

T.C.
PAMUKKALE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
MAKİNA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

**NANOPARTİKÜL DAĞILIMININ NANOKOMPOZİTLERİN MEKANİK
ÖZELLİKLERİNE ETKİSİNİN İNCELENMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

CİHAN GÜREL

DENİZLİ, NİSAN - 2024

T.C.
PAMUKKALE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
MAKİNA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI



NANOPARTİKÜL DAĞILIMININ NANOKOMPOZİTLERİN MEKANİK
ÖZELLİKLERİNE ETKİSİNİN İNCELENMESİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

CİHAN GÜREL

DENİZLİ, NİSAN - 2024

Bu tez çalışması Pamukkale Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi (PAÜBAP) tarafından 2022FEBE044 nolu proje ile desteklenmiştir.

Bu tezin tasarımı, hazırlanması, yürütülmesi, arařtırmalarının yapılması ve bulgularının analizlerinde bilimsel etięe ve akademik kurallara özenle riayet edildiđini; bu alıřmanın dođrudan birincil ürünü olmayan bulguların, verilerin ve materyallerin bilimsel etięe uygun olarak kaynak gösterildiđini ve alıntı yapılan alıřmalara atfedildiđine beyan ederim.

CİHAN GÜREL

ÖZET

**NANOPARTİKÜL DAĞILIMININ NANOKOMPOZİTLERİN MEKANİK
ÖZELLİKLERİNE ETKİSİNİN İNCELENMESİ**
YÜKSEK LİSANS TEZİ
CİHAN GÜREL
PAMUKKALE ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
MAKİNA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI
(TEZ DANIŞMANI:DR. ÖĞR. ÜYESİ MURAT ÖZENÇ)

DENİZLİ, NİSAN - 2024

Epoksi reçine içerisine nanopartikül katılarak elde edilen kompozit malzemelerde karıştırma veriminin mekanik özellikleri üzerine etkisinin incelenmesi için iki farklı karıştırma yöntemi kullanılmıştır. Gezegensel santrifüj karıştırma ve mekanik karıştırma yöntemleri ile hazırlanarak numunelere, çekme, eğilme ve izod darbe deneyleri yapılmış ve mekanik özellikleri araştırılmıştır. Bu çalışmalar ile ideal olan, homojen karışımın sağlanabildiği, mekanik özelliklerin daha yüksek değerlerde olduğu karıştırma yönteminin tespit edilmesi amaçlanmıştır. Çalışmada katkı maddesi olarak halloysit (HNT), NanoKil ve tungsten karbür (WC) nanopartikülleri kullanılmıştır. Her bir katkı maddesinden 150g Epoksi reçine içerisine ağırlıkça %1, %2, %3, %4 ve %5 oranlarında karıştırılmıştır. Elde edilen numuneler testlere tabi tutulduğunda her iki karıştırma yönteminde de değerlerde olumlu artış sağladığı görülmüştür. En iyi iyileşmeyi çekme dayanımında %30 oranında artış ile GSY ile hazırlanan HNT katkılı kompozit göstermiştir. NanoKil katkılı kompozitin tüm mukavemet değerlerinde düşüş görülmüş ve seçilen epoksi ile kullanılan yüzdelerde kullanıma uygun olmadığı anlaşılmıştır. WC katkılı numunelerde dayanım değerlerinde artışlar sağlamış, diğer katkı maddelerinden farklı olarak numunelere belirgin bir süneklik artışı kazandırdığı görülmüştür. Hazırlanan numunelerden çekilen SEM görüntülerinde GSY'nin karıştırma veriminde mekanik karışırtmaya göre daha etkili olduğu, homojen bir karışımın sağlandığı görülmüştür.

ANAHTAR KELİMELELER: Nanokompozit, Nanopartikül, Mekanik Özellikler

ABSTRACT

INVESTIGATION OF THE EFFECT OF NANOPARTICLE DISPERSION ON THE MECHANICAL PROPERTIES OF NANOCOMPOSITES

MSC THESIS

CİHAN GÜREL

PAMUKKALE UNIVERSITY INSTITUTE OF SCIENCE

MECHANICAL ENGINEERING

(SUPERVISOR:DR. MURAT OZENC)

DENİZLİ, APRIL 2024

Two different mixing methods were used to examine the effect of mixing efficiency on the mechanical properties of composite materials obtained by adding nanoparticles into epoxy resin. Tensile, bending and Izod impact tests were performed on the samples prepared by planetary centrifugal mixing and mechanical mixing methods, and their mechanical properties were investigated. These studies aimed to determine the ideal mixing method, which provides a homogeneