

Çekme testlerinde kullanılacak test numunelerinin hazırlanma basamakları Şekil 4.11’de gösterildiği sıra ile gerçekleştirilmiştir.

Hazırlanan numuneler ilk olarak, her iki yüzüne de 2 defa “frekote” kalıp ayırıcı sürülmüş 8mm kalınlıkta iki cam arasında doldurulmuştur. Kalıp içerisindeki sızdırmazlık Şekil 4.7’de gösterildiği gibi 4 mm çaplı sızdırmaz contalar ve cam plakaları sıkıştırma için kullanılan 150 mm işkenceler (mandal tipi) ile sağlanmıştır. Hazırlanan her kalıpta 2 adet parça üretimi gerçekleştirilmiştir.



Şekil 4.7. K rleme kalıp  rneđi.

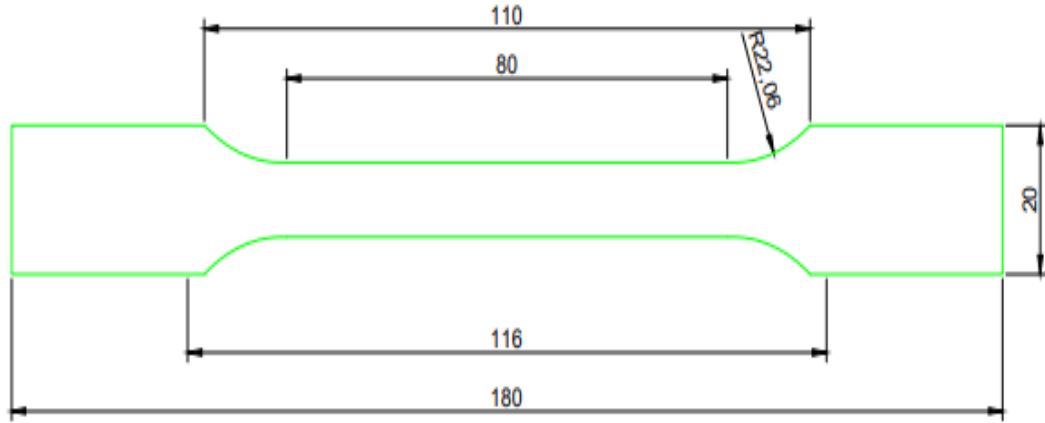
Dolumu bitirilen cam kalıplar Şekil 4.8’de yer alan, 250 lt hacme sahip UTEST/UTD-1305 marka ve model fırında 100 °C’de 30 dk boyunca k rleme iřlemine tabi tutulmuřtur.



Şekil 4.8. K r fırını g rseli.

K rlenen numuneler Şekil 4.9’da g sterildiđi gibi TS EN ISO 527-1 standardında belirtilen Őekil ve boyutlarda CNC router yardımı ile kesilmiřtir. TS EN ISO 527-1 belirli Őartlar altında plastiklerin olası seđimiyle ilgili genel hatları ve plastik

kompozitlerin sabit koşullar altında çekme özelliklerinin belirlenmesi için gerekli genel ilkeleri belirtmektedir.



Şekil 4.9. Çekme testi numune boyutları.

Kesimi tamamlanan test numuneleri farklı yük hücreleri ile TS EN ISO 527-1 standardına göre 2mm/dk hızla çekme testi uygulanarak, max gerilme ve gerilme-uzama sonuçları hesaplanmıştır.

Çekme işlemi ve test numunesi örnekleri Şekil 4.10'da gösterilmektedir.



a)

b)

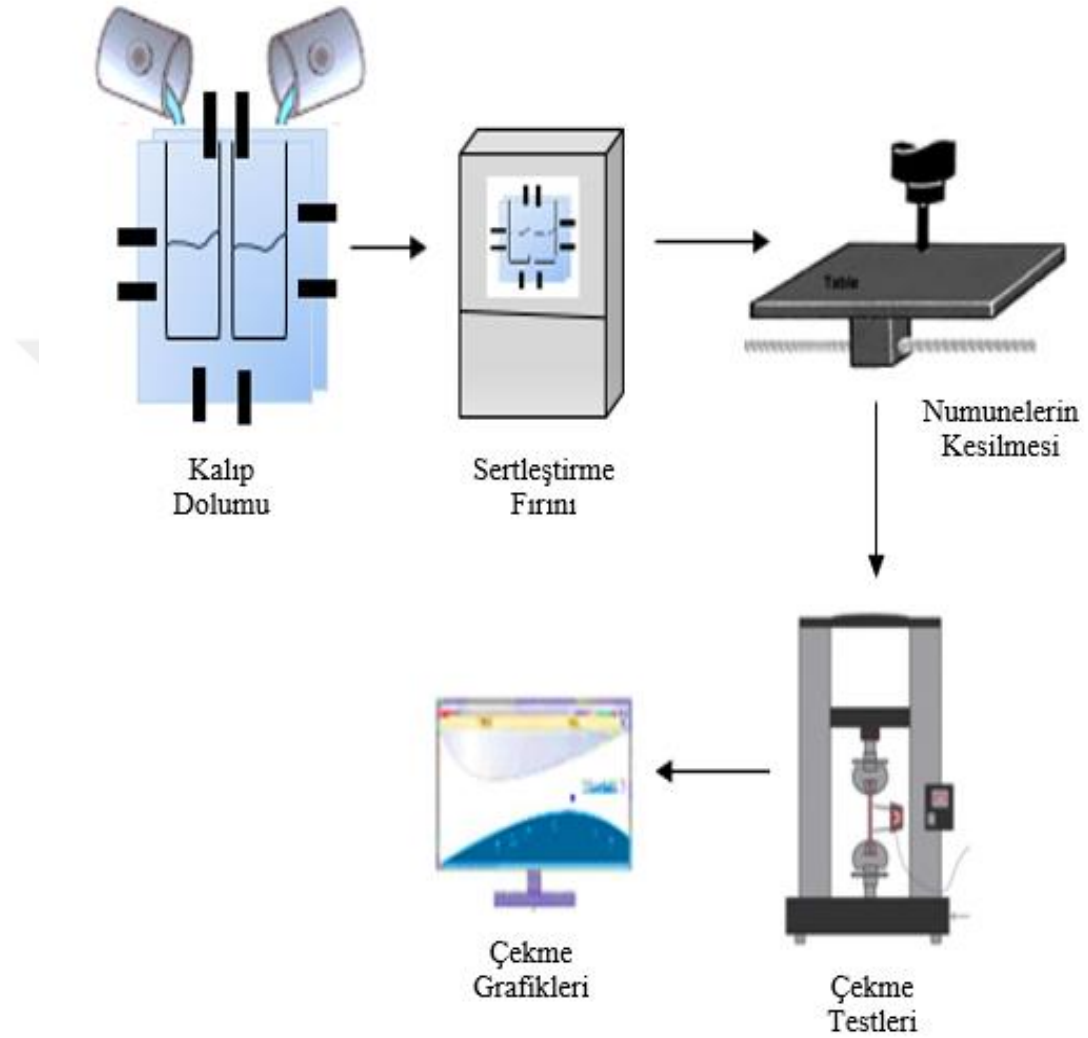
c)

d)

Şekil 4.10. Çekme testi ve numuneleri a) Çekme işlemi örneği b) TiO₂ c) Al₂O₃ d) GNP.

Çekme testlerinde, en ve boyları hassas olarak mikrometre ile ölçülen numuneler, cihazın çeneleri arasında sıkıştırılmış ve çeneler arası mesafe cihazın kendi mikrometresinde kontrol edilmiştir. Her numune için, oda sıcaklığında 5'er tekrarlı

mekanik ölçüm yapılmış ve mekanik özelliklerin tespiti bu 5 değer ortalaması alınarak hesaplanmıştır. Test numuneleri hazırlama ve çekme testine ait şematik gösterimi Şekil 4.11’de gösterilmiştir



Şekil 4.11. Test numuneleri hazırlama ve çekme testine ait şematik gösterim.

4.5. SERTLİK ÖLÇÜMLERİ

Sertlik ölçümleri, numuneye darbe olmaksızın sürekli olarak tatbik edilen kuvvete ve numunelerin yüzeyindeki girinti derinliğinin ölçülmesine dayanmaktadır. Sertlik değerleri doğrudan test cihazına takılı kadrandan okunmaktadır.

Bu çalışmada ASTM D2240 standardına uygun olarak Şekil 4.12’de yer alan TIME TH-210 dijital shoremetre kullanılarak Shore D sertlik ölçümleri gerçekleştirilmiştir.



Şekil 4.12. Sertlik ölçüm cihazı.

Sert kauçuk, sert sentetik malzemeler, termoplastikler, vinil plakalar, selüloz asetatlar, MDF gibi malzemelerin ölçümünde yaygın olarak kullanılmaktadır.

4.6. FTIR ANALİZİ

Test numunelerinin kimyasal yapılarının değerlendirilmesinde FTIR spektrumları (interferogramlar) kullanılmıştır. FTIR spektrumları Şekil 4.13’te yer alan “Agilent Technologies Cary 630” FTIR cihazı kullanılarak elde edilmiştir.

FTIR analizinde, kaynaktan çıkan ışınlar interferometreye girmektedir. Işınlar bölücüde önce ikiye ayrılır daha sonra tekrar aynı sistem tarafından bir araya toplanması ile sonuçlanana bu işleme interferometri denmektedir. Işınlar bölücüye geri döndüklerinde yansıtıcı aynalar tarafından numuneleri üzerine gönderilmektedir. Numuneler üzerine gelen ışının belirli bir miktarını emmektedir. Numunelerden ayrılan ışınlar dedektörler yardımıyla ölçülerek referans lazer ışınlarıyla kıyaslanır. Yapılan kıyaslamalar sonrasında interferogramlar elde edilir. Elde edilen interferogramlar analiz edilerek numunelerin kimyasal yapıları üzerine kabuller gerçekleştirilebilmektedir.



Şekil 4.13. Agilent Technologies Cary 630” FTIR cihazı [120].

Analiz sonuçları Attenuated Total Reflection (ATR) yöntemi ile 400-4000 cm^{-1} aralığında değerlendirilmiştir.

4.7. TERMAL İLETKENLİK ANALİZİ

Test numunelerinin termal iletkenlik analizleri, Şekil 4.14’te yer alan C-THERM marka “TCİ Thermal Conductivity Analyzer” cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Yapılan analizlerde ASTM D7984 standardına uygun olarak çalışılmıştır.

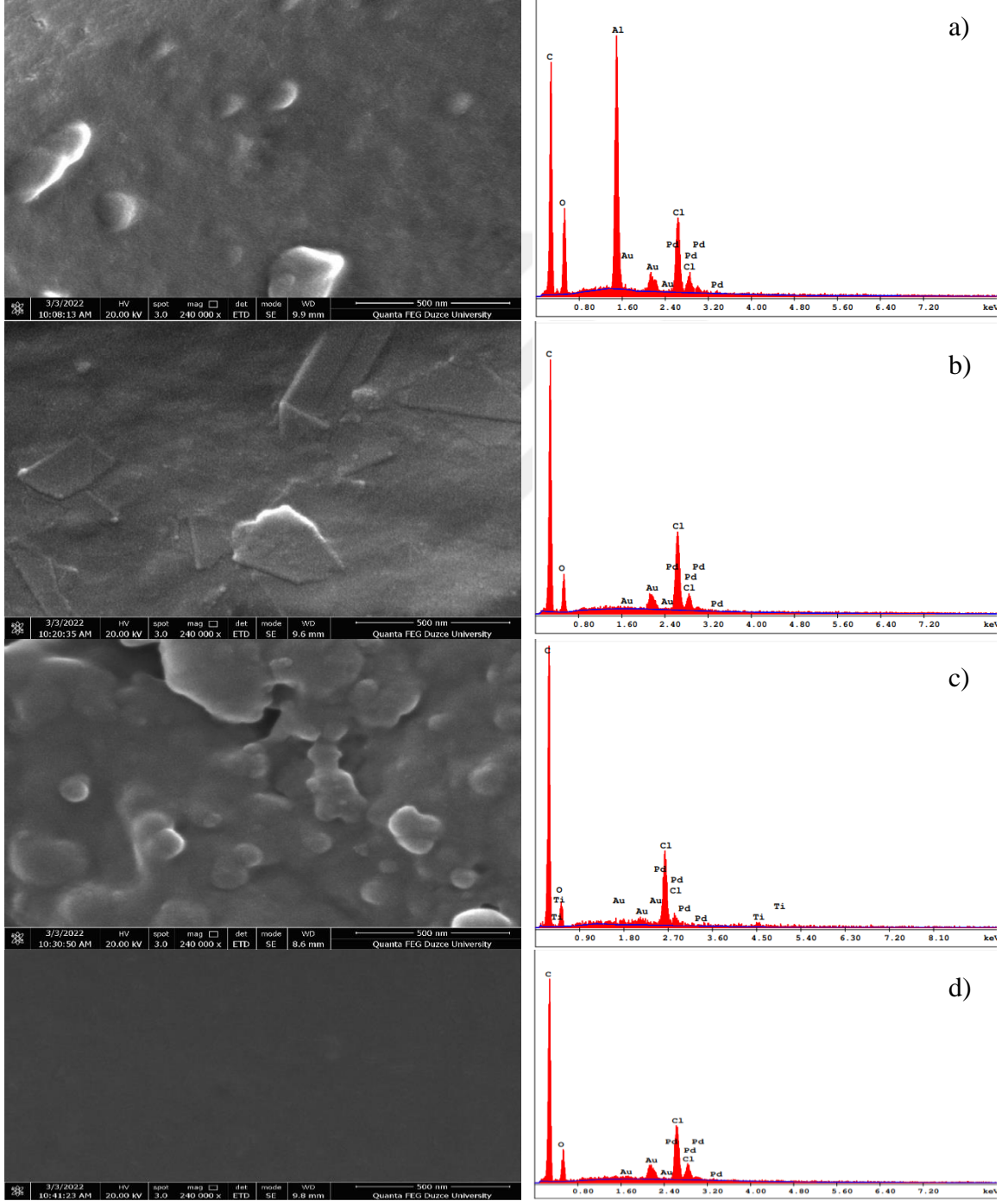


Şekil 4.14. C-THERM termal iletkenlik cihazı.

5. BULGULAR VE TARTIŞMA

5.1. SEM SONUÇLARI

Şekil 5.1’de Al₂O₃, TiO₂ ve GNP katkıli numunelere ait SEM ve EDS analiz sonuçları yer almaktadır.



Şekil 5.1. Al₂O₃, TiO₂ ve GNP katkıli numunelere ait SEM ve EDS analiz sonuçları

a) Al₂O₃ b) GNP c) TiO₂ d) Saf epoksi.

Elde edilen SEM görüntülerinde Al_2O_3 'te globül şeklinde, GNP de plakalar ve TiO_2 de küremsi oluşumlar gözlenmiştir. Elde edilen verilerin literatürde verilen görüntüler ile uyumlu olduğu gözlemlenmiştir [121].

Al_2O_3 ve TiO_2 katkılı yapıda gözenek oluşumu Şekil 5.1'de yer alan SEM görüntülerinde açıkça görülmektedir. Tespit edilen bu gözenekli oluşum literatürde etkili matriks/dolgu etkileşiminin oluştuğunun, bununla birlikte reçine içerisindeki nano partikül dağılımının homojen olduğunun kanıtı olarak gösterilmektedir [51]. Buna göre, belirlenen kür şartlarında TiO_2 katkısı epoksi ile daha homojen bir birleşme göstermiştir ve buna bağlı olarak daha iyi mekanik dayanıma sahip olacağı düşünülmektedir. Çünkü içi dolu gözeneğe sahip oluşumların yapıların mekanik özelliklerini iyileştirdiği düşünülmektedir [52]. Al_2O_3 katkılı epoksidede ise içi dolu gözenek oluşumu az sayıda ve belirli bölgelerde gözlenmiştir. SEM görüntülerinde pürüzsüz-düzgün yüzeyler dolgu/matriks arası etkileşimin zayıflığına bağlanmaktadır [53]. Epoksiye eklenen GNP'lerin ise literatürde belirtildiği gibi yapı içerisine plakalar halinde kaldığı ve epoksi içerisine daha az disperse olduğu tespit edilmiştir [54].

Şekil 5.1'de üç nano partikül için EDS sonuçları yer almaktadır. Bu sonuçlara bakıldığında tüm nano dolgu malzemeleri ile birlikte saf epoksidede de C ve Cl pikleri gözlemlenirken yapılarında eser miktarda O, Au ve Pd tespit edilmiştir. Bu sonuçlara ilave olarak Al_2O_3 'te yüksek oranda Al, TiO_2 'de yüksek oranda Ti tespit edilmiştir. En düşük O oranı TiO_2 'de gözlenirken GNP ve saf epoksidede benzer oranlarda O ölçülmüştür.

5.2. İZOTERMAL DSC SONUÇLARI

DSC yöntemi, kurlenme davranışlarının modellenmesinde kullanılan en önemli yöntemlerden biridir [12]. Genel olarak, ısıyla katılaştıran reçinelerin kurlenme reaksiyonu, düşük moleküler ağırlıklı monomerlerin veya ön polimerlerin yüksek oranda çapraz bağlı, üç boyutlu makro moleküler bir yapıya dönüştürülmesiyle sonuçlanır ve değişken bir sıcaklık aralığında ilerleyebilir. Kimyasal reaksiyonunun derecesini belirtmek için kullanılan, bağ oluşumuyla verilen ısı miktarıyla doğru orantılı olan α ; reaksiyona giren epoksi gruplarının sayısının yapıda var olan toplam epoksi gruplarının sayısına oranı olarak tanımlanabilir ve %0 ile %100 arasında değişir [122].

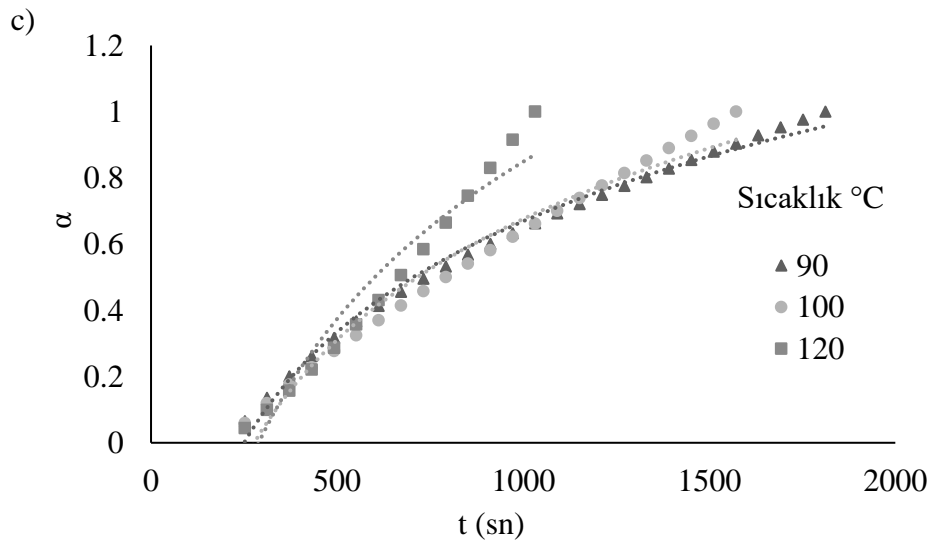
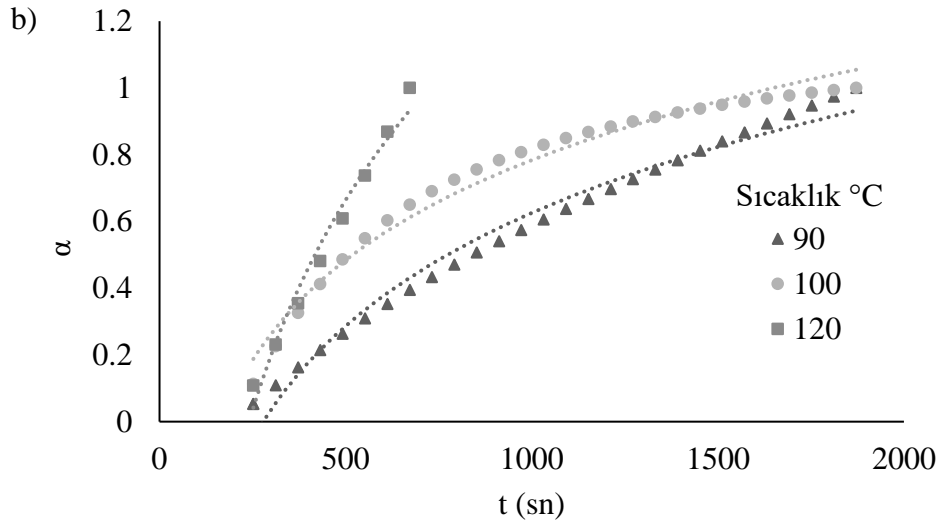
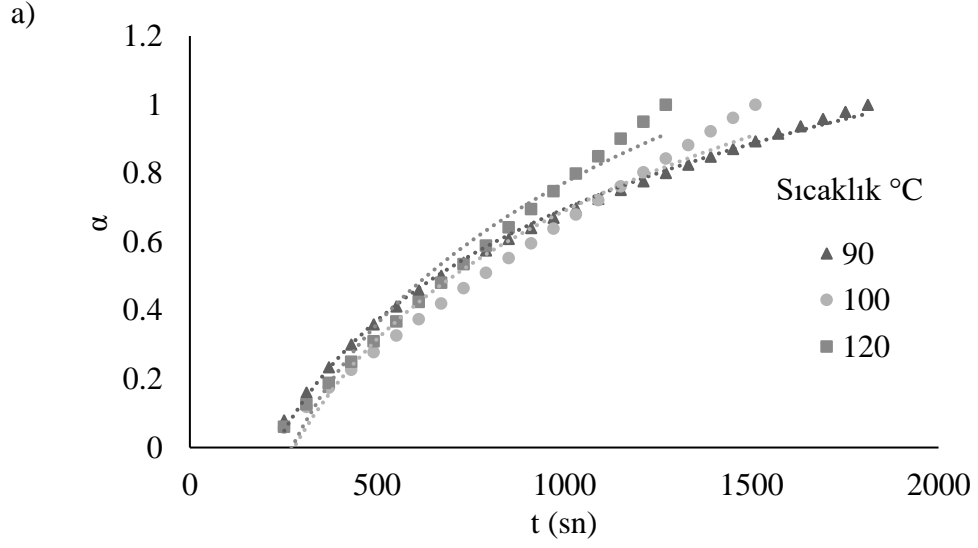
Kurlenmenin mekaniksel etkilerini anlamının en önemli yolu, kurlenme kinetiğine dair

bilgi sahibi olmaktadır. DSC testi sonrası elde edilen veriler, krlenme srecinin deęerlendirilmesinde nemli parametrelerden biri olan krlenme derecesinin (α) tespiti iin MATLAB-R2019b'de analiz edilmiřtir.

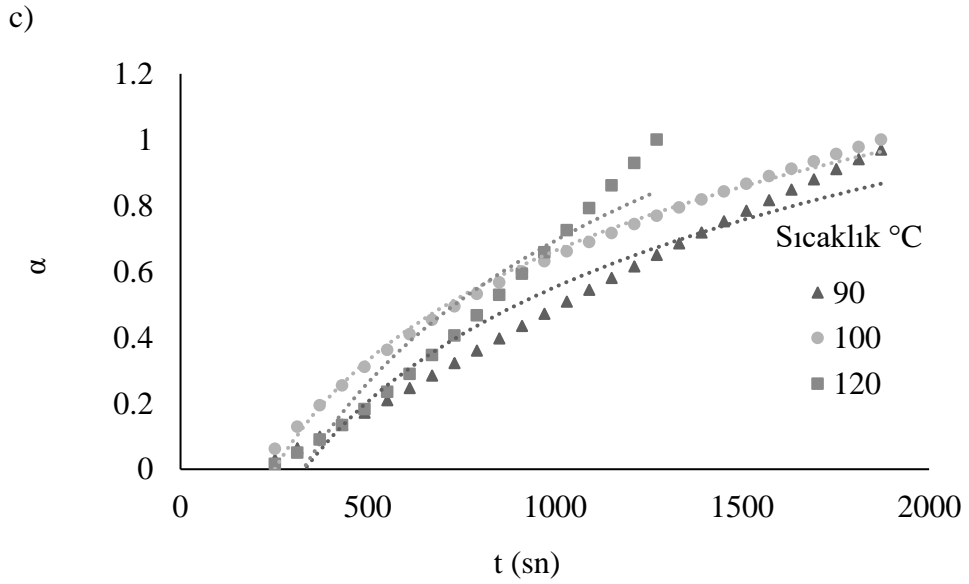
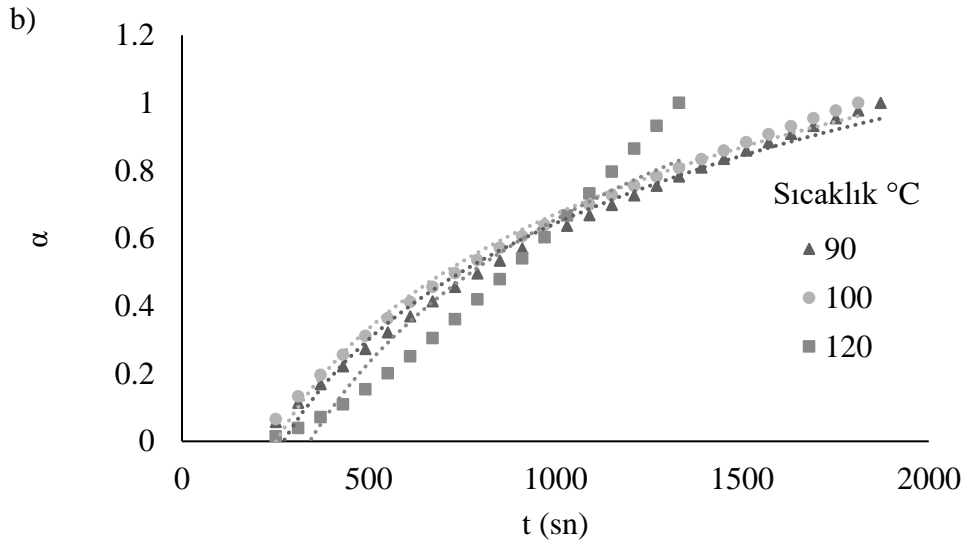
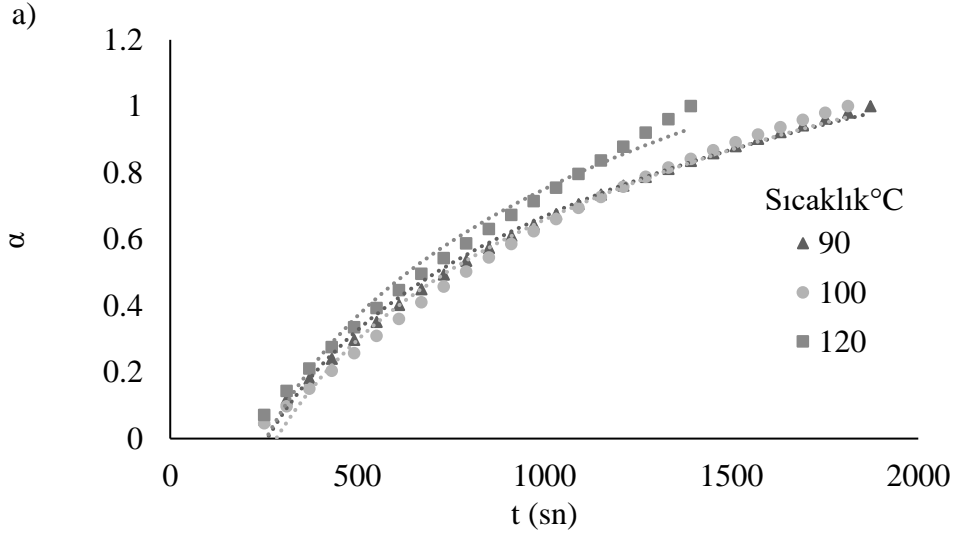
řekil 5.2'de Al_2O_3 , řekil 5.3'te GNP ve řekil 5.4'te TiO_2 katkılı numunelere ait krlenme hızının zaman ve sıcaklıkla deęiřimini gsteren grafikler yer almaktadır.

Krlenme derecesine ait eęriler, farklı krlenme sıcaklıklarındaki numuneler iin belirtilen krlenme sresinden sonra bir birim deęere ulařmaktadır. Krlenme sresi boyunca bu deęiřiklikler viskozite deęiřikliklerine de baęlanabilmektedir [123]. Grafiklerde yer alan eęriler Kamal-Sourour modeline uygun olarak oluřturulmuř sonulardır. Bu eęriler deęerlendirildięinde tm katkı oranlarında sıcaklık ykseltildike maksimum krlenme derecesine daha kısa srelerde ulařılmıřtır. Bunun sebebi sıcaklıkla birlikte molekller hareketlilięin artması ve atomlar arası baęlanmaların daha hızlı gerekleřmesidir.

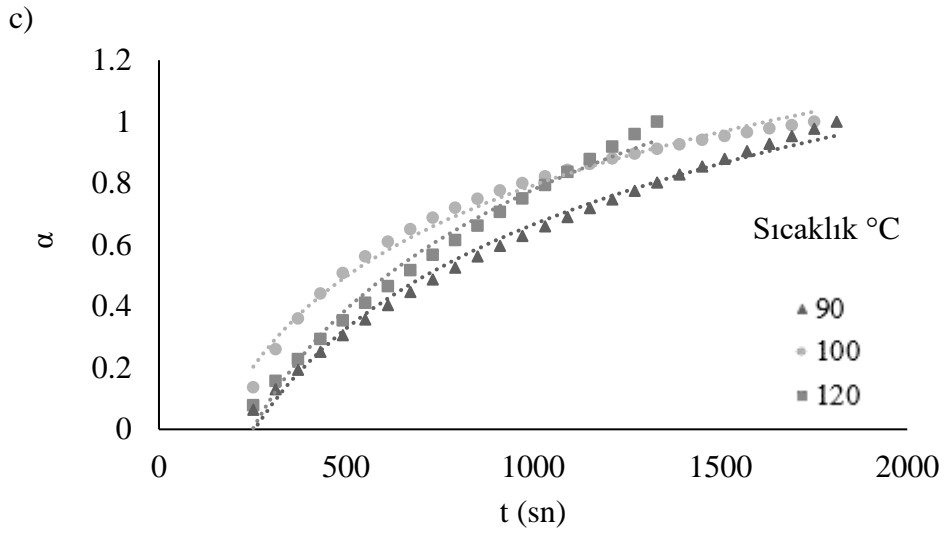
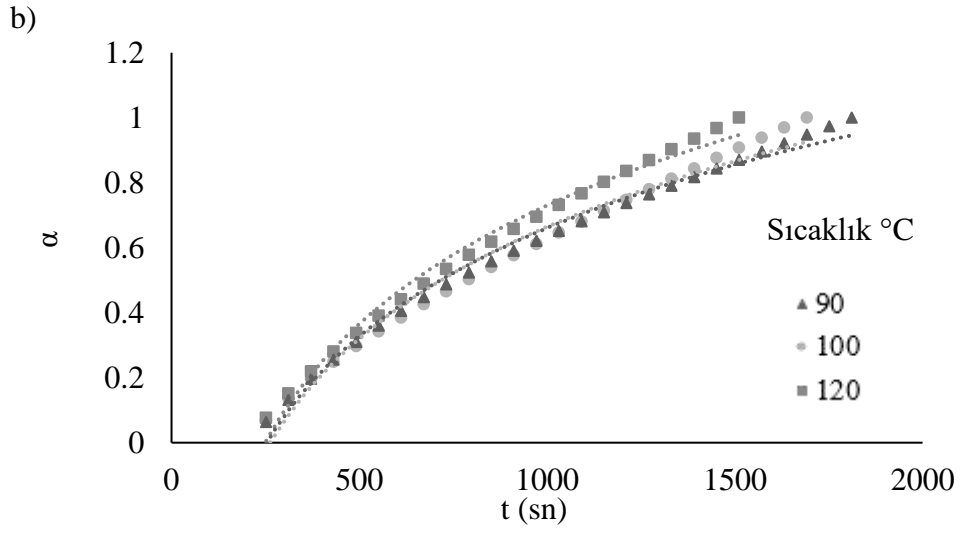
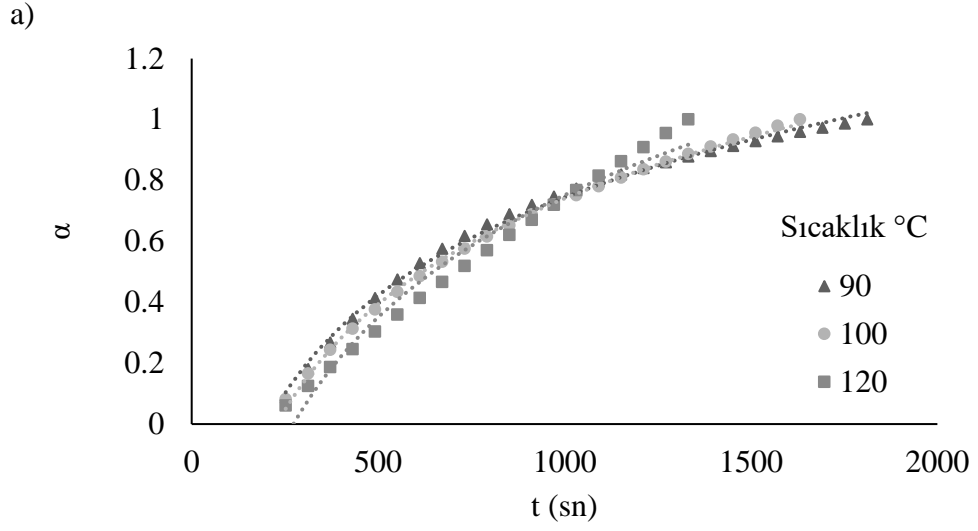
Literatrde yer alan alıřmalarda gzlendięi gibi bu alıřmada da sabit bir sıcaklıkta krleřme reaksiyonunun bařlangı ařamasında krlenme derecesi hızla artmıř, ilerleyen ařamalarda sabit bir deęere ulařma eęilimi sergilemiřtir [124], [46]. Bu eęilimin polimerizasyon esnasında epoksi reinenin zincir uzaması, dallanması ve apraz baęlanmasının sıralı reaksiyonlarına baęlanabileceęi dřnlmektedir. Bu baęlanmalar, reaksiyona giren molekllerin hareketlilięini azaltmıř, viskoziteyi artırmıř ve dnřm oranlarını dřrmřtr [9]. Tm nanopartikl katkı oranlarında benzer sonular gzlemlenmiř fakat sabit bir zaman ve sıcaklıkta katkı oranı deęiřtike krlenme oranı da deęiřiklik gstermiřtir. Bu durum katkı oranlarının farklı tepkiselliklerine baęlı olduęu dřnlmektedir.



Şekil 5.2. Al_2O_3 katkılı numunelere ait sıcaklık ve zamana bağlı α -t grafikleri
a) % 0.75 b) % 1.25 c) % 2.0.



Şekil 5.3. GNP katkılı numunelere ait sıcaklık ve zamana bağlı α -t grafikleri
a) %0.75 b) %1.25 c) %2.0.



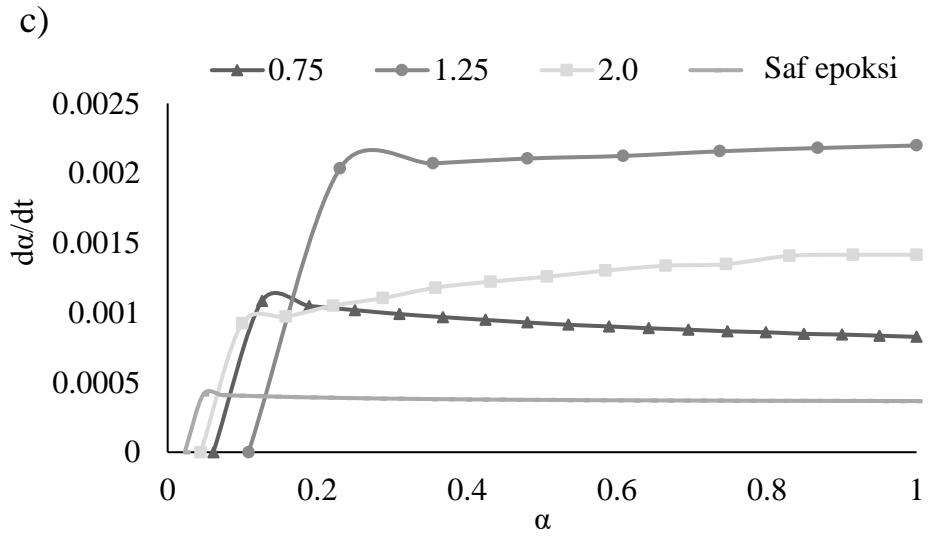
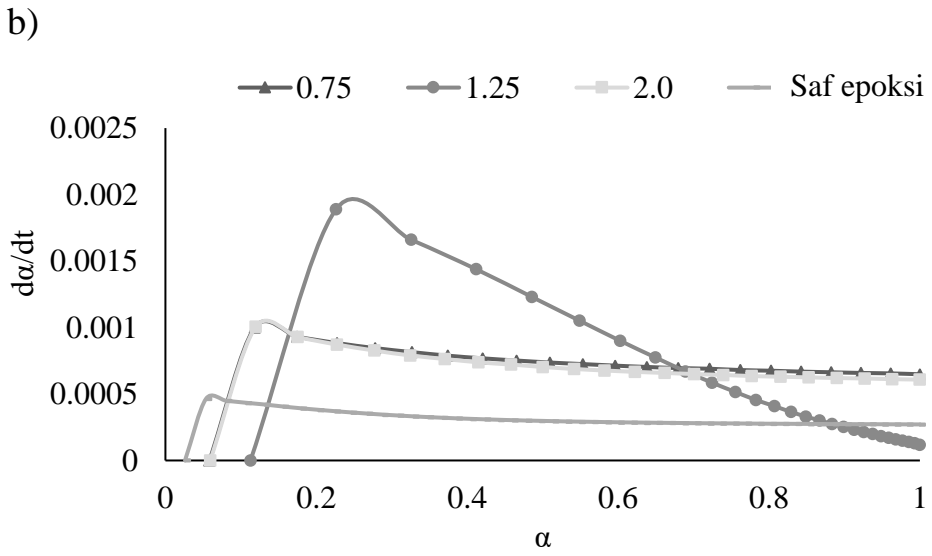
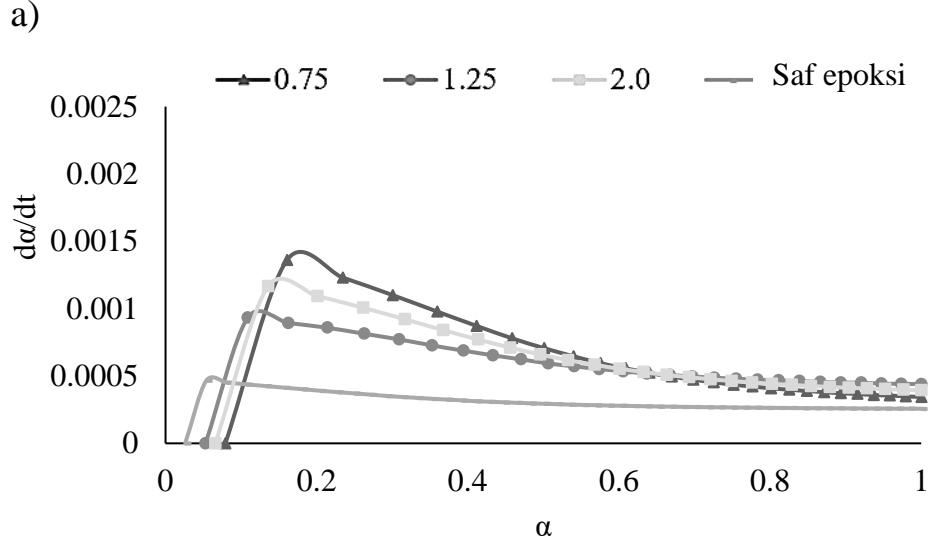
Şekil 5.4. TiO₂ katkılı numunelere ait sıcaklık ve zamana bağlı α -t grafikleri

a) %0.75, b) %1.25, c) %2.0.

Epoksi ierisine Al_2O_3 nano partikllerinin eklenmesi ile elde edilen epoksi karışımlarının 90, 100 ve 120 °C’de gerekleřtirilen krlenme srecinde krlenme hızının krlenme derecesine baėlı olarak deėiřimini gsteren grafikler Őekil 5.5’te yer almaktadır.

Őekil 5.5’te grldėi gibi,

- 90 °C sıcaklıkta katkı oranındaki artışıñ epoksi reinenin maksimum krleřme hızı zerinde deėiřken etkisi gzlemlenmemiřtir.
- Fakat 100 ve 120 °C sıcaklıklarda zellikle %1.25 Al_2O_3 katkısının reaksiyonda katalizr etkisi gsterdiėi, ancak %0.75 ve %2.0 oranlarında ise inhibitr etkisi bařlattıėı dřnlmektedir.
- %2.0’lık Al_2O_3 ilavesi ile reine ierisinde mikro boyutlarda artan nano partikl konsantrasyonunun moleklleri birbirine yaklařtırdıėı ve hareketlerinin azalmasına sebep olduėu dřnlmektedir. Molekler hareketlerdeki bu yavařlama entropi seviyesinin dřmesine ve partikller arasında enerji bariyerlerinin (sterik engelleme) oluřması ile apraz baėlanmaların azalmasına sebep olmuřtur. Genel olarak epoksiye eklenen Al_2O_3 ’n sebep olduėu reaksiyon hızını dřrc etkinin sterik engelleme kaynaklı olabileceėi dřnlmektedir [125].

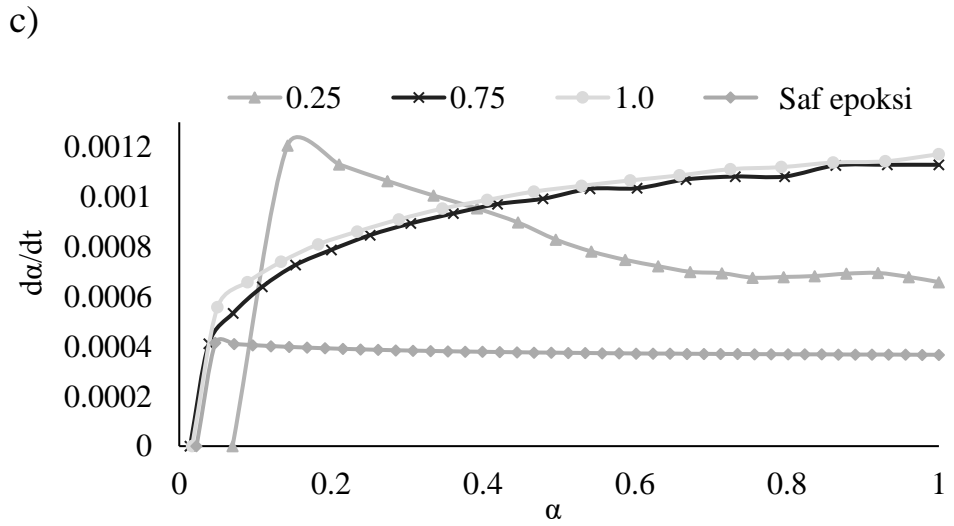
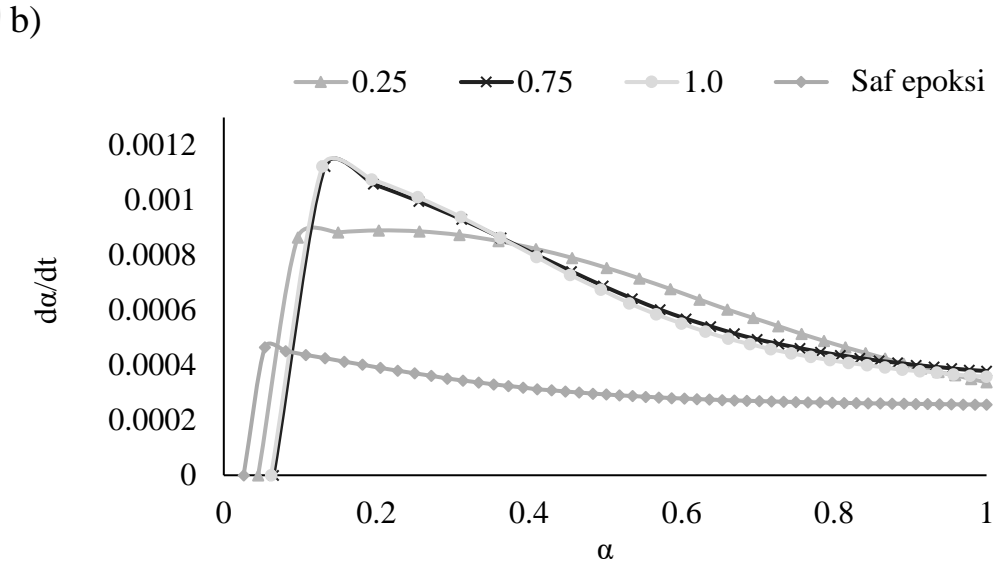
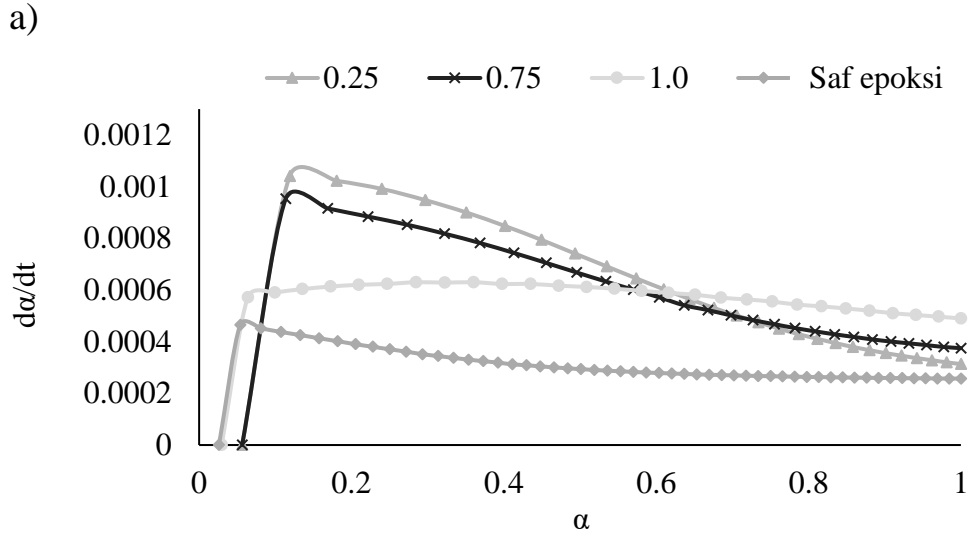


Şekil 5.5. Al_2O_3 katkılı epoksin sıcaklığa bağlı kürleşme grafikleri
a) 90 °C b) 100 °C c) 120 °C.

Epoksi ierisine GNP nano partikllerinin eklenmesi ile elde edilen epoksi karışımlarının 90, 100 ve 120 °C’de gerekleřtirilen krlenme srecinde krlenme hızının krlenme derecesine baėlı olarak deėişimini gsteren grafikler Őekil 5.6’da yer almaktadır.

Őekil 5.6’da grldėi gibi,

- 90 ve 120 °C de grafen nanoplatelet katkısı arttıka da/dt dřmř, 100 °C ‘de ise ykselme gstermiřtir.
- 100 °C %1 ve %0.75’lik katkı oranında krlenme hızı maksimum seviyeye ulařmıř ve Kamal modeline uygun bir dnřm reaksiyonu sergilemiřtir.
- 120 °C gerekleřen krlenme reaksiyonlarında konsantrasyon deėeri arttıka karışımda katılařma bařlamasına raėmen dnřm hızı dřř sergilememiřtir. Bu durum yksek grafen nanoplatelet ilavesinin sıcaklık arttıka katalizr etkisini kaybettiėinin kanıtıdır.
- Tm sıcaklıklarda dřk oranlarda grafen nanoplatelet ilavesi Kamal Sourour modeli ile daha uyumlu alıřmıřtır. Bu durum katkı oranının artırmanın hem maliyeti hem de krleřme sresini artıracasını gstermektedir.

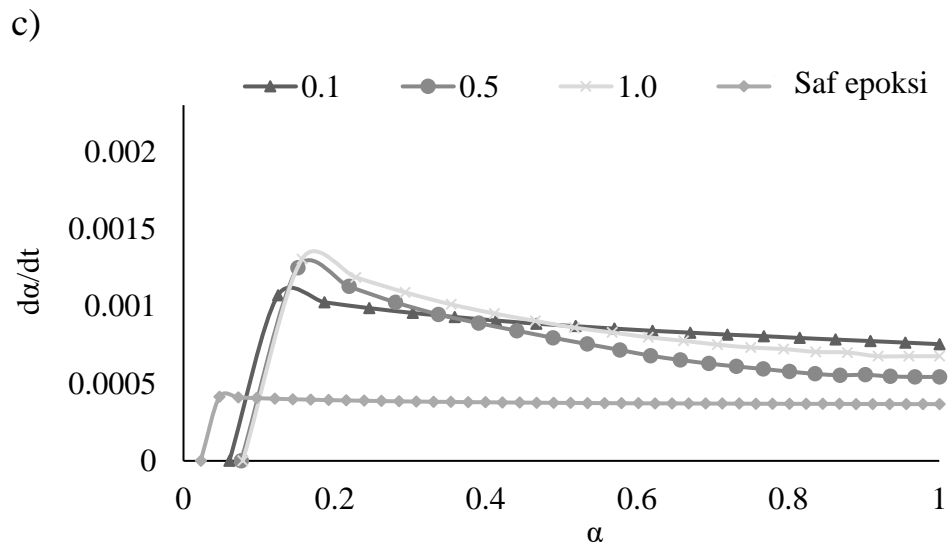
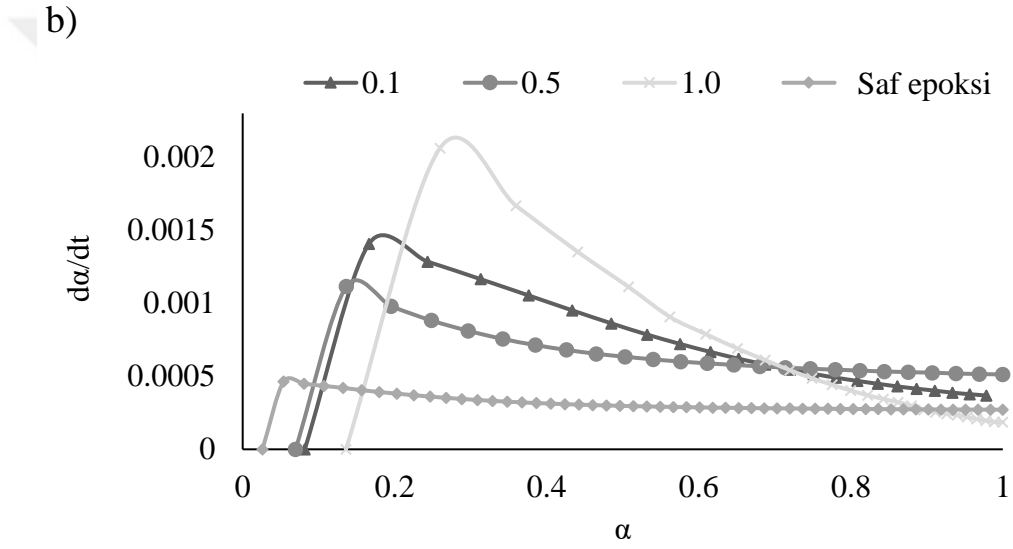
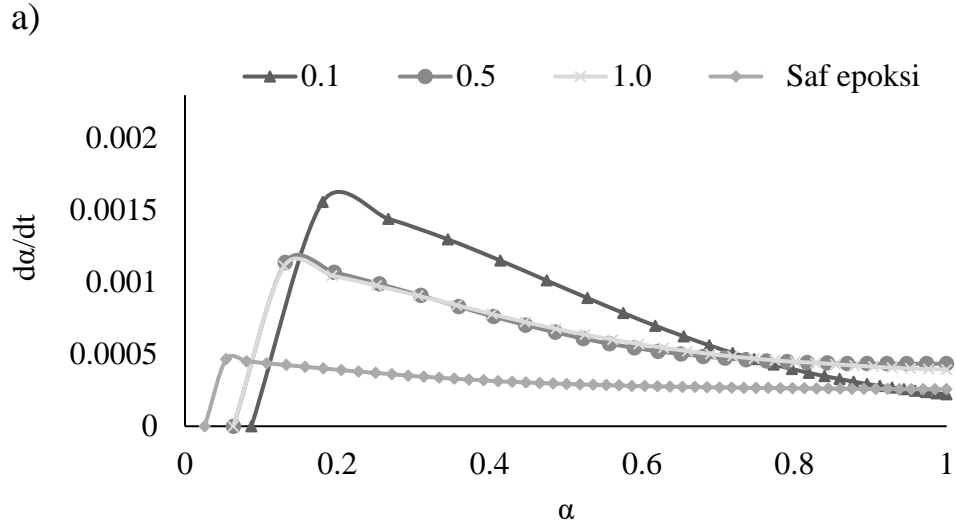


Şekil 5.6. GNP katkılı epoksin sıcaklığa bağlı kürleşme grafikleri
a) 90 °C b) 100 °C c) 120 °C.

Epoksi ierisine TiO₂ nano partik llerinin eklenmesi ile elde edilen epoksi karışımlarının 90, 100 ve 120  C’de gerekleřtirilen k rlenme s recinde k rlenme hızının k rlenme derecesine baėlı olarak deėişimini g steren grafikler Őekil 5.7’de yer almaktadır.

Őekil 5.7’de g sterildiėi gibi,

- 90  C’de ise katkı oranı arttıka maksimum k rleŐme hızı d Ő Ő g stermiŐ yani d n Ő m reaksiyonları yavaŐlamıŐtır.
- 100  C’de  zellikle %1.0’lık katkı, reaksiyon  zerinde kataliz r etkisi g stermiŐ, maksimum d n Ő m hızı artmıŐ ve k rleŐme reaksiyonları daha hızlı gerekleŐmiŐtir.
- 120  C’de TiO₂ ilavesinin en y ksek k rleŐme hızına ok fazla etkisi olmamıŐ, tersine maksimum k rleŐme hızına ulaŐıldıktan sonra k rlenme reaksiyonunu t m katkı oranlarında yavaŐlatıcı etki g stermiŐtir.



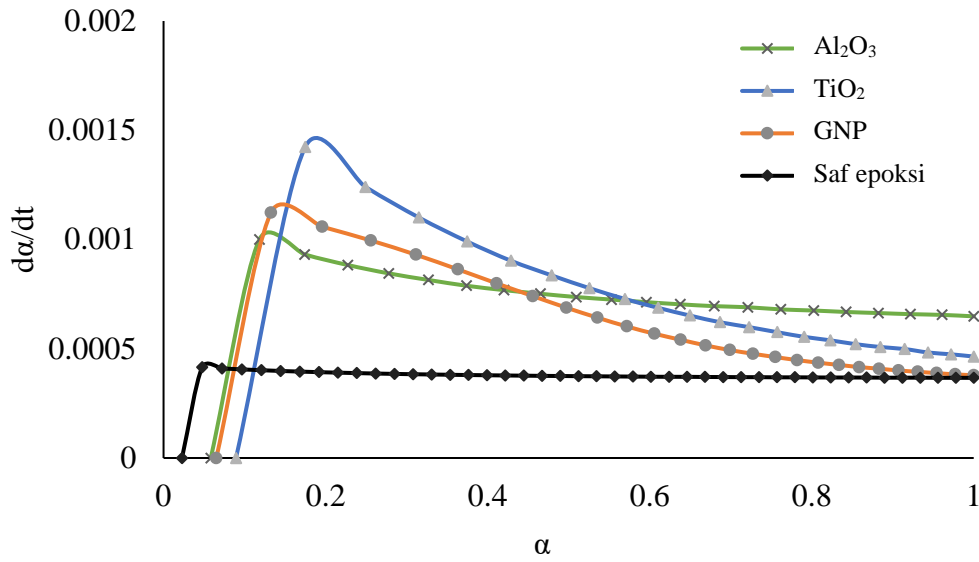
Şekil 5.7. TiO₂ katkılı epoksin sıcaklığa bağlı kürleşme grafikleri
a) 90 °C b) 100 °C c) 120 °C.

Sonuç olarak, tüm nanopartikül türlerinde sıcaklığın artması ile saf epoksiye oranla kürlenme hızı artış göstermiştir. Bu durum literatürle tam uyum sergilemektedir [9]. 90 °C’de gerçekleşen kürlenme reaksiyonlarında Kamal Sourour modeline uyumlu eğriler elde edilmiş ancak katkı oranına bağlı belirgin değişimler gözlenmemiştir. Sıcaklığın 100 °C’de Kamal Sourour modeline uyumluluk devam etmiş ve her partikül türünde spesifik bir katkı oranında kürlenme hızı belirgin artış sergilemiştir. Kürlenme sıcaklığı 120 °C’ye ulaştığında nano partikül türünden bağımsız olarak diğer sıcaklıklarda gerçekleşen kürlenme reaksiyonlarına oranla kürlenme hızı düşmüştür. Benzer bir durum arkadaşlarının çalışmalarında da gözlenmiştir [114]. Bu durumun, kürlenmenin başlama evresinin hızla tamamlanmasına karşın ilerleme evresinde moleküller arası bağların sayısının çok hızlı artması ve buna bağlı olarak moleküler hareketliliğin azalmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Bu da α ’nın 1’e ulaşması için gereken süreyi uzatmış ve Kamal Sourour modeline uyum sağlanamamıştır.

5.2.1. Ortak DSC Çalışması Sonuçları

DSC analizlerinden elde edilen sonuçlar değerlendirildiğinde, tüm nano partikül türleri için en uygun kürlenme kinetiği verilerinin 100 °C’de gözlemlendiği açıktır. Elde edilen bu optimum sıcaklıkta tüm nano partikül türleri için %0.75’lik ortak katkı oranında DSC çalışmaları tekrarlanmıştır.

Şekil 5.8’de, ağırlıkça % 0.75 Al₂O₃, TiO₂, ve GNP katkılı epoksi reçine ile 100 °C’de gerçekleştirilen analizlerde elde edilen kürlenme hızı/kürlenme oranı eğrileri yer almaktadır.



Şekil 5.8. Ağırlıkça %0.75 katkı oranında 100°C’de kürleşme grafiği.

Eğriler değerlendirildiğinde nano partikül katkısının epoksi reçinenin kürlenme reaksiyonunu hızlandığı açıkça görülmektedir. Saf epoksiye oranla kürlenme hızındaki artış oranları TiO₂, GNP, Al₂O₃’te sırası ile % 261, % 200 ve % 175 olarak elde edilmiştir.

Elde edilen veriler Kamal-Sourour modelinde uygun olarak yeniden analiz edilerek “k-m” değerleri Al₂O₃, TiO₂, ve GNP için sırası ile 0.003002-0.7355, 0.002615-0.3590, 0.002154-0.4341 olarak hesaplanmıştır. Sabit sıcaklıkta en yüksek “k” değeri, birbirine çok yakın olarak Al₂O₃ ve TiO₂’de gözlenmiştir. Bu durum bu iki nanoparçacık için kürlenme sürecinin yakın sürelerde tamamlanacağını göstermektedir. GNP katkılı numunelerde ise kürleşme hızı düşmüş ancak Kamal Sourour eğrisine daha yakın bir eğride ve daha kararlı bir kürleşme grafiği elde edilmiştir.

Sonuç olarak %0.75’lik katkı oranında optimum sonuçlar, hem Kamal Sorour modeline uyum hem de en yüksek kürlenme hızını sergileyen TiO₂ nano partikülleri ile geliştirilen numunelerde gözlenmiştir. Sonuçlar Ren ve arkadaşlarının gerçekleştirdiği çalışma ile uyum sergilemektedir [46].

5.3. KÜRLENME PARAMETRELERİ HESABI

Yapılan çalışmada kürlenme kinetiğini tanımlamada yaygın olarak kullanılan Kamal Sourour modeli kullanılmıştır. Modele ait formül Denklem (3.5)’te verilmiştir.

MATLAB-R2019b'deki eğri uydurma aracı yardımı ile Çizelge 5.1'de yer alan k ve m değerleri hesaplanmıştır. Modeldeki n değerleri ön kabullerle denenerek "1" olarak tespit edilmiştir. Literatürde de benzer şekilde en iyi tahmin katsayısı değeri olarak n=1.0 kabul edilmiştir [9]. Tahmin edildiği gibi sıcaklık artışına bağlı olarak reaktivitede de artış gerçekleşmiş ve k-değerleri artmıştır. En yüksek "k" değerleri Al₂O₃, GNP ve TiO₂ için sırası ile 0.01260, 0.005040, 0.003484 olarak hesaplanmıştır. "m" reaksiyon sabitleri de benzer davranış göstermiş ve en yüksek değerler Al₂O₃, grafen nanoplatelet ve TiO₂'de 1.3640, 1.0500, 0.7244 olarak hesaplanmıştır.



Çizelge 5.1. Nano partikül katkı oranlarına göre model denklem parametreleri.

Saf Epoksi		
T (°C)	k	m
90	0.000952	0.4221
100	0.000997	0.4559
120	0.001407	0.6522

Al₂O₃						
T (°C)	%0.75		%1.25		%2.0	
	k	m	k	m	k	m
90	0.002234	0.4450	0.00207	0.5214	0.002073	0.3999
100	0.003002	0.7355	0.00942	1.1250	0.002795	0.6758
120	0.003957	0.8285	0.01260	1.3640	0.005671	0.9179

TiO₂						
T (°C)	%0.1		%0.5		%1.0	
	k	m	k	m	k	m
90	0.002552	0.4238	0.002062	0.4386	0.002058	0.3516
100	0.002722	0.5234	0.002300	0.5397	0.003108	0.5169
120	0.003464	0.7183	0.002737	0.5183	0.003484	0.7244

GNP						
T (°C)	%0.25		%0.75		%1.0	
	k	m	k	m	k	m
90	0.002296	0.4908	0.002196	0.5285	0.000863	0.2124
100	0.002478	0.5652	0.002154	0.4341	0.001182	0.2005
120	0.003146	0.6484	0.005040	1.0500	0.001503	0.3913

Kamal Sourour modelinde “m” deęerleri ve sıcaklık baęımlılıęı hakkında genel bir grş bildirilmemektedir [9], [15]. Bu alıřmada “m” kinetik parametreleri ise tm katkı miktarları iin artıř sergilemiřtir. “m” parametresi reaksiyon en yksek kr hızına ulařıncaya kadar meydana gelen apraz baę oluřumunu ve buna baęlı krlenme oranını ifade ettięinden erken dnem krlenme srecinde epoksi ierisine eklenen nano partikllerin krlenmeyi olumlu etkileyeceęi dřnlmektedir. Ancak yapılan alıřmada Al₂O₃ ve TiO₂ katkısının yksek sıcaklıklarda konsantrasyon artıřı ile doęru orantılı olarak reaksiyonu yavařlattıęını gstermektedir.

Epoksi-nano partikl sistemi iin krleme reaksiyonunun aktivasyon enerjileri Denklem (2.8)’de yer alan Arrhenius denklemi kullanılarak belirlenmiřtir. Farklı katkı oranlarında Al₂O₃, TiO₂ ve GNP nano partiklleri ile geliřtirilmiř numunelerin Arrhenius denklemi kullanılarak elde edilen aktivasyon enerjisi deęerleri izelge 5.2’de gsterilmiřtir.

Cristina Montaser ve arkadaşlarının yaptıęı alıřmada [58] saf reinenin aktivasyon enerjisi 40-60 kJ/mol olarak llmřtr. Literatrde yapılan alıřmada, 70-90 C’de epoksi reine ve T403 karıřımının izotermal kr reaksiyonunu incelemiřler ve DSC kullanarak aktivasyon enerjisinin 50 kJ/mol olduęunu hesaplamıřlardır [47]. Bir bařka alıřmada DSC ile yaptıkları aynı alıřmada 50-110 C’de izotermal krleme yapmıř ve 57.7 kJ/mol’lk bir aktivasyon enerjisi hesaplamıřlardır [126]. Ayrıca bu alanda yapılan teorik alıřmalar epoksit ve amin reaksiyonu iin aktivasyon enerjisinin 35.8 - 44.3 kcal/mol aralıęında olduęunu ve aynı zamanda epoksi ortamlara nano partikl ilavesinin, saf reineye kıyasla krleřme reaksiyonunun aktivasyon enerjisini azalttıęını gstermiřtir [127].

izelge 5.2’de yer alan veriler deęerlendirildięinde saf epoksi iin hesaplanan aktivasyon enerjisi deęerinin literatrle uyumlu olduęu gzlenmiřtir. %1.25 Al₂O₃ katkılı numune dıřında tm nano partikl katkılı numunelerde aktivasyon enerjisinde dřř gerekleřmiřtir. Bu durum nanopartikl katkısının epoksi esaslı kompozit malzemelerde krlenme srecinin bařlatılmasını kolaylařtırdıęının bir gstergesidir.

Çizelge 5.2. Nano partikül katkı oranlarına göre aktivasyon enerjileri.

	Saf epoksi	Al ₂ O ₃			TiO ₂			GNP		
Katkı oranı (%)	0	0.75	1.25	2.0	0.1	0.5	1.0	0.25	0.75	1.0
Ea (kJ/mol)	42.34	21.88	64.70	40.20	13.61	11.12	19.08	9.16	25.97	14.63

5.4. ÇEKME TESTİ SONUÇLARI

Çekme analizi, bir yapının statik ya da yavaş tatbik edilen bir yük etkisi altında malzemelerin mekanik özelliklerinin tespit ve incelenmesinde kullanılan önemli analiz yöntemlerinden biridir. Çekme analizleri ile; malzemelerin elastisite modülü (young modülü), maksimum kuvvet, kopma dayanımı, tokluk ve rezilyans modülü gibi önemli mekanik özellikleri gözlenebilmektedir.

Çekme analizi, uygulanan kuvvet etkisi altında test numunesinin boyunun giderek uzaması son aşamada numunenin kırılması ile sonlanmaktadır. Test sırasında uygulanan kuvvet etkisi ile numunelerde meydana gelen uzama değerleri ölçülmekte ve gerilme-uzama grafikleri elde edilmektedir. Uzama miktarını ölçmek amacıyla bir gerinim ölçer veya ekstansometre kullanılmaktadır.

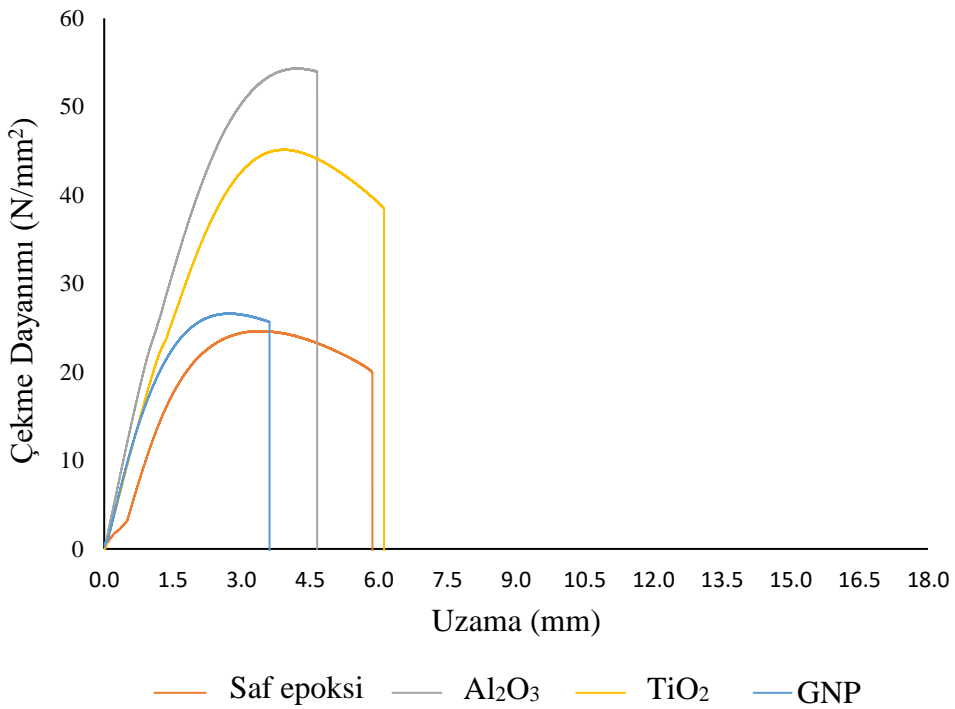
Saf epoksi içerisine sırası ile ağırlıkça % 0.75 % 1.0 ve % 1.25 oranlarında Al₂O₃, TiO₂ ve GNP nanopartikülleri eklenerek çekme testleri gerçekleştirilmiştir. Elde edilen sonuçlar % 0.75 % 1.0 ve % 1.25 katkı oranları için sırası ile Şekil 5.9, Şekil 5.10 ve Şekil 5.11’de gerilme-uzama grafikleri halinde gösterilmiştir.

Şekil 5.9’deki çekme grafiğine göre ağırlıkça %0.75 katkı oranında;

- TiO₂ nano partikül ilavesi ile; çekme dayanımı, kopma dayanımı ve kopma uzamasında saf epoksiye kıyasla sırası ile % 83.2, %133 ve %4.44 artış tespit edilmiştir. Kopma dayanımı sonucu Singh ve arkadaşlarının yaptığı çalışma ile uyumlu olarak gözlenmiş, çekme dayanımında ise 2 kat daha iyi sonuçlar elde edilmiştir [43].
- Al₂O₃ nano partikül ilavesi ile; çekme dayanımı, kopma dayanımında saf epoksiye kıyasla sırası ile %120.6 ve %170.35 artış tespit edilmiştir. Elde edilen

sonuçların Mishra ve arkadaşlarının gerçekleştirdiği çalışma ile uyumlu olduğu görülmüştür. Ancak kopma uzamasında gözlenen saf epoksiye oranla %0.6'lık bir düşüş literatüre göre aksi yönde gözlemlenmiştir [27].

- GNP nano partikül ilavesi ile; çekme dayanımı ve kopma dayanımında saf epoksiye kıyasla sırası ile % 8 ve % 28.5 artış tespit edilmiştir. Çekme dayanımında gözlenen bu artış Shivakumar ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada da aynı değerde ölçülmüştür [32]. Ancak kopma uzamasında saf epoksiye oranla %38.4'lük bir düşüş gözlemlenmiştir.



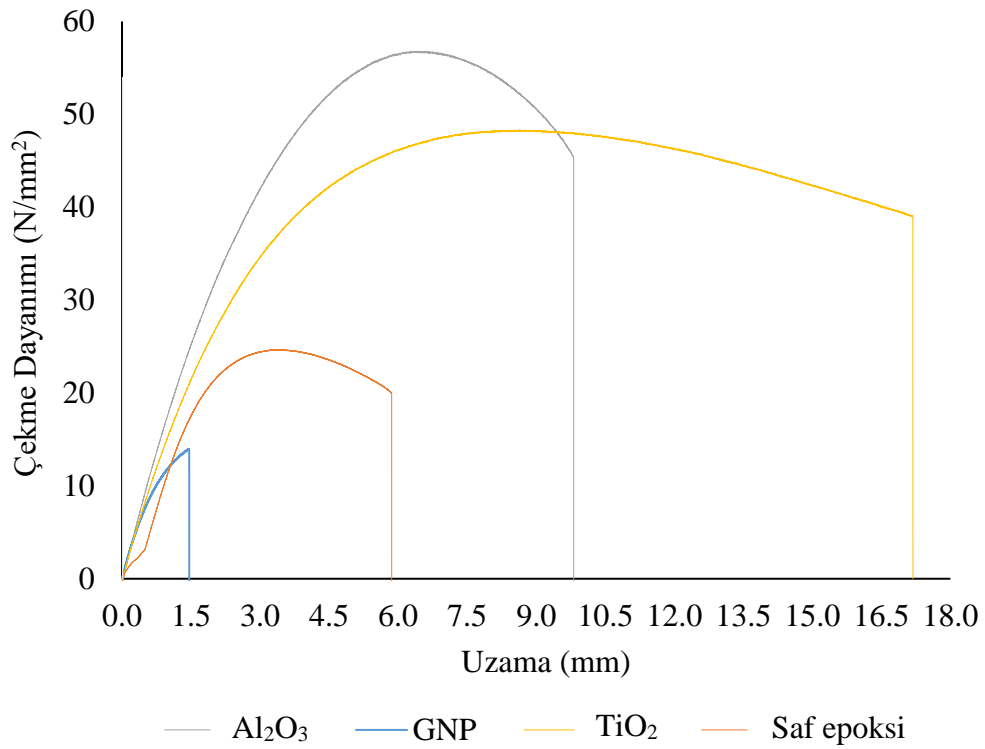
Şekil 5.9. % 0.75 katkı oranında nano partikül türüne göre gerilme-uzama grafiği.

Buna göre % 0.75 katkı oranında, partikül türünden bağımsız olarak nano partikül katkılı numunelerde saf epoksiye kıyasla çekme dayanımı artış göstermiş ve en yüksek çekme ve kopma dayanımına sırası ile %120.6 ve %170.35 artış ile Al₂O₃ katkılı numunede ulaşılmıştır. Kopma uzamasında ise TiO₂ katkılı numunede artış gözlemlenirken Al₂O₃ ve GNP katkılı numunelerde düşüş gözlemlenmiştir.

Şekil 5.10'daki çekme grafiğine göre ağırlıkça % 1.0 katkı oranında;

- TiO₂ nano partikül ilavesi ile; çekme dayanımı, kopma dayanımı ve kopma uzamasında saf epoksiye kıyasla sırası ile % 96.1, %101.5 ve %179.9 artış tespit edilmiştir.

- Al_2O_3 nano partikül ilavesi ile; çekme dayanımı, kopma dayanımı ve kopma uzamasında saf epoksiye kıyasla sırası ile %130.5, %130.3 ve 166.4 artış tespit edilmiştir.
- GNP nano partikül ilavesi ile; çekme dayanımı, kopma dayanımı ve kopma uzamasında saf epoksiye kıyasla sırası ile % 43.2, % 29.9 ve %75.1 düşüş tespit edilmiştir. Benzer şekilde literatür çalışmalarında da ağırlıkça %0.5'ten GNP katkısının epoksinin mekanik özelliklerinde düşüğe sebep olduğu yer almaktadır [29], [30].



Şekil 5.10. % 1.0 katkı oranında nano partikül türüne göre gerilme-uzama grafiği.

Sonuç olarak ağırlıkça %1.0 katkısında çekme dayanımı, kopma dayanımı ve kopma uzaması, TiO_2 ve Al_2O_3 nano partikül katkısı ile hazırlanan numunelerde artarken, GNP katkılı numunede düşüş göstermiştir. Bu durum daha önce yapılan çalışmalarda da gözlemlenmiştir [128], [129]. Bunun sebebi polimer zincirler arasındaki H-C bağlarının, epoksinin hidrojen atomu ile GNP'nin karbon atomları arasındaki etkileşim yoluyla oluşmasıdır. Bu durum epoksi malzemeyi kırılgan hale getirmiş ve kopma uzaması azalmıştır.

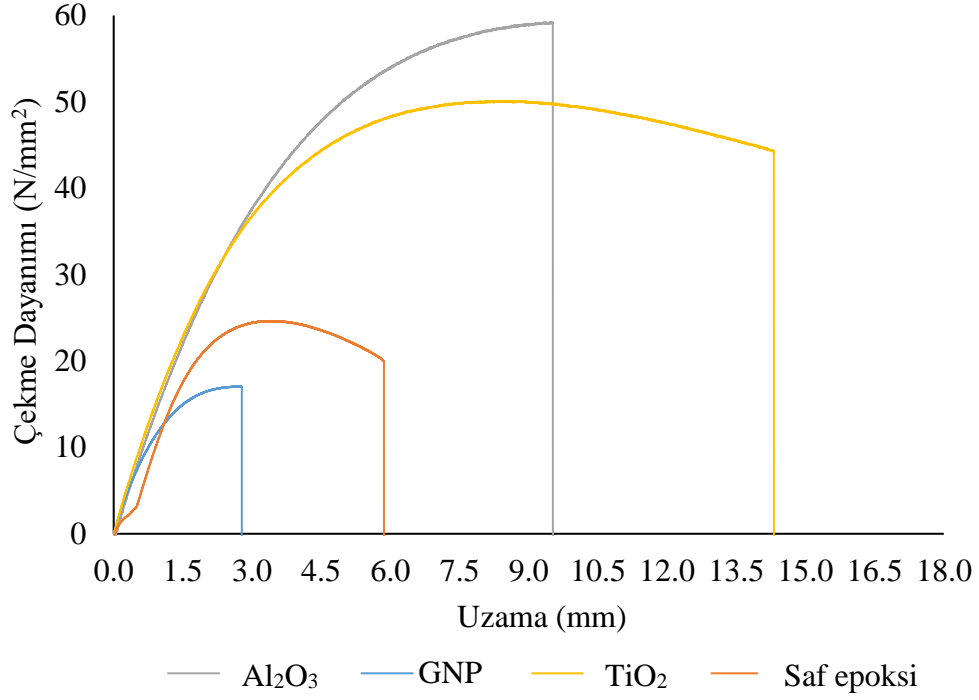
Ağırlıkça %1.0 nanopartikül katkısında en yüksek çekme dayanımına saf epoksiye kıyasla ile %130.5 artış gösteren Al_2O_3 nano partikül katkısında ulaşılırken en yüksek

kopma uzamasına saf epoksiye kıyasla %179.9 artış gösteren TiO_2 nano partikül katkısında ulaşılmıştır. TiO_2 katkısında gözlenen bu kopma uzamasının sebebinin, TiO_2 moleküllerinin epoksi matrisiyle polimer zincirleri arasındaki çapraz bağlanmayı Van der Waals etkileşimleriyle tetikleme olduğu düşünülmektedir. Bu çapraz bağlanmalar nanokompozitlerdeki poroziteleri azaltıp, yapıyı daha güçlü hale getirmektedir ancak kalıcı olmadıklarından malzemenin elastik davranışında azalmaya neden olmamaktadırlar [45].

Şekil 5.11'deki çekme grafiğine göre ağırlıkça %1.25 katkı oranında;

- TiO_2 nano partikül ilavesi ile; çekme dayanımı, kopma dayanımı ve kopma uzamasında saf epoksiye kıyasla sırası ile %103.5, %124.4 ve %139.1 artış tespit edilmiştir.
- Al_2O_3 nano partikül ilavesi ile; çekme dayanımı, kopma dayanımı ve kopma uzamasında saf epoksiye kıyasla sırası ile %140.3, %195.8 ve 61.3 artış tespit edilmiştir. Çekme dayanımında ölçülen artış Mishra ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada da raporlanmıştır, ancak kopma uzamasında bu çalışmaya kıyasla 6 kat daha yüksek verilere ulaşılmıştır [27].
- GNP nano partikül ilavesi ile; çekme dayanımı, kopma dayanımı ve kopma uzamasında saf epoksiye kıyasla sırası ile %30.1, % 14.8 ve %52.5 düşüş tespit edilmiştir. Benzer şekilde literatür çalışmalarında da ağırlıkça %0.5'ten GNP katkısının epoksinin mekanik özelliklerinde düşüğe sebep olduğu yer almaktadır [31]

Şekil 5.11'de görüldüğü gibi farklı nano partikül ile modifiye edilmiş epoksi test numuneleri arasında maksimum çekme dayanımı saf epoksiye kıyasla %140.3 artış sergileyen % 1.25 Al_2O_3 nano partikülü ile geliştirilen numunede tespit edilmiştir. Bunun sebebinin, Al_2O_3 içerisinde var olan oksijen atomları ile epoksinin polimerik zincirleri arasında yeterli sayıda ve güçlü hidrojen bağının oluşması olarak görülmektedir [22]. Epoksi içerisine katılan alümina parçacıklarının konsantrasyonu artması ve homojen dağılımı ile epoksi polimer zincirlerinin arasındaki boşlukları doldurmakta ve hareketliliğini azalmaktadır. Bu da daha karmaşık ve güçlü bağlanmaların oluşmasını sağlamaktadır. Oluşan bu ekstra kuvvetler saf epoksiye kıyasla daha güçlü yapılar oluşturmaktadır [27].



Şekil 5.11. % 1.25 katkı oranında nano partikül türüne göre gerilme-uzama grafiği.

Çekme kuvvetine karşılık uzama grafiklerinde üç farklı konsantrasyonda da ortak davranışlar gözlenmektedir. Elastik (geçici) ve plastik (kalıcı) deformasyon davranışları izlendiğinde, elastik deformasyon oranlarının plastik deformasyona göre daha yüksek olduğu gözlenmektedir. Bu durumu örneğin %1.0 ve %1.25'lik TiO₂ özelinde değerlendirdiğimizde, plato (uzama, sünme) bölgeleri Şekil 5.10 ve Şekil 5.11'de net bir şekilde gözlenmekle birlikte öncesinde ulaşabildikleri eşik stres değerleri yaklaşık olarak 50 N/mm²'dir. Bunun sebebinin TiO₂'in epoksi matrisine elastisite özelliği ile birlikte plastisite özelliği de kazandırarak epoksinin sünme davranışını tetiklemesi olduğu düşünülmektedir. Ulaşılacak maksimum çekme gerilmesine ulaşıldıktan sonra kopma eğilimini geciktiren bu özellik, yapının absorbe edeceği deformasyon enerjisini artırdığından TiO₂ epoksinin süneklik özelliğini de artırmış ve diğer partikül türlerine göre saf epoksi ile karşılaştırıldığında kopma uzamasında %32 artış göstererek malzemenin sünekliğini iyileştirmiştir.

Sünme davranışı GNP içerikli nanokompozitlerde gözlenmemekle birlikte bu yapılar daha çabuk kopma sergilemektedir. GNP'nin yüksek elastisite ve düşük tokluk değerlerine sahip olmasından ötürü kırılma yapı sergilemektedir. İşlenebilirliği saf epoksiye kıyasla düşük olduğundan diğer nano partikül ve saf epoksiye oranla daha düşük uzama göstermiştir. Bunun sebebinin epoksi içerisinde antagonistik (atomların

birbirinin bağ yapma isteklerini engelleme hali) etki yaratması olduğu düşünülmektedir. Uygulanan maksimum kuvvette elde edilen gerilme, çekme dayanımını ifade etmektedir. Uzama ise numunenin kırılmadan önce ne kadar gerildiğini ifade etmektedir. Çekme testlerinden elde edilen veriler kullanılarak Çizelge 5.3'teki dayanım değerleri hesaplanmıştır.

Çizelge 5.3 Test numunelerin hesaplanan dayanım değerleri.

Katkı oranı (Ağırlıkça %)	Numune	Max. Kuvvet (N)	Çekme Gerilmesi (MPa)	Kopma Gerilmesi (MPa)	Kopma Uzaması (mm)	Yüzde uzama
0	Epoksi	862.70	24.65	19.97	5.86	0.0732
	Al ₂ O ₃	2247.30	54.39	53.99	5.82	0.0728
0.75	TiO ₂	1807.56	45.16	46.53	6.12	0.0954
	GNP	985.30	26.63	25.66	3.61	0.0453
1.0	Al ₂ O ₃	2346.46	56.82	45.99	9.75	0.1225
	TiO ₂	1812.41	48.35	40.25	16.40	0.2051
	GNP	523	13.99	13.98	1.46	0.0181
1.25	Al ₂ O ₃	2446.87	59.24	59.07	9.45	0.1182
	TiO ₂	1874.82	50.16	44.82	14.01	0.1751
	GNP	638	17.05	17.01	2.78	0.0351

5.5. TOKLUK, ELASTİSİTE VE REZİLYANS MODÜLÜ HESABI

Çekme, şekil değiştirme grafikleri kullanılarak elde edilen tokluk, elastisite modülü ve rezilyans modülü verileri Çizelge 5.4'te bir araya getirilmiştir.

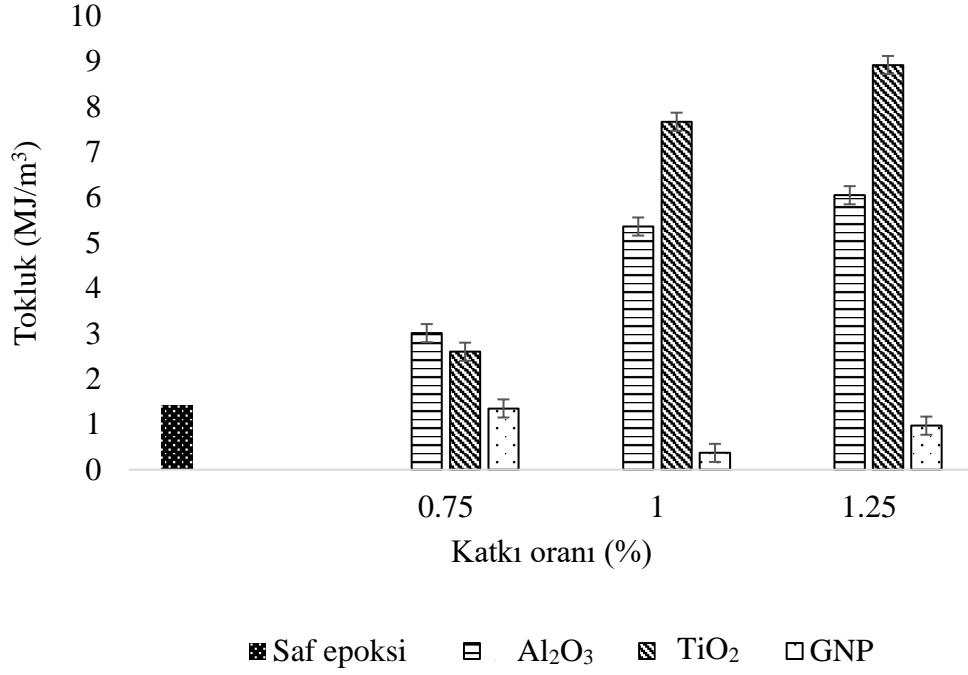
Çizelge 5.4. Mekanik Özellikler.

Katkı oranı (Ağırlıkça %)	Numune	Tokluk (MJ/m ³)	Elastisite Modülü (MPa)	Rezilyans Modülü (MPa)
0	Epoksi	1.41	695	0.0017
	Al ₂ O ₃	3.01	755	0.0036
0.75	TiO ₂	2.60	1745	0.0032
	GNP	1.348	1365	0.0041
1.0	Al ₂ O ₃	5.359	1645	0.0039
	TiO ₂	7.67	1425	0.0038
	GNP	0.371	1385	0.0044
1.25	Al ₂ O ₃	6.05	1530	0.0023
	TiO ₂	8.92	1555	0.0046
	GNP	0.920	1340	0.0042

5.5.1. Tokluk Hesabı

TiO₂, Al₂O₃ ve GNP nanopartiküllerinin ağırlıkça %0.75, %1.0 ve %1.25 katkı oranında epoksiye eklenmesi ile üretilen numuneler üzerinde gerçekleştirilen çekme verileri kullanılarak hesaplanan tokluk değerlerine ait değişim grafiği Şekil 5.12’de yer almaktadır.

Şekil 5.12’ye göre; Epoksi matris içerisine eklenen TiO₂ ve Al₂O₃ nanopartikülleri türlerinden bağımsız olarak saf epoksinin tokluk değerini katkı oranına paralel olarak artırmıştır. Bu durum literatürde yer alan veriler ile uyum göstermektedir ancak tokluk da meydana gelen artış miktarı literatürün 7 katıdır [40]. En yüksek tokluk değerine saf epoksiye göre %532.6 artış sergileyen %1.25 TiO₂ katkılı numunede ulaşılmıştır. Al₂O₃ tokluğunun TiO₂’ye oranla daha düşük olmasının doğal sertliğinden kaynaklandığı düşünülmektedir [130]. GNP nano partiküllerinin yaygın olarak epoksi ile zayıf matris takviye etkileşimi sergilemesi ve yüksek kırılğan grafen parçacıklarının karışıma hakim olması sonucu tüm katkı oranlarında tokluk değerini azaltan etki göstermiştir [29].



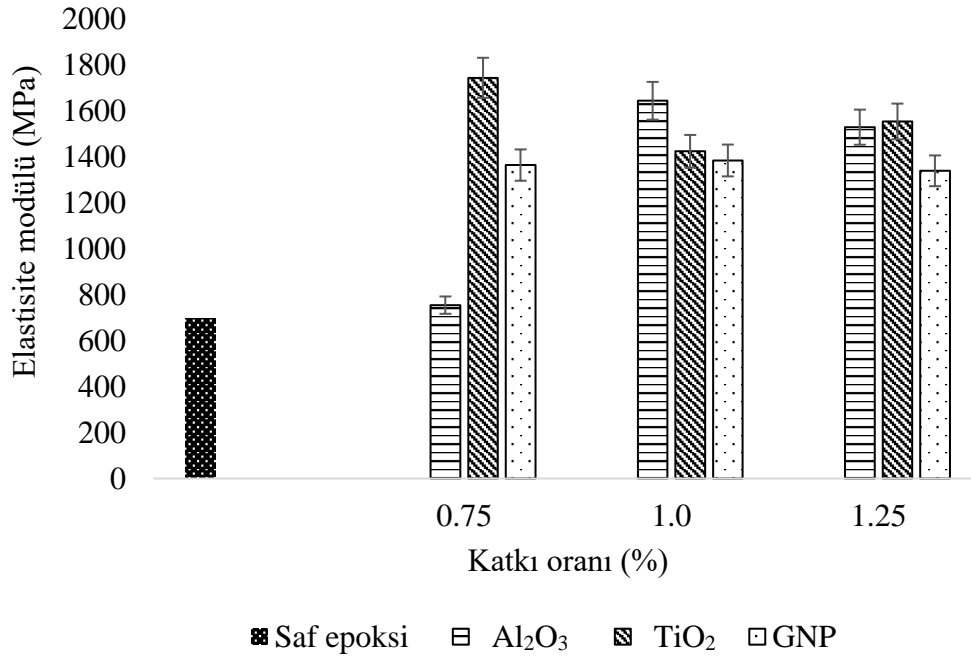
Şekil 5.12. Katkı oranlarına göre nano partikül türünün tokluğa etkisi.

5.5.2. Elastisite Modülü Hesabı

TiO₂, Al₂O₃ ve GNP nanopartiküllerinin ağırlıkça %0.75, %1.0 ve %1.25 katkı oranında epoksiye eklenmesi ile üretilen numuneler üzerinde gerçekleştirilen çekme verileri kullanılarak hesaplanan elastisite modülü değerlerine ait değişim grafiği Şekil 5.13'te yer almaktadır.

Elastisite modülü, tüm partikül türleri ve katkı oranları için Şekil 5.13'te gösterildiği gibi artış gözlenmiştir. GNP ilavesi saf epoksiye oranla elastisite modülünü yaklaşık %96 artış göstermiş ancak kendi içerisinde belirgin bir değişim göstermemiştir. Elastisite modülünde meydana gelen artış literatürde yer alan değerden 3 kat daha fazladır [34]. Bu durumun katkı oranlarının artış miktarlarının birbirine yakın olmasından kaynaklı olduğu düşünülmektedir. En yüksek modül değerine saf epoksiye oranla %151 artış gösteren %0.75 TiO₂ ilavesinde ulaşılmıştır. Bu değer literatürde elde edilen verilerden %60 daha fazladır [44]. Yapılan literatür çalışmalarında da TiO₂ katkısı ile geliştirilen numunelerde Al₂O₃ ve GNP katkılarına göre daha yüksek elastisite modülü değerleri gözlenmiştir [23]. %1.25 katkı oranında tüm partikül türlerinde %1 katkılı numunelere göre düşüş gözlenmiştir. Bu durumun konsantrasyon

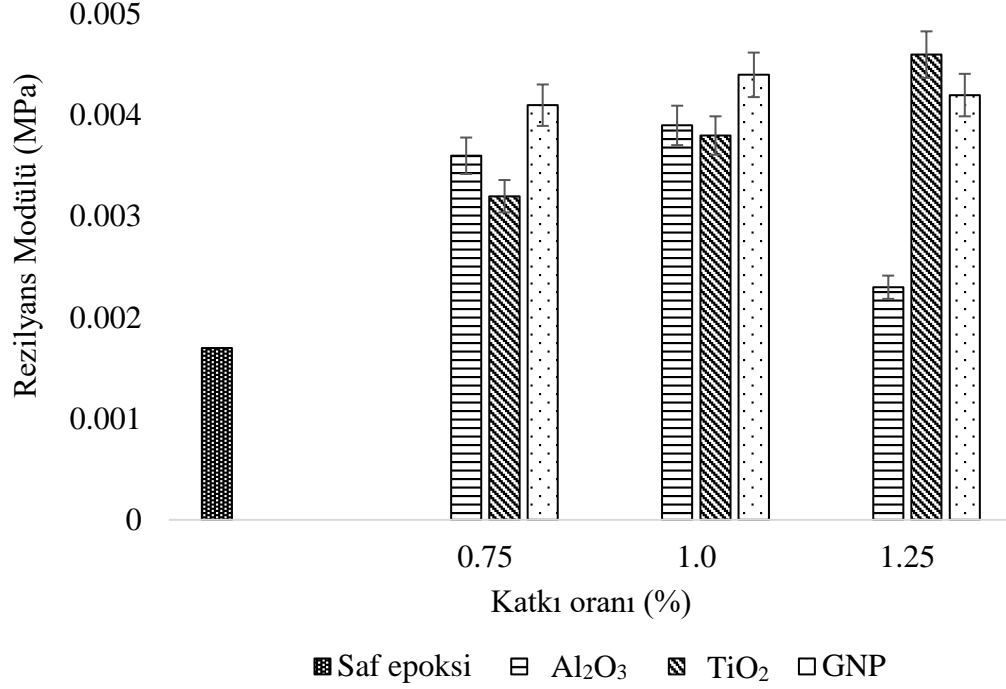
artışına bağlı olarak atomlar arası bağların artması ve iç yapının daha sert bir forma ulaşmasından kaynaklı olduğu düşünülmektedir.



Şekil 5.13. Katkı oranlarına göre nano partikül türünün ve elastisite modülüne etkisi.

5.5.3. Rezilyans Modülü Hesabı

TiO₂, Al₂O₃ ve GNP nanopartiküllerinin ağırlıkça %0.75, %1.0 ve %1.25 katkı oranında epoksiye eklenmesi ile üretilen numuneler üzerinde gerçekleştirilen çekme verileri kullanılarak hesaplanan rezilyans modülü değerlerine ait değişim grafiği Şekil 5.14'te yer almaktadır.



Şekil 5.14. Katkı oranlarına göre nano partikül türünün rezilyans modülüne etkisi.

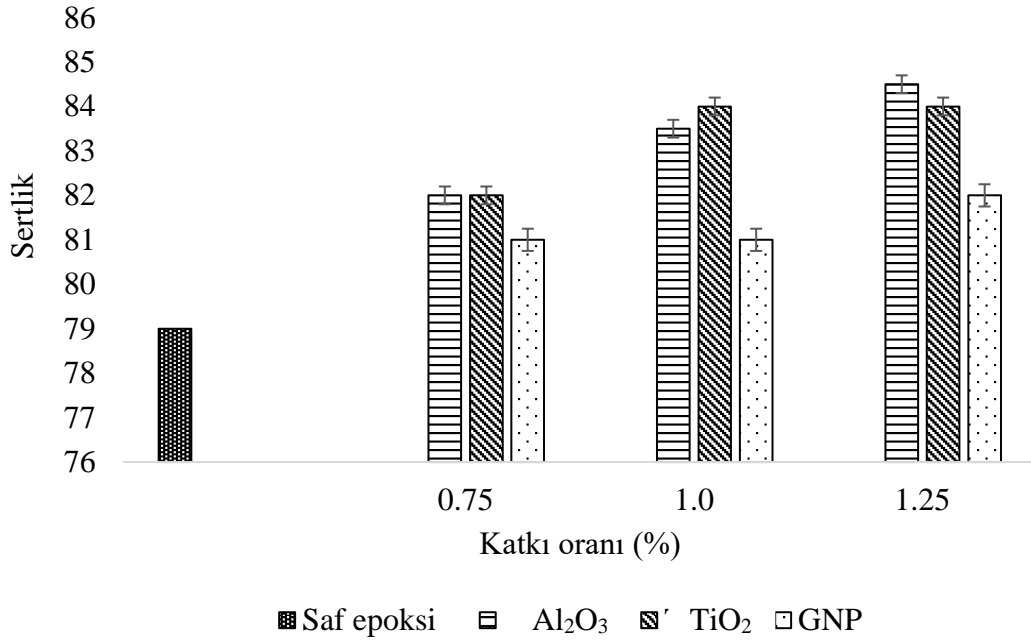
Şekil 5.14'te yer alan rezilyans modül değeri incelendiğinde tüm katkı oranlarında saf epoksiye kıyasla artış göstermiştir. Ancak rezilyans modülü değeri, Al₂O₃ katkı oranı %1.25'e çıkartıldığında %1.0 katkılı numuneye göre yaklaşık %70 azalmıştır. Bu durum viskozitedeki artışa bağlı olarak yapı içerisindeki bağ sayısının artmasına bağlanmaktadır [27]. En yüksek rezilyans modülü, saf epoksiye oranla %170 artış gösteren %1.25 TiO₂ katkılı numunede gözlenmiştir. Bu durum TiO₂'nin epoksi matrisine elastisite özelliği ile birlikte plastisite özelliği kazandırması ve yapının absorbe edeceği deformasyon enerjisinin artmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

5.6. SERTLİK ÖLÇÜMLERİ

TiO₂, Al₂O₃ ve GNP nanopartiküllerinin ağırlıkça %0.75, %1.0 ve %1.25 katkı oranında epoksiye eklenmesi ile üretilen numuneler üzerinde gerçekleştirilen sertlik testine ait veriler Şekil 5.15'te yer almaktadır.

Literatürde, epoksi reçine içerisine nano partikül katkısının, polimer matrisin yapısal sertliğine bağlı olarak kompozit yapının sertliğinde önemli bir artış sağladığı görülmektedir [131]. Sertlik ölçümlerinde elde edilen veriler değerlendirildiğinde, literatüre de uyumlu olarak nano partikül katkı oranının artması ile atomlar arası

bağların sıklaşmasına ve bağ uzunluklarının azalmasına bağlı olarak sertlik değerlerinin saf epoksiye göre arttığı gözlenmiştir.

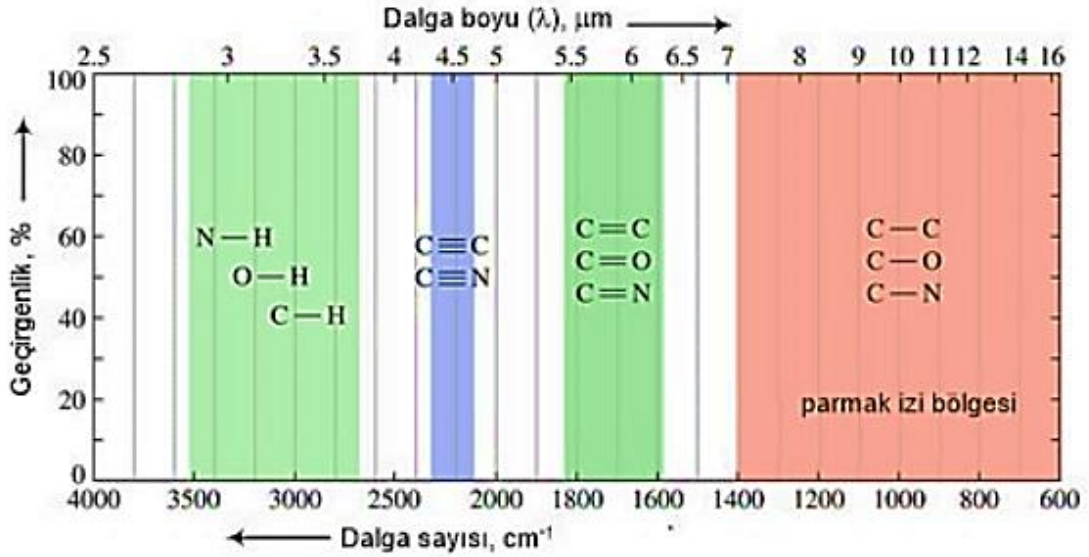


Şekil 5.15. Nano partikül katkısının kompozit yapının sertliğine etkisi.

Literatürde epoksi Shore D sertlik değeri 75-95 arasında değişiklik göstermekte ve nanopartikül katkısı ile artmaktadır [79], [132]-[135]. Gerçekleştirilen sertlik testlerinde saf epoksi sertlik değeri literatüre uygun olarak 79.2 olarak ölçülmüştür. Beklendiği üzere nano partikül katkısı ile geliştirilen numunelerde saf epoksiye göre sertlik değerleri artmıştır. Al₂O₃, TiO₂ ve GNP katkısında sertlik değerleri saf epoksiye kıyasla sırası ile %7, %6 ve %3.8 artış göstermiştir. Elde edilen sertlik değerleri literatüre kıyasla %27 artış göstermiştir [22]. En yüksek sertlik sonucuna saf epoksiye oranla %7 sertlik artışı gözlenen %1.25 Al₂O₃ katkılı numunede ulaşılmıştır. Bunun durumun nano partikül katkı oranlarının düşük olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

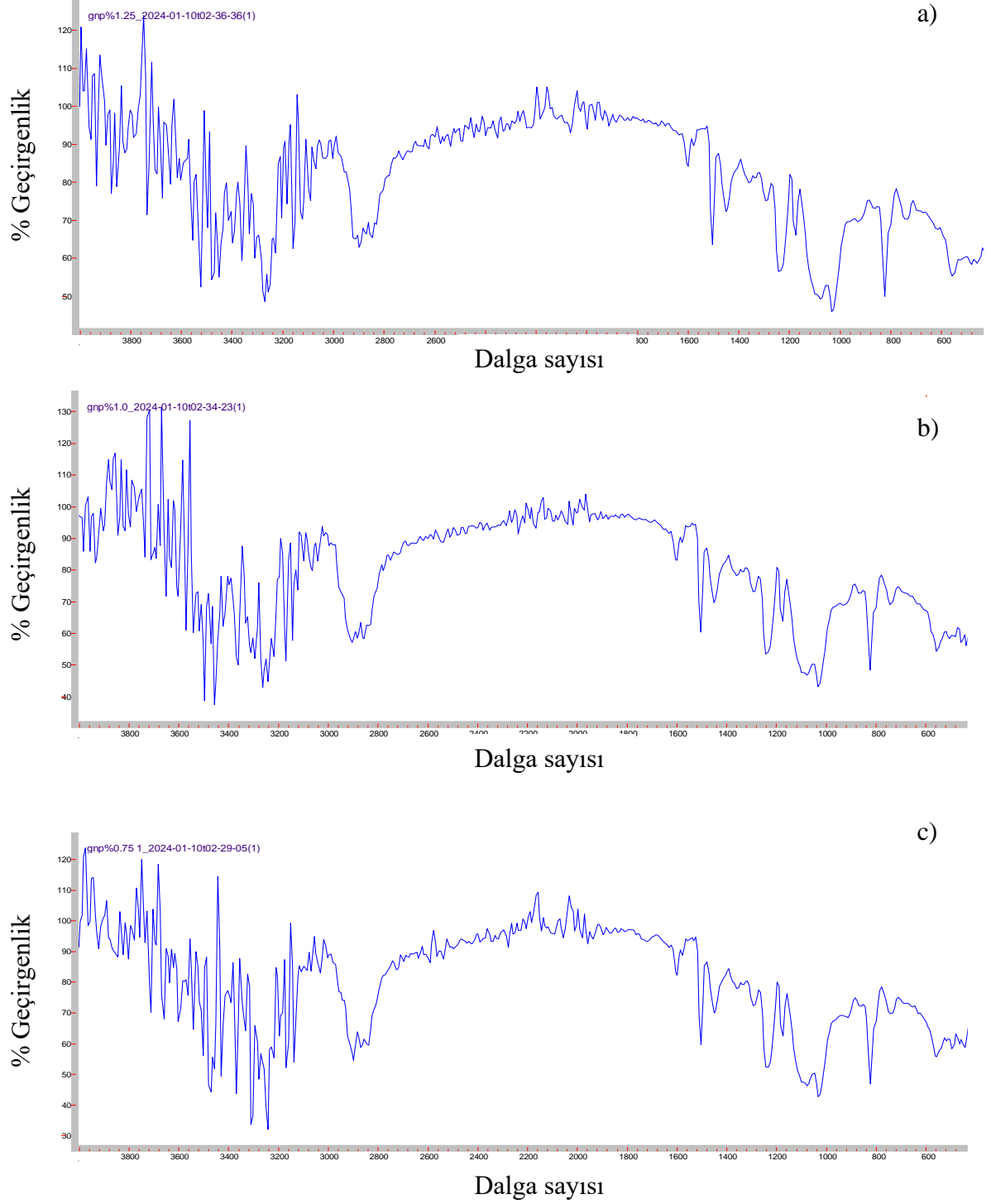
5.7. FTIR ANALİZİ

FTIR spektrumları, parmak-izi ve fonksiyonel grup alanı olarak iki temel alanda değerlendirilmektedir. 1500-400 cm⁻¹ aralığındaki alan numunenin kendi kimyasal yapısına dair bilgileri, 4000-1500 cm⁻¹ aralığındaki alan ise numunenin iç yapısında yer alan fonksiyonel-gruplara dair bilgi vermektedir [136]. Şekil 5.16'da FTIR spektrumunda yer alan fonksiyonel grup ve parmak-izi alanlarında oluşabilecek kimyasal bağlanmalar gösterilmiştir.



Şekil 5.16. FTIR spektrumunda yer alan fonksiyonel grup ve parmak-izi alanları [137].

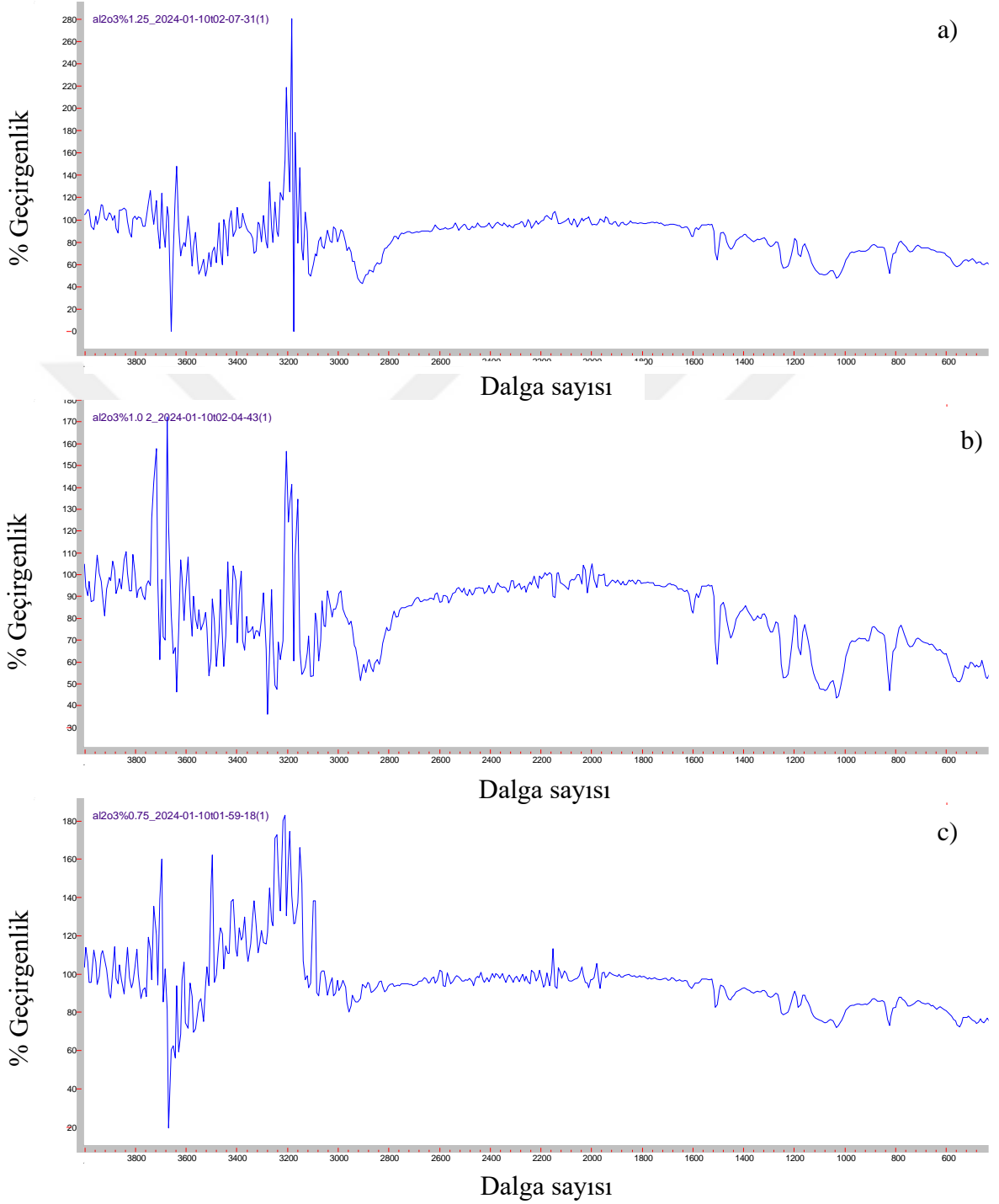
Şekil 5.17’de epoksi içerisine ağırlıkça %0.75, 1.0 ve %1.25 GNP katkısı ile üretilen numunelere ait FTIR spektrumları yer almaktadır. Bu spektrumlar değerlendirildiğinde; %1.25 GNP katkısında absorpsiyon bantları (1241.672 cm^{-1} , 1450.716 cm^{-1} , 1506.428 cm^{-1} , 2898.23 cm^{-1} , 3397.752 cm^{-1}), %1.0 GNP katkısında absorpsiyon bantları (1080.580 cm^{-1} , 1241.828 cm^{-1} , 1451.390 cm^{-1} , 2884.317 cm^{-1} , 3066.970 cm^{-1} , 3170.098 cm^{-1} , 3242.415 cm^{-1} , 3264.092 cm^{-1} , 3398.928 cm^{-1} , 3456.571 cm^{-1} , 3473.324 cm^{-1}) ve %0.75 GNP katkısında absorpsiyon bantları (1080.732 cm^{-1} , 1241.328 cm^{-1} , 1451.327 cm^{-1} , 1506.44 cm^{-1} , 2901.114 cm^{-1} , 3165.923 cm^{-1} , 3244.988 cm^{-1} , 3394.306 cm^{-1} , 3476.437 cm^{-1}) olarak gözlenmiştir. Bu absorpsiyon bantları değerlendirildiğinde %0.75 ve %1.0 GNP katkılı numunelerde yoğun miktarda C-H ve N-H bağlanmalarına bağlı titreşimler gözlenirken %1.25 GNP katkısında ise C-H bağlanmalarına bağlı titreşimler dikkat çekmektedir. GNP katkısının artması ile C-H bağlanmalarına bağlı gerilim titreşimleri artış göstermiştir.



Şekil 5.17. GNP katkıli numunelere ait FTIR spektrumları a) %1.25 b)%1 c) %0.75.

Şekil 5.18’de epoksi içerisine ağırlıkça %0.75, 1.0 ve %1.25 Al₂O₃ katkısı ile üretilen numunelere ait FTIR spektrumları yer almaktadır. Bu spektrumlar değerlendirildiğinde; %1.25 Al₂O₃ katkısında absorpsiyon bantları (1241.887cm⁻¹, 1507.219 cm⁻¹, 1606.584 cm⁻¹, 2908.987 cm⁻¹, 3111.109 cm⁻¹, 3283.234 cm⁻¹), %1.0 Al₂O₃ katkısında absorpsiyon bantları (1241.459 cm⁻¹, 1506.427 cm⁻¹, 1605.150 cm⁻¹, 2892.803 cm⁻¹,

3142.648 cm^{-1} , 3245.914 cm^{-1}) ve %0.75 Al_2O_3 katkısında absorpsiyon bantları (1244.497 cm^{-1} , 1455.879 cm^{-1} , 1609.875 cm^{-1} , 2958.748 cm^{-1} , 3114.407 cm^{-1} , 3128.589 cm^{-1} , 3290.354 cm^{-1} , 3450.731 cm^{-1}) olarak gözlenmiştir.

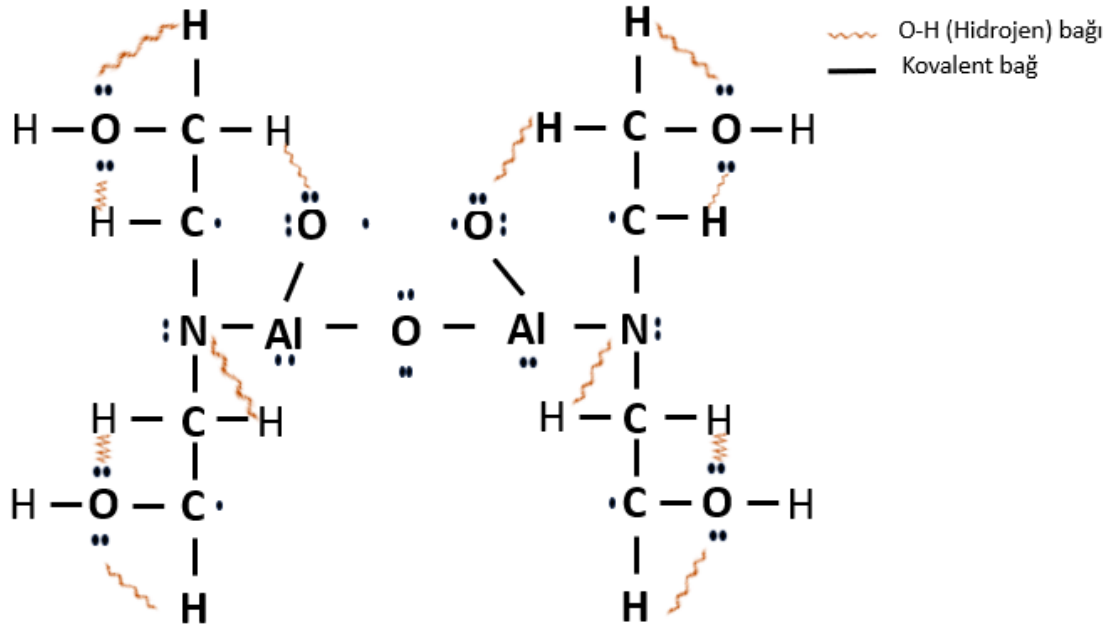


Şekil 5.18. Al_2O_3 katkılı numunelere ait FTIR spektrumları a) %1.25 b)%1 c) %0.75.

Bu absorpsiyon bantları değerlendirildiğinde; tüm katkı oranlarında yoğun O-H bağlanmalarına bağlı gerilim titreşimleri dikkat çekmektedir. %0.75 Al_2O_3 katkısında

yapı içerisinde var olan O-H bağlanmalarına bağlı gerilim titreşimlerine N-H bağları eşlik ederken %1.0 ve %1.25 katkı oranlarında C-H bağlanmalarına bağlı gerilim titreşimleri gözlenmiştir.

Şekil 2.7 ve Şekil 5.18'de yer alan bağ yapıları değerlendirildiğinde Al_2O_3 nano partikülleri ile epoksi-sertleştirici sistemi arasında oluşması beklenen çapraz bağ açılımı modelinin Şekil 5.19'daki gibi olması beklenmektedir.

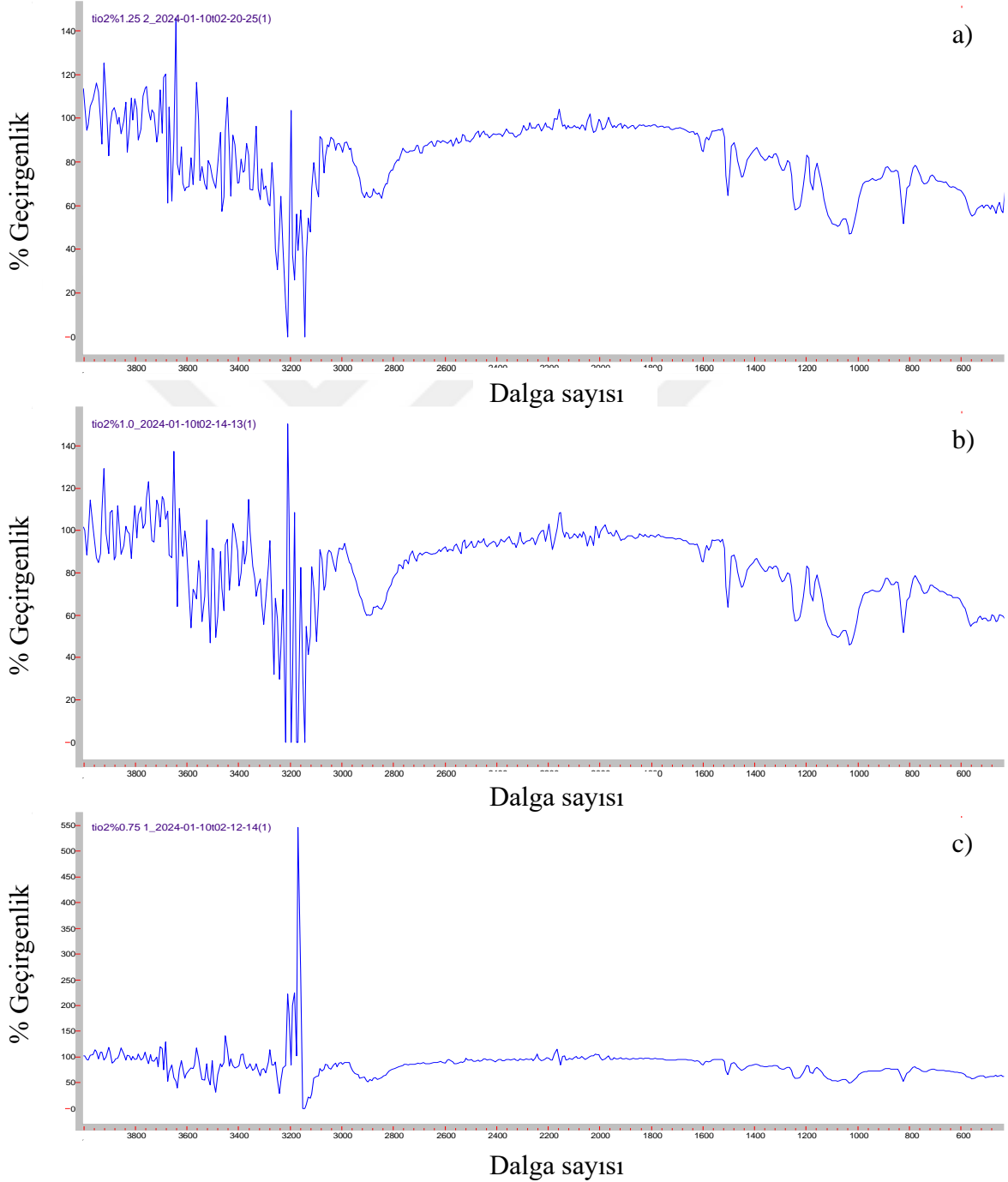


Şekil 5.19. Al_2O_3 +epoksi birleşiminde çapraz bağ açılımı modeli.

Şekil 5.20'de epoksi içerisine ağırlıkça %0.75, 1.0 ve %1.25 TiO_2 katkısı ile üretilen numunelere ait FTIR spektrumları yer almaktadır. Bu spektrumlar değerlendirildiğinde; %1.25 TiO_2 katkısında absorpsiyon bantları (1241.791 cm^{-1} , 1450.695 cm^{-1} , 1605.681 cm^{-1} , 2328.806 cm^{-1} , 2892.587 cm^{-1} , 3168.463 cm^{-1}), %1.0 TiO_2 katkısında absorpsiyon bantları (1241.694 cm^{-1} , 1506.350 cm^{-1} , 1606.016 cm^{-1} , 2893.290 cm^{-1} , 3171.964 cm^{-1} , 3241.540 cm^{-1}) ve %0.75 TiO_2 katkısında absorpsiyon bantları (1241.278 cm^{-1} , 2886.284 cm^{-1} , 3125.267 cm^{-1} , 3242.523 m^{-1}) olarak gözlenmiştir.

Bu absorpsiyon bantları değerlendirildiğinde; tüm katkı oranlarında yapı içerisinde katkı oranına paralel olarak artan C-H bağlanmalarına bağlı gerilim titreşimleri dikkat çekmektedir. Bunun yanında %1.0 ve %1.25 katkı oranlarında C-H bağlarına ek olarak düşük miktarda O-H bağlanmalarına bağlı gerilim pikleri ve %1.25 katkı oranında O-H ve C-H piklerine ek olarak N-H piki gözlenmiştir.

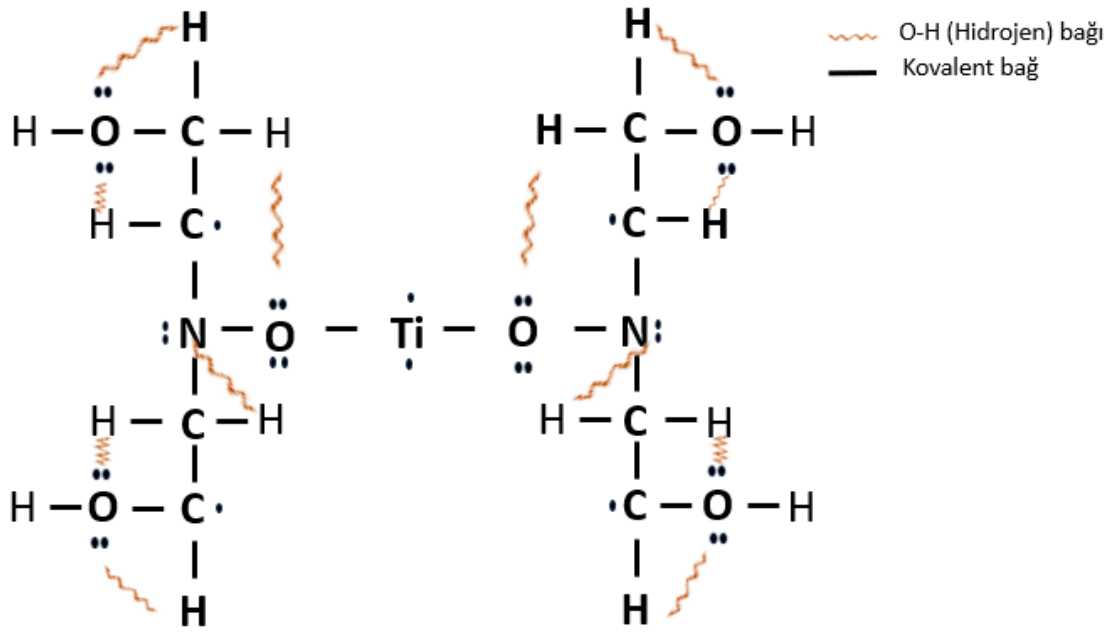
Tüm FTIR sonuçları değerlendirildiğinde Al_2O_3 katkılı numunelerde yoğun hidrojen bağlanmalarının, TiO_2 katkılı numunelerde C-H ve hidrojen bağlanmalarının ve GNP katkılı numunelerde ise yoğun C-H bağlanmalarının gerçekleştiği söylenebilir. Bu durum çekme testlerinde elde edilen sonuçlar ile yüksek uyum sergilemekte ve çekme analizlerinin doğruluk oranını artırmaktadır.



Şekil 5.20. TiO_2 katkılı numunelere ait FTIR spektrumları a) %1.25 b) %1 c) %0.75.

Şekil 2.7 ve Şekil 5.20’de yer alan bağ yapıları değerlendirildiğinde TiO_2 nano

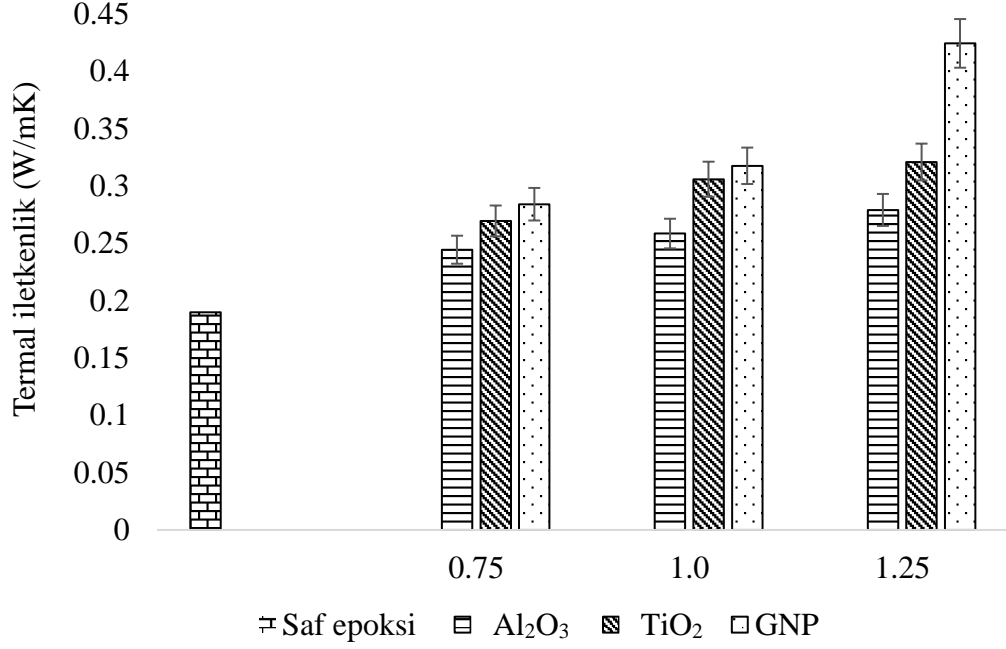
partikülleri ile epoksi-sertleştirici sistemi arasında oluşması beklenen çapraz bağ açılım modelinin Şekil 5.21'deki gibi olması beklenmektedir.



Şekil 5.21. TiO_2 +epoksi birleşiminde çapraz bağ açılımı modeli.

5.8. TERMAL İLETKENLİK ANALİZİ

TiO_2 , Al_2O_3 ve GNP nanopartiküllerinin ağırlıkça %0.75, %1.0 ve %1.25 katkı oranında epoksiye eklenmesi ile üretilen numuneler üzerinde gerçekleştirilen termal iletkenlik analizine ait veriler Şekil 5.22'de yer almaktadır.



Şekil 5.22. Nano partikül katkısının kompozit yapının termal iletkenliğine etkisi.

Yapılan literatür çalışmasında, epoksi içerisine eklenen nano partiküllerin yapının termal iletkenliğini artırdığı, GNP katkısının saf epoksinin termal iletkenliğinin geliştirilmesinde daha etkili olduğu ve bunu sırası ile TiO₂ ve Al₂O₃'ün takip ettiği gözlenmiştir [19], [27], [39], [43]. Şekil 5.22'de de görüldüğü gibi termal iletkenlik değeri nanopartikül türünden bağımsız olarak katkı oranının artması ile artış göstermiştir. En yüksek termal iletkenlik %1.25 GNP katkılı numunede gözlenmiştir ve saf epoksiye kıyasla %123.5 artış sağlanmıştır. Elde edilen bu artış değeri literatürden 3.5 kat daha fazladır. TiO₂ ve Al₂O₃ katkılı numunelerde %1.25 katkı oranında saf epoksiye göre sırası ile %69 ve %47 artış gözlenmiştir. Elde edilen bu değerler literatüre göre değerlendirildiğinde TiO₂ ve Al₂O₃ için sırası ile %37 ve % 24 daha yüksek sonuçlar elde edilmiştir [24], [43].

6. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

6.1. SONUÇLAR

Yapılan bu çalışmada, kütlece farklı oranlarında Al_2O_3 , GNP ve TiO_2 ilavesinin epoksi reçinenin kürlenme kinetikleri ve mekanik özellikleri üzerinde oluşturdukları etkiler değerlendirilmiş ve aşağıda belirtilen sonuçlara ulaşılmıştır.

1. Tüm nano partikül türleri için her katkı oranında maksimum kürlenme hızı, beklendiği gibi kürlenme sıcaklığı ile artmış ilerleyen kürlenme basamaklarında çapraz bağlı ağların moleküler immobilizasyonu sebebiyle alttaki sertleştirme reaksiyonu tamamlanıncaya kadar azalmaya başlamıştır.
2. Nano partikül katkısının türünden bağımsız olarak sıcaklık ve katkı oranındaki artışa paralel olarak “k” ve “m” değerleri artış göstermiştir. En yüksek “k-m” değerlerine saf epoksiye oranla sırası ile “9-2”, “2.5-1.1” ve “3.6-1.6” kat artış gösteren %1.25 Al_2O_3 , %1.0 TiO_2 ve %0.75 GNP katkılı numunelerde ulaşılmıştır. Bu durum kürlenme reaksiyonunun Al_2O_3 ve GNP’de, TiO_2 ’ye kıyasla daha hızlı gerçekleştiğini ifade etmektedir.
3. Reaksiyon hızı/sıcaklık ilişkisini ifade eden Arrhenius denkleminde hesaplanan aktivasyon enerjileri değerlendirildiğinde reçine içerisine eklenen parçacıkların %1.25 Al_2O_3 dışında reaksiyonun aktivasyon enerjisini ~%30 oranında düşürdüğü gözlenmiştir. Elde edilen veriler, parçacık katkısı ile kürlenme reaksiyonunun daha hızlı gerçekleşebileceğini ve buna bağlı olarak kürlenme süresinin düşürülebileceğini ortaya koymaktadır.
4. %1.25 Al_2O_3 katkısı ile epoksinin çekme ve kopma dayanımında sırası ile %140.3, %195.8 oranında artış sağlanmıştır. Bu artışın alümina nano partikülleri ile epoksi polimer matrisi arasında oluşan güçlü O-H bağlarının kaynaklandığı düşünülmektedir.
5. En yüksek kopma uzaması, saf epoksiye oranla %179.9 artış gösteren %1 TiO_2 katkılı numunede ölçülmüştür. TiO_2 katkısında gözlenen artışın sebebinin, TiO_2 moleküllerinin epoksi matrisiyle polimer zincirleri arasındaki çapraz bağlanmayı Van der Waals etkileşimleriyle tetiklemesi olduğu düşünülmektedir.
6. GNP katkısı ise epoksi çekme dayanımını %35 oranında düşürmüştür. Bunun sebebinin polimer zincirler arasındaki, epoksinin hidrojen atomu ile GNP’nin

karbon atomları arasındaki etkileşim yoluyla H-C bağlarının oluşması olduğu düşünülmektedir. Bu durum epoksi malzemeyi kırılğan hale getirmiş ve kopma uzaması azalmıştır.

7. En yüksek tokluk değerine, saf epoksiye göre %532.6 artış sergileyen %1.25 TiO₂ katkılı numunede ulaşılmıştır. GNP nano partiküllerinin yaygın olarak epoksi ile zayıf matris takviye etkileşimi sergilemesi ve yüksek kırılğan grafen parçacıklarının karışıma hakim olması dolayısı ile tüm katkı oranlarında tokluk değerini azaltan etki göstermiştir
8. Elastisite modülü, tüm partikül türleri ve katkı oranları için artış gözlenmiştir. En yüksek modül değerine, saf epoksiye oranla %151 artış gösteren %0.75 TiO₂ ilavesinde ulaşılmıştır.
9. En yüksek rezilyans modülü, saf epoksiye oranla %170 artış gösteren %1.25 TiO₂ katkılı numunede gözlenmiştir. Bu durum TiO₂'nin epoksi matrisine elastisite özelliği ile birlikte plastisite özelliği kazandırması ve yapının absorbe edeceği deformasyon enerjisinin artmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.
10. Yapılan sertlik ölçümlerinde, tüm partikül türleri ve katkı oranları için saf epoksiye kıyasla sertlik değerleri artış göstermiştir. Al₂O₃, TiO₂ ve GNP katkısında sertlik değerleri saf epoksiye kıyasla sırası ile %7, %6 ve %3.8 artış göstermiştir.
11. En yüksek termal iletkenlik %1.25 GNP katkılı numunede gözlenmiştir ve saf epoksiye kıyasla %123.5 artış sağlanmıştır. Elde edilen bu artış değeri literatürden 3.5 kat daha fazladır.

6.2. ÖNERİLER

Yapılan çalışmanın, nanopartikül katkısının epoksi esaslı polimer kompozitlerin mekanik özellikleri ile kürlenme kinetiği üzerindeki etkisi birlikte incelenmiş ve bu alanda yapılacak çalışmalara yeni bir bakış açısı kazandırılmıştır. Aşağıda bu çalışmanın daha da geliştirilebilmesi amacı ile bazı öneriler yer almaktadır.

- TiO₂ katkısının epoksi matrisin kopma uzamasında meydana getirdiği artış literatürde belirtilen orandan yaklaşık 6 kat daha fazladır. Bu durumun detaylı değerlendirilmesi için farklı katkı oranlarında analizler gerçekleştirilebilir.
- TiO₂ ve GNP katkılı numunelerde saf epoksiye kıyasla aktivasyon enerjisi

değerleri beklendiği gibi düşmesine rağmen %1.25 katkılı Al₂O₃ katkılı numunede %50 artmıştır. Bu durumun araştırılması için %1.25 katkı oranına yakın oranlarda DSC analizleri gerçekleştirilerek kurlenme kinetik parametrelerindeki değişim incelenebilir.

- 120°C'de gerçekleştirilen çalışmalarda kurlenme kinetik parametrelerinde Kamal Sourour modeline yakınsamalarda sapmalar gözlenmiştir. Bu model ile gerçekleştirilecek izotermal analizlerde daha düşük sıcaklıklarda çalışılmasının, kurlenme kinetiğinin tanımlanmasında daha uygun olacağı düşünülmektedir.
- Bu çalışmada elde edilen veriler farklı kurlenme kinetik modelleri kullanılarak analiz edildiğinde ulaşılabilecek sonuçların farklılıkları üzerine bir çalışma gerçekleştirilebilir.
- Termal iletkenlik analizlerinden elde edilen sonuçlar epoksi içerisine eklenen nano partiküllerin malzemelerin termal iletkenliğini arttırdığını göstermiştir. Bu bağlamda çalışmada kullanılan nano partiküllerin; ısı değiştiriciler, güç kaynağı ve elektronik komponentlerin soğutma elamanları gibi ekipmanların üretiminde kullanılması faydalı olabilir.
- Yapılan çalışmada atomik boyutlarda gerçekleşen değişimlerin incelenmesinde SEM analizleri kullanılmıştır. Daha detaylı ve anlık analizlerinin yapılabilmesi, yüksek çözünürlükte ve üç boyutlu görüntü alınabilmesi amacı ile AFM (atomik kuvvet mikroskobu) analizlerinin gerçekleştirilmesi iç yapıda meydana gelen değişimlerin incelenmesinde fayda sağlayacaktır.
- Reaksiyon parametrelerinin performans üzerindeki etkilerinin değerlendirilmesinde FTIR testlerine ek olarak React IR ve React Raman analizleri gerçekleştirilebilir. Reaksiyon eğilimlerinin ve profillerinin gerçek zamanlı olarak ölçülebilmesini sağlayan bu yöntemlerin kullanılmasıyla kurlenme reaksiyonlarına ait daha detaylı sonuçlara ulaşılabılır.

7. KAYNAKLAR

- [1] M. Balasubramanian, *Composite materials and processing*. CRC press, 2013.
- [2] A. G. Koniuszewska and J. W. Kaczmar, "Application of polymer based composite materials in transportation," *Prog. Rubber Plast. Recycl. Technol.*, vol. 32, no. 1, pp. 1–24, 2016.
- [3] P. D. Mangalgi, "Composite materials for aerospace applications," *Bull. Mater. Sci.*, vol. 22, pp. 657–664, 1999.
- [4] M. Gürbüz and T. Mutuk, "Karbon Esaslı Malzeme Takviyeli Titanyum Kompozitler ve Grafen Üzerine Yeni Eğilimler," *Mühendis ve Makina*, vol. 60, no. 695, pp. 101–118, 2019.
- [5] M. Aktaş, R. Karakuzu, and Y. Arman, "Compression-after impact behavior of laminated composite plates subjected to low velocity impact in high temperatures," *Compos. Struct.*, vol. 89, no. 1, pp. 77–82, 2009.
- [6] C. Aksu Canbay and N. Ünlü, "PVA/GO ve PVA/rGO Polimerik Nanokompozit Malzemelerin Üretimi ve Karakterizasyonu," *Fırat Üniversitesi Fen Bilim. Derg.*, vol. 32, no. 2, pp. 53–60, 2020, [Online]. Available: <https://dergipark.org.tr/tr/pub/fufbd/issue/56899/766547>
- [7] U. Yılmaz and C. Evcı, "Havacılık ve savunma sektöründe kompozit malzemelerin geleceği," *Savun. Bilim. Derg.*, vol. 14, no. 2, pp. 77–109, 2015.
- [8] R. İlhan and E. Feyzullahoğlu, "Cam Elyaf Takviyeli Polyester (CTP) Kompozit Malzemelerde Kullanılan Doğal Elyaf ve Dolgu Maddeleri TT - Natural Fibers and Filler Materials Used in Glass Fiber Reinforced Polyester (GFRP) Composite Materials," *El-Cezeri*, vol. 6, no. 2, pp. 355–381, 2019, doi: 10.31202/ecjse.519072.
- [9] G. B. Tezel, A. Sarmah, S. Desai, A. Vashisth, and M. J. Green, "Kinetics of carbon nanotube-loaded epoxy curing: Rheometry, differential scanning calorimetry, and radio frequency heating," *Carbon N. Y.*, vol. 175, pp. 1–10, 2021, doi: <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2020.12.090>.
- [10] Ş. G. Özkan, T. D. Tombal, İ. K. Ünver, and A. E. Osmanlıoğlu, "Bor bileşiklerinin özellikleri, üretimi, kullanımı ve nükleer reaktör teknolojisinde önemi TT - Properties, production, uses of boron compounds and their importance in nuclear reactor technology," *J. Boron*, vol. 1, no. 2, pp. 86–95, 2016, [Online]. Available: <https://dergipark.org.tr/tr/pub/boron/issue/24508/259751>
- [11] N. J. Salah and B. J. Kadhim, "Study of the Cure Reaction of Epoxy Resin Diglycidyl Ether of Bisphenol-A (DGEBA) with Meta-Phenylene Diamine," *Eng. Technol. J.*, vol. 31, no. 9 Part (A) Engineering, 2013.
- [12] A. Bernath, L. Kärger, and F. Henning, "Accurate Cure Modeling for Isothermal Processing of Fast Curing Epoxy Resins," *Polymers (Basel)*, vol. 8, 2016, [Online]. Available: <https://api.semanticscholar.org/CorpusID:36482783>
- [13] T. Garstka, N. Ersoy, K. D. Potter, and M. R. Wisnom, "In situ measurements of through-the-thickness strains during processing of AS4/8552 composite," *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 38, no. 12, pp. 2517–2526, 2007, doi:

<https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2007.07.018>.

- [14] K. M. B. Jansen *et al.*, “Modeling and characterization of molding compound properties during cure,” *Microelectron. Reliab.*, vol. 49, no. 8, pp. 872–876, Aug. 2009, doi: 10.1016/J.MICROREL.2009.03.007.
- [15] T. Zheng *et al.*, “The curing kinetics and mechanical properties of epoxy resin composites reinforced by PEEK microparticles,” *Polym. Test.*, vol. 91, p. 106781, 2020, doi: <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2020.106781>.
- [16] H. E. Balcıoğlu, M. T. Kaya, H. K. Akyıldız, and M. aktaş, “Kürleme sıcaklığı ve süresinin dokuma cam/polyester tabakalı kompozitlerin çekme mukavemetlerine etkisi”, *Ulusal Ege Kompozit Malzemeler Sempozyumu*’nda sunuldu, İzmir, Türkiye, 2013.
- [17] N. Ersoy and M. Tugutlu, “Cure kinetics modeling and cure shrinkage behavior of a thermosetting composite,” *Polym. Eng. Sci.*, vol. 50, no. 1, pp. 84–92, Jan. 2010, doi: <https://doi.org/10.1002/pen.21514>.
- [18] G. Nilakantan and S. Nutt, “Reuse and upcycling of aerospace prepreg scrap and waste,” *Reinf. Plast.*, vol. 59, no. 1, pp. 44–51, Jan. 2015, doi: 10.1016/J.REPL.2014.12.070.
- [19] Z. Xu *et al.*, “Effect of the alumina micro-particle sizes on the thermal conductivity and dynamic mechanical property of epoxy resin.,” *PLoS One*, vol. 18, no. 10, p. e0292878, 2023, doi: 10.1371/journal.pone.0292878.
- [20] M. Wu *et al.*, “Preparation and characterization of epoxy/alumina nanocomposites,” *J. Nanosci. Nanotechnol.*, vol. 20, no. 5, pp. 2964–2970, 2020.
- [21] S. M. Shahabaz *et al.*, “Effect of Al₂O₃ and SiC Nano-Fillers on the Mechanical Properties of Carbon Fiber-Reinforced Epoxy Hybrid Composites,” *Journal of Composites Science*, vol. 7, no. 4. 2023. doi: 10.3390/jcs7040133.
- [22] O. Abdelkarim, M. Hazem Abdellatif, and G. Bassioni, “Effect of Al₂O₃ Nanoparticles on the Mechanical and Physical Properties of Epoxy Composite,” *Arab. J. Sci. Eng.*, vol. 43, Dec. 2017, doi: 10.1007/s13369-017-2955-7.
- [23] M. M. Simunin *et al.*, “Influence of the Addition of Alumina Nanofibers on the Strength of Epoxy Resins,” *Materials*, vol. 16, no. 4. 2023. doi: 10.3390/ma16041343.
- [24] A. Osman, A. Elhakeem, S. Kaytbay, and A. Ahmed, “Thermal, electrical and mechanical properties of graphene/nano-alumina/epoxy composites,” *Mater. Chem. Phys.*, vol. 257, p. 123809, 2021.
- [25] F. Ghadami, M. R. Dadfar, and M. Kazazi, “Hot-cured epoxy-nanoparticulate-filled nanocomposites: Fracture toughness behavior,” *Eng. Fract. Mech.*, vol. 162, pp. 193–200, 2016, doi: <https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2016.05.016>.
- [26] Ş. Yazman, M. Uyaner, F. Karabörk, and A. Akdemir, “Effects of nano reinforcing/matrix interaction on chemical, thermal and mechanical properties of epoxy nanocomposites,” *J. Compos. Mater.*, vol. 55, no. 28, pp. 4257–4272, Aug. 2021, doi: 10.1177/00219983211037059.
- [27] A. Mishra, M. Shukla, M. K. Shukla, D. Srivastava, and A. K. Nagpal, “Thermal and mechanical characterization of alumina modified multifunctional novolac epoxy nanocomposites,” *Polym. Polym. Compos.*, vol. 30, p.

09673911221081827, Jan. 2022, doi: 10.1177/09673911221081827.

- [28] L. Huang, X. Lv, Y. Tang, G. Ge, P. Zhang, and Y. Li, “Effect of Alumina Nanowires on the Thermal Conductivity and Electrical Performance of Epoxy Composites,” *Polymers (Basel)*, vol. 12, no. 9, 2020, doi: 10.3390/polym12092126.
- [29] A. Namdev, R. Purohit, A. Telang, and A. Kumar, “Fabrication and Different Characterization of Graphene Nano Platelets Reinforced Epoxy Nano Composites,” *Arch. Metall. Mater.*, vol. 68, no. No 2, pp. 823–832, 2023, doi: 10.24425/amm.2023.143675.
- [30] A. Namdev, A. Telang, and R. Purohit, “Effect of Graphene Nano Platelets on Mechanical and Physical Properties of Carbon Fibre/Epoxy Hybrid Composites,” *Adv. Mater. Process. Technol.*, vol. 8, no. sup3, pp. 1168–1181, Oct. 2022, doi: 10.1080/2374068X.2021.1939557.
- [31] F. Wang, L. T. Drzal, Y. Qin, and Z. Huang, “Mechanical properties and thermal conductivity of graphene nanoplatelet/epoxy composites,” *J. Mater. Sci.*, vol. 50, no. 3, pp. 1082–1093, 2015, doi: 10.1007/s10853-014-8665-6.
- [32] H. Shivakumar, N. M. Renukappa, K. N. Shivakumar, and B. Suresha, “The reinforcing effect of graphene on the mechanical properties of carbon-epoxy composites,” *Open J. Compos. Mater.*, vol. 10, no. 02, p. 27, 2020.
- [33] J. Yusuf, S. M. Sapuan, U. Rashid, R. A. Ilyas, and M. R. Hassan, “Thermal, mechanical, thermo-mechanical and morphological properties of graphene nanoplatelets reinforced green epoxy nanocomposites,” *Polym. Compos.*, vol. n/a, no. n/a, Nov. 2023, doi: <https://doi.org/10.1002/pc.27900>.
- [34] R. H. Pour, A. Hassan, M. Soheilmoghaddam, and H. C. Bidsorkhi, “Mechanical, thermal, and morphological properties of graphene reinforced polycarbonate/acrylonitrile butadiene styrene nanocomposites,” *Polym. Compos.*, vol. 37, no. 6, pp. 1633–1640, Jun. 2016, doi: <https://doi.org/10.1002/pc.23335>.
- [35] S. Shabberhussain and R. Velmurugan, “Effect of Graphene Nanoplatelets on Mechanical Performance of GFRP Composites,” *Mater. Sci. Forum*, vol. 1059, pp. 73–80, 2022, doi: 10.4028/p-dm021j.
- [36] M. A. Tarawneh *et al.*, “Mechanical reinforcement with enhanced electrical and heat conduction of epoxy resin by polyaniline and graphene nanoplatelets,” vol. 9, no. 1, pp. 1550–1561, 2020, doi: doi:10.1515/ntrev-2020-0118.
- [37] E. Agustina *et al.*, “Effect of Graphite Nanoplatelet Size and Dispersion on the Thermal and Mechanical Properties of Epoxy-Based Nanocomposites,” *Nanomaterials*, vol. 13, no. 8. 2023. doi: 10.3390/nano13081328.
- [38] M. Alsaadi, B. Younus, A. Erklig, M. Bulut, O. Bozkurt, and B. Sulaiman, “Effect of graphene nano-platelets on mechanical and impact characteristics of carbon/Kevlar reinforced epoxy hybrid nanocomposites,” *Proc. Inst. Mech. Eng. Part C J. Mech. Eng. Sci.*, vol. 235, no. 23, pp. 7139–7151, May 2021, doi: 10.1177/09544062211016883.
- [39] K. Gouda, S. Bhowmik, and B. Das, “Thermomechanical behavior of graphene nanoplatelets and bamboo micro filler incorporated epoxy hybrid composites,” *Mater. Res. Express*, vol. 7, no. 1, p. 15328, 2020, doi: 10.1088/2053-1591/ab67f8.

- [40] K. Kumar, P. K. Ghosh, and A. Kumar, "Improving mechanical and thermal properties of TiO₂-epoxy nanocomposite," *Compos. Part B Eng.*, vol. 97, pp. 353–360, 2016, doi: <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2016.04.080>.
- [41] N. A. Bezy and A. L. Fathima, "Effect of TiO₂ nanoparticles on mechanical properties of epoxy-resin system," *International J. of Eng. Res. and General Sci.*, vol.3 (5), pp.143–151.
- [42] U. Y. Aminu, O. M. Osebi, and S. Mustapha, "The Influence of Tio₂ Nanoparticles on the Tensile Strength of Epoxy Based Nanopolymer," *Best J. Innov. Sci. Res. Dev.*, vol. 2, no. 6, pp. 466–474, 2023.
- [43] S. K. Singh, S. Singh, A. Kumar, and A. Jain, "Thermo-mechanical behavior of TiO₂ dispersed epoxy composites," *Eng. Fract. Mech.*, vol. 184, pp. 241–248, 2017, doi: <https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2017.09.005>.
- [44] Z. Rubab, A. Afzal, H. Siddiqi, and S. Saeed, "Augmenting thermal and mechanical properties of epoxy thermosets: The role of thermally-treated versus surface-modified TiO₂ nanoparticles," *Mater. Express*, vol. 4, pp. 54–64, Feb. 2014, doi: [10.1166/mex.2014.1144](https://doi.org/10.1166/mex.2014.1144).
- [45] T. Iyer, S. Y. Nayak, A. Hiremath, S. S. Heckadka, and J. P. Jaideep, "Influence of TiO₂ nanoparticle modification on the mechanical properties of basalt-reinforced epoxy composites," *Cogent Eng.*, vol. 10, no. 1, p. 2227397, Dec. 2023, doi: [10.1080/23311916.2023.2227397](https://doi.org/10.1080/23311916.2023.2227397).
- [46] R. Ren *et al.*, "Isothermal curing kinetics and mechanism of DGEBA epoxy resin with phthalide-containing aromatic diamine," *Thermochim. Acta*, vol. 623, pp. 15–21, 2016, doi: <https://doi.org/10.1016/j.tca.2015.11.011>.
- [47] H. Cai *et al.*, "Curing kinetics study of epoxy resin/flexible amine toughness systems by dynamic and isothermal DSC," *Thermochim. Acta*, vol. 473, no. 1, pp. 101–105, 2008, doi: <https://doi.org/10.1016/j.tca.2008.04.012>.
- [48] W. Chen, P. Li, Y. Yu, and X. Yang, "Curing kinetics study of an epoxy resin system for T800 carbon fiber filament wound composites by dynamic and isothermal DSC," *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 107, no. 3, pp. 1493–1499, Feb. 2008, doi: <https://doi.org/10.1002/app.26861>.
- [49] J. Kratz, T. Mesogitis, A. Skordos, I. Hamerton, and I. Partridge, "Developing cure kinetics models for interleaf particle toughened epoxies," *Mat. Sci., Eng.*, 2016.
- [50] S. Kumar, Sarita, M. Nehra, N. Dilbaghi, K. Tankeshwar, and K.-H. Kim, "Recent advances and remaining challenges for polymeric nanocomposites in healthcare applications," *Prog. Polym. Sci.*, vol. 80, pp. 1–38, 2018, doi: <https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2018.03.001>.
- [51] A. Öndürücü and H. F. Kayıran, "Hibrit Kompozit Kirişlerin Yanal Burkulma Davranışlarına Soğuk Ortamın Etkisi," *Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilim. Enstitüsü Derg.*, vol. 22, no. Özel, pp. 156–164, 2018, [Online]. Available: <http://search/yayin/detay/328766>
- [52] R. Zaldivar, "Lessons Learned in the Processing of Polycyanurate Resin Composites," The Aerospace Corporation Laboratory Operations Report, *El Segundo, Rap.* (8565)-8, 2002.
- [53] M. Biron, *Thermoplastics and thermoplastic composites: technical information*

for plastics users. Elsevier, 2007.

- [54] E. NazifeKorkmaz MehmetDayık, “Dokuma Karbon Elyaf Takviyeli Karbon Nano Tüp-Epoksi Kompozit Malzemelerin Mekanik ve Termal Karakterizasyonu,” *Journal*, vol. 20, no. 2, 2016.
- [55] B. Ellis, “Introduction to the chemistry, synthesis, manufacture and characterization of epoxy resins BT - Chemistry and Technology of Epoxy Resins,” B. Ellis, Ed., Dordrecht: Springer Netherlands, 1993, pp. 1–36. doi: 10.1007/978-94-011-2932-9_1.
- [56] I. K. Varma, V. B. Gupta, and N. K. Sini, “Thermosetting Resin – Properties,” *Comprehensive Compos. Materials*, pp.1–56, 2018.
- [57] I. Y. Chang and J. K. Lees, “Recent development in thermoplastic composites: a review of matrix systems and processing methods,” *J. Thermoplast. Compos. Mater.*, vol. 1, no. 3, pp. 277–296, 1988.
- [58] A. Oun, A. Manalo, O. Alajarmeh, R. Abousnina, and A. Gerdes, “Influence of elevated temperature on the mechanical properties of hybrid flax-fiber-epoxy composites incorporating graphene,” *Polymers (Basel)*, vol. 14, no. 9, p. 1841, 2022.
- [59] Anonim, (2023, 17 Ocak). [Online].<https://tr.glory-metallurgy.com/resin-curing-agent/self-hardening-furan-resin-for-foundry.html>
- [60] Anonim, (2023, 17 Ocak). [Online]. Available: <http://www.marinecomposites.com>.
- [61] Anonim, (2023, 17 Ocak). [Online]. Available: <https://eskim.com.tr/tr/vinil-ester-recineler-88>
- [62] P. Garg *et al.*, “Effect of dispersion conditions on the mechanical properties of multi-walled carbon nanotubes based epoxy resin composites,” *J. Polym. Res.*, vol. 18, pp. 1397–1407, 2011.
- [63] C. Kaynak, A. Arikan, and T. Tincer, “Flexibility improvement of short glass fiber reinforced epoxy by using a liquid elastomer,” *Polymer (Guildf)*, vol. 44, pp. 2433–2439, Apr. 2003, doi: 10.1016/S0032-3861(03)00100-9.
- [64] M. Nodehi, “Epoxy, polyester and vinyl ester based polymer concrete: a review,” *Innov. Infrastruct. Solut.*, vol. 7, Feb. 2022, doi: 10.1007/s41062-021-00661-3.
- [65] S. A. Hurley, *The use of epoxy, polyester and similar reactive polymers in construction*. in CIRIA project report. London: CIRIA, 2000. [Online]. Available: https://opac.uitm.edu.my/opac/detailsPage/detailsHome.jsp?detailLinking=true&_rqst=undefined&db=null&tid=294154
- [66] A. P. Gupta, S. Ahmad, and A. Dev, “Development of Novel Bio-Based Soybean Oil Epoxy Resins as a Function of Hardener Stoichiometry,” *Polym. Plast. Technol. Eng.*, vol. 49, no. 7, pp. 657–661, Jun. 2010, doi: 10.1080/03602551003681796.
- [67] L. S. Penn and T. T. Chiao, “Epoxy Resins BT - Handbook of Composites,” G. Lubin, Ed., Boston, MA: Springer US, 1982, pp. 57–88. doi: 10.1007/978-1-4615-7139-1_5.
- [68] S. H. Goodman, “Epoxy resins,” *Handb. thermoset Plast.*, pp. 193–268, 1999.

- [69] A. R. Erdem, "Mikrodalga ile çapraz bağlanan epoksi nanokompozitlerin polidimetil siloksan ile iyileştirilmesi." Fen Bilimleri Enstitüsü, 2007.
- [70] A. M. Şatır, "Farklı içerik ve yöntemlerle hazırlanan epoksi sepiyolit kompozitlerinin özelliklerinin belirlenmesi," Yüksek lisans tezi, Kimya Müh. Ana Bilim Dalı, Fen Bilimleri Enstitüsü, Selçuk Üniversitesi, Konya, Türkiye, 2017.
- [71] D. Abliz, Y. Duan, L. Steuernagel, L. Xie, D. Li, and G. Ziegmann, "Curing Methods for Advanced Polymer Composites - A Review," *Polym. Polym. Compos.*, vol. 21, no. 6, pp. 341–348, Jul. 2013, doi: 10.1177/096739111302100602.
- [72] R. D. Toker, "UV ışınları ile sertleşebilen aşınma ve yanma dayanımlı, nanokompozit kaplamaların hazırlanması ve antimikrobiyal özelliklerinin incelenmesi," Yüksek lisans tezi, Kimya Müh. Ana Bilim Dalı, Fen Bilimleri Enstitüsü, Marmara Üniversitesi, İstanbul, Türkiye, 2021.
- [73] Ö. B. Özcan, "POSS katkılı süperhidrofilik kaplamaların geliştirilmesi," Yüksek lisans tezi, Polimer Bilimi ve Teknolojisi Ana Bilim Dalı, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kocaeli Üniversitesi, Kocaeli, Türkiye, 2017.
- [74] E. Marand, K. R. Baker, and J. D. Graybeal, "Comparison of reaction mechanisms of epoxy resins undergoing thermal and microwave cure from in situ measurements of microwave dielectric properties and infrared spectroscopy," *Macromolecules*, vol. 25, no. 8, pp. 2243–2252, 1992.
- [75] A. Zucchelli, M. L. Focarete, C. Gualandi, and S. Ramakrishna, "Electrospun nanofibers for enhancing structural performance of composite materials," *Polym. Adv. Technol.*, vol. 22, pp. 339–349, Mar. 2011, doi: 10.1002/pat.1837.
- [76] A. Landesmann, C. A. Seruti, and E. de M. Batista, "Mechanical properties of glass fiber reinforced polymers members for structural applications," *Mater. Res.*, vol. 18, pp. 1372–1383, 2015.
- [77] R. Verdejo, M. M. Bernal, L. J. Romasanta, and M. A. Lopez-Manchado, "Graphene filled polymer nanocomposites," *J. Mater. Chem.*, vol. 21, no. 10, pp. 3301–3310, 2011.
- [78] Z. W. Abdullah, Y. Dong, I. J. Davies, and S. Barbhuiya, "PVA, PVA blends, and their nanocomposites for biodegradable packaging application," *Polym. Plast. Technol. Eng.*, vol. 56, no. 12, pp. 1307–1344, 2017.
- [79] C. Yanen and E. Aydoğmuş, "Characterization of Thermo-Physical Properties of Nanoparticle Reinforced the Polyester Nanocomposite," *Dicle Üniversitesi Fen Bilim. Enstitüsü Derg.*, vol. 10, no. 2, pp. 121–132, 2021, [Online]. Available: <https://dergipark.org.tr/en/pub/dufed/issue/62790/958250>
- [80] S. Thomas, H. Sharma, P. Mishra, and S. Talegaonkar, "Ceramic Nanoparticles: Fabrication Methods and Applications in Drug Delivery," *Curr. Pharm. Des.*, vol. 21, Oct. 2015, doi: 10.2174/1381612821666151027153246.
- [81] S. Das, S. Halder, J. Wang, M. S. Goyat, A. Anil Kumar, and Y. Fang, "Amending the thermo-mechanical response and mechanical properties of epoxy composites with silanized chopped carbon fibers," *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 102, pp. 347–356, 2017, doi: <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2017.07.026>.

- [82] C. M. Vu and Q.-V. Bach, “Effects of DOPO-Grafted Epoxidized Soybean Oil on Fracture Toughness and Flame Retardant of Epoxy Resin/Rice Husk Silica Hybrid,” *Macromol. Res.*, vol. 28, no. 9, pp. 826–834, 2020, doi: 10.1007/s13233-020-8102-4.
- [83] P. K. Ghosh, A. Pathak, M. S. Goyat, and S. Halder, “Influence of nanoparticle weight fraction on morphology and thermal properties of epoxy/TiO₂ nanocomposite,” *J. Reinf. Plast. Compos.*, vol. 31, no. 17, pp. 1180–1188, Aug. 2012, doi: 10.1177/0731684412455955.
- [84] V. D. Punetha *et al.*, “Functionalization of carbon nanomaterials for advanced polymer nanocomposites: A comparison study between CNT and graphene,” *Prog. Polym. Sci.*, vol. 67, pp. 1–47, 2017, doi: <https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2016.12.010>.
- [85] S. Kumfu, W. Nhuapeng, W. Thamjaree, and T. Tunkasiri, “Mechanical Properties and Microstructure of Aramid/Al₂O₃/Epoxy Resin Laminated Composites,” *Adv. Mater. Res.*, vol. 55–57, pp. 389–392, 2008.
- [86] M. Manjunath, N. M. Renukappa, and B. Suresha, “Influence of micro and nanofillers on mechanical properties of pultruded unidirectional glass fiber reinforced epoxy composite systems,” *J. Compos. Mater.*, vol. 50, no. 8, pp. 1109–1121, Jun. 2015, doi: 10.1177/0021998315588623.
- [87] B. Das, K. E. Prasad, U. Ramamurty, and C. N. R. Rao, “Nano-indentation studies on polymer matrix composites reinforced by few-layer graphene,” *Nanotechnology*, vol. 20, no. 12, p. 125705, 2009.
- [88] M. M. Shokrieh, M. R. Hosseinkhani, M. R. Naimi-Jamal, and H. Tourani, “Nanoindentation and nanoscratch investigations on graphene-based nanocomposites,” *Polym. Test.*, vol. 32, no. 1, pp. 45–51, 2013.
- [89] D. G. Pinto, L. F. A. Bernardo, A. M. Amaro, and S. M. R. Lopes, “Mechanical Properties of Epoxy Nanocomposites Using Alumina as Reinforcement - A Review,” *J. Nano Res.*, vol. 30, pp. 38–9, 2015.
- [90] R. K. Nayak, A. Dash, and B. C. Ray, “Effect of Epoxy Modifiers (Al₂O₃/SiO₂/TiO₂) on Mechanical Performance of epoxy/glass Fiber Hybrid Composites,” *Procedia Mater. Sci.*, vol. 6, pp. 1359–1364, 2014.
- [91] A. E. Kolosov, E. P. Kolosova, V. V. Vanin, and A. Khan, “25 - Ultrasonic treatment in the production of classical composites and carbon nanocomposites,” in *Woodhead Publishing Series in Composites Science and Engineering*, A. Khan, M. Jawaid, Inamuddin, and A. M. B. T.-N. and its C. Asiri, Eds., Woodhead Publishing, 2019, pp. 733–780. doi: <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-102509-3.00025-0>.
- [92] M. Manjunath, N. M. Renukappa, and B. Suresha, “Influence of micro and nanofillers on mechanical properties of pultruded unidirectional glass fiber reinforced epoxy composite systems,” *J. Compos. Mater.*, vol. 50, pp. 1109–1121, 2016.
- [93] A. Ruys, “Processing, structure, and properties of alumina ceramics,” 2019, pp. 71–121. doi: 10.1016/B978-0-08-102442-3.00004-X.
- [94] N. Stuart and K. Sohlberg, “The Microstructure of γ -Alumina,” *Energies*, vol. 14, p. 6472, Oct. 2021, doi: 10.3390/en14206472.

- [95] M. Rahmati and M. Mozafari, "Biocompatibility of alumina-based biomaterials—A review," *J. Cell. Physiol.*, vol. 234, pp. 3321–3335, 2018, [Online]. Available: <https://api.semanticscholar.org/CorpusID:52161589>
- [96] A. N. Saud, H. S. Majdi, and S. N. Saud, "Synthesis of nano-alumina powder via recrystallization of ammonium alum," *Cerâmica*, 2019, [Online]. Available: <https://api.semanticscholar.org/CorpusID:195558577>
- [97] J. Ahn, "Thermal and optical properties of gadolinium gallium garnet," *Mater. Res. Bull.*, vol. 17, no. 11, pp. 1393–1399, 1982, doi: [https://doi.org/10.1016/0025-5408\(82\)90224-0](https://doi.org/10.1016/0025-5408(82)90224-0).
- [98] M. Dokulil and Q. Kuimei, "Photosynthesis, carbon acquisition and primary productivity of phytoplankton: a review dedicated to Colin Reynolds," *Hydrobiologia*, vol. 848, Jan. 2021, doi: [10.1007/s10750-020-04321-y](https://doi.org/10.1007/s10750-020-04321-y).
- [99] S. R. Chauruka, A. Hassanpour, R. Brydson, K. J. Roberts, M. Ghadiri, and H. Stitt, "Effect of mill type on the size reduction and phase transformation of gamma alumina," *Chem. Eng. Sci.*, vol. 134, pp. 774–783, 2015, doi: <https://doi.org/10.1016/j.ces.2015.06.004>.
- [100] D. Reyes-Coronado, G. Rodríguez-Gattorno, M. E. Espinosa-Pesqueira, C. Cab, R. de Coss, and G. Oskam, "Phase-pure TiO₂ nanoparticles: anatase, brookite and rutile," *Nanotechnology*, vol. 19, p. 145605, 2008, [Online]. Available: <https://api.semanticscholar.org/CorpusID:23457114>
- [101] D. Pinto, L. Bernardo, A. Amaro, and S. Lopes, "Mechanical properties of epoxy nanocomposites using titanium dioxide as reinforcement – A review," *Constr. Build. Mater.*, vol. 95, pp. 506–524, 2015, doi: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.07.124>.
- [102] Y. Qing *et al.*, "Superhydrophobic TiO₂/polyvinylidene fluoride composite surface with reversible wettability switching and corrosion resistance," *Chem. Eng. J.*, vol. 290, pp. 37–44, 2016, doi: <https://doi.org/10.1016/j.cej.2016.01.013>.
- [103] J. Jia, H. Yamamoto, T. Okajima, and Y. Shigesato, "On the Crystal Structural Control of Sputtered TiO₂ Thin Films," *Nanoscale Res. Lett.*, vol. 11, Dec. 2016, doi: [10.1186/s11671-016-1531-5](https://doi.org/10.1186/s11671-016-1531-5).
- [104] A. K. Geim, "Graphene: Status and Prospects," *Science*, vol. 324, no. 5934, pp. 1530–1534, Jun. 2009, doi: [10.1126/science.1158877](https://doi.org/10.1126/science.1158877).
- [105] C. N. R. Rao, K. Biswas, K. S. Subrahmanyam, and A. Govindaraj, "Graphene, the new nanocarbon," *J. Mater. Chem.*, vol. 19, Apr. 2009, doi: [10.1039/b815239j](https://doi.org/10.1039/b815239j).
- [106] U. Caliskan, S. Kahraman, and T. Koçyiğit, "Multi-Scale Modeling of Graphene/Polymer Nanocomposites-Molecular Interfacial Interactions," *Int. Sci. Vocat. Stud. J.*, vol. 5, no. 2, pp. 124–134, 2021, doi: [10.47897/bilmes.957313](https://doi.org/10.47897/bilmes.957313).
- [107] W. Choi, I. Lahiri, R. Seelaboyina, and Y. S. Kang, "Synthesis of Graphene and Its Applications: A Review," *Crit. Rev. Solid State Mater. Sci.*, vol. 35, no. 1, pp. 52–71, Feb. 2010, doi: [10.1080/10408430903505036](https://doi.org/10.1080/10408430903505036).
- [108] C. Arribas, M. G. Prolongo, M. Sánchez-Cabezudo, R. Moriche, and S. G. Prolongo, "Hydrothermal ageing of graphene/carbon nanotubes/epoxy hybrid nanocomposites," *Polym. Degrad. Stab.*, 2019, [Online]. Available: <https://api.semanticscholar.org/CorpusID:210755891>

- [109] E. Shamsaei, F. B. de Souza, X. Yao, E. Benhelal, A. Akbari, and W. Duan, "Graphene-based nanosheets for stronger and more durable concrete: A review," *Constr. Build. Mater.*, vol. 183, pp. 642–660, 2018, doi: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.06.201>.
- [110] A. Khawam, *Application of solid-state kinetics to desolvation reactions*. The University of Iowa, 2007.
- [111] H. G. Kim and D. G. Lee, "Dielectric cure monitoring for glass/polyester prepreg composites," *Compos. Struct.*, vol. 57, no. 1–4, pp. 91–99, Jul. 2002, doi: 10.1016/S0263-8223(02)00072-7.
- [112] D. Frank-Susich, D. H. Laananen, and D. Ruffner, "Cure cycle simulation for thermoset composites," *Compos. Manuf.*, vol. 4, no. 3, pp. 139–146, Sep. 1993, doi: 10.1016/0956-7143(93)90098-S.
- [113] A. Menyhard, "Joseph D. Menczel and R. Bruce Prime (eds): Thermal analysis of polymers fundamental and applications," *J. Therm. Anal. Calorim.*, vol. 102, pp. 1183–1184, Dec. 2010, doi: 10.1007/s10973-010-1071-7.
- [114] N. Rabearison, C. Jochum, and J. C. Grandidier, "A cure kinetics, diffusion controlled and temperature dependent, identification of the Araldite LY556 epoxy," *J. Mater. Sci.*, vol. 46, no. 3, pp. 787–796, 2011, doi: 10.1007/s10853-010-4815-7.
- [115] L. Khan *et al.*, "Cure Characterization of Cycom 977-2A Carbon/Epoxy Composites for Quickstep Processing," *Polym. Eng. Sci.*, vol. 54, Apr. 2014, doi: 10.1002/pen.23629.
- [116] F. Lionetto and A. Maffezzoli, "Monitoring the Cure State of Thermosetting Resins by Ultrasound," *Materials (Basel)*, vol. 6, pp. 3783–3904, Sep. 2013, doi: 10.3390/ma6093783.
- [117] A. Smith, "Development of a recycled compression moulding compound," 2021. doi: 10.13140/RG.2.2.31101.44002.
- [118] T. Bağatır, "Grafen nanopartikül takviyesinin kompozit malzemelerin mekanik özellikleri üzerindeki etkisinin araştırılması," 2018. [Online]. Available: <https://api.semanticscholar.org/CorpusID:202999158>
- [119] H. Wang, G. Xian, and H. Li, "Grafting of nano-TiO₂ onto flax fibers and the enhancement of the mechanical properties of the flax fiber and flax fiber/epoxy composite," *Compos. Part A-applied Sci. Manuf.*, vol. 76, pp. 172–180, 2015.
- [120] Anonim, (2023, 17 Ocak). [Online]. https://www.agilent.com/en/product/molecular-spectroscopy/ftir-spectroscopy/ftir-benchtop-systems/cary-630-ftir-spectrometer#zoomELIBRARY_983083
- [121] J. Wei, R. Atif, T. Vo, and F. Inam, "Graphene Nanoplatelets in Epoxy System: Dispersion, Reaggregation, and Mechanical Properties of Nanocomposites," *J. Nanomater.*, vol. 2015, pp. 1–12, Nov. 2015, doi: 10.1155/2015/561742.
- [122] K. M. B. Jansen *et al.*, "Kinetic Characterisation of Molding Compounds," in *2007 International Conference on Thermal, Mechanical and Multi-Physics Simulation Experiments in Microelectronics and Micro-Systems. EuroSime 2007*, 2007, pp. 1–5. doi: 10.1109/ESIME.2007.360002.

- [123] S. Rehman, S. Akram, A. Kanellopoulos, A. Elmarakbi, and P. G. Karagiannidis, “Development of new graphene/epoxy nanocomposites and study of cure kinetics, thermal and mechanical properties,” *Thermochim. Acta*, 2020, [Online]. Available: <https://api.semanticscholar.org/CorpusID:224912537>
- [124] C. Monteserín *et al.*, “Effects of Graphene Oxide and Chemically-Reduced Graphene Oxide on the Dynamic Mechanical Properties of Epoxy Amine Composites,” *Polymers (Basel)*, vol. 9, 2017, [Online]. Available: <https://api.semanticscholar.org/CorpusID:46910038>
- [125] D. Bazgari, F. Moztafzadeh, A. A. Sabbagh-Alvani, M. Rasoulianboroujeni, M. Tahriri, and L. Tayebi, “Mechanical properties and tribological performance of epoxy/Al₂O₃ nanocomposite,” *Ceram. Int.*, vol. 44, no. 1, pp. 1220–1224, 2018, doi: <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2017.10.068>.
- [126] R. Traiphol, N. Charoenthai, T. Sriksirin, T. Kerdcharoen, T. Osotchan, and T. Maturros, “Chain organization and photophysics of conjugated polymer in poor solvents: Aggregates, agglomerates and collapsed coils,” *Polymer (Guildf)*, vol. 48, pp. 813–826, 2007, [Online]. Available: <https://api.semanticscholar.org/CorpusID:96164904>
- [127] A. Vashisth, C. Ashraf, W. Zhang, C. E. Bakis, and A. C. T. van Duin, “Accelerated ReaxFF Simulations for Describing the Reactive Cross-Linking of Polymers,” *J. Phys. Chem. A*, vol. 122, no. 32, pp. 6633–6642, Aug. 2018, doi: 10.1021/acs.jpca.8b03826.
- [128] W. Saw and M. Jaafar, “Properties of synthetic diamond and graphene nanoplatelet-filled epoxy thin film composites for electronic applications,” *J. Mater. Sci. Electron. - J Mater Sci-Mater Electron*, vol. 23, Apr. 2012, doi: 10.1007/s10854-011-0499-2.
- [129] F. H. Gojny, M. H. G. Wichmann, B. Fiedler, and K. Schulte, “Influence of different carbon nanotubes on the mechanical properties of epoxy matrix composites – A comparative study,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 65, no. 15, pp. 2300–2313, 2005, doi: <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2005.04.021>.
- [130] M. C. Şenel and M. Gürbüz, “Al₂O₃ tanecik boyutunun ve katkı oranının alüminyum matrisli kompozitlerin mekanik özellikleri ve mikroyapısı üzerine olan etkisi,” *Müh. Bilm. Derg.*, vol. 9, no. 1, pp. 565–575, 2020. <https://doi.org/10.28948/ngumuh.518994>.
- [131] M. Vardavoulias, M. Jeandin, F. Velasco, and J. M. Torralba, “Dry sliding wear mechanism for P/M austenitic stainless steels and their composites containing Al₂O₃ and Y₂O₃ particles,” *Tribol. Int.*, vol. 29, no. 6, pp. 499–506, 1996, doi: [https://doi.org/10.1016/0301-679X\(95\)00110-P](https://doi.org/10.1016/0301-679X(95)00110-P).
- [132] A. Çaldıklıoğlu, “Epoxy-based composites and coatings: improvement of multifunctional properties.” Middle East Technical University, 2019.
- [133] T. Albahkali, A. Fouly, I. A. Alnaser, M. B. Elsheniti, A. Rezk, and H. S. Abdo, “Investigation of the Mechanical and Tribological Behavior of Epoxy-Based Hybrid Composite,” *Polymers (Basel)*, vol. 15, no. 19, p. 3880, 2023.
- [134] S. Kocaman, “Farklı Kimyasallarla Modifiye Edilen Doğal Atık Takviyeli Epoksi Reçine Matrisli Kompozitlerin Hazırlanması ve Karakterizasyonu,” *Int. J. Eng. Res. Dev.*, vol. 11, no. 1, pp. 77–86, 2019, doi: 10.29137/umagd.459758.

- [135] B. Y. Islak, G. Aıkbař, and N. . Aıkbař, “Epoksi matrisli kompozitlerde katı yaęlayıcı ilavesinin srtnme kaybının azaltılmasına etkisinin incelenmesi,” *Nięde mer Halisdemir niversitesi Mhendislik Bilim. Derg.*, vol. 8, no. 1, pp. 583–592, 2019, doi: 10.28948/ngumuh.517203.
- [136] G. Solomons and C. Fryhle, “Organik Kimya, (7. Baskı),” *Lit. Yayıncılık, İstanbul*, pp. 76–78, 2002.
- [137] A. Uzuner, “Yeni nesil hibrit nanoparacıklar ile uyumlařtırılmıř PTPE/PA6 karıřımlarının mekanik, ısıl, reolojik ve morfolojik zelliklerinin incelenmesi.” Yksek lisans tezi, Kimya Mh. Anabilim Dalı, Fen Bilimleri Enstits, Kocaeli niversitesi, Kocaeli, Trkiye, 2020.



ÖZGEÇMİŞ

KİŞİSEL BİLGİLER

Adı Soyadı : Gülden KABAĞÇI

Yabancı Dili : İngilizce

ÖĞRENİM DURUMU

Derece	Alan	Okul/Üniversite	Mezuniyet Yılı
Doktora	Makine Müh.	Düzce Üniversitesi	2023
Y. Lisans	Makine Müh.	Düzce Üniversitesi	2015
Lisans	Makine Müh.	Balıkesir Üniversitesi	2010
Lise		Düzce YDA Anadolu Lisesi	2006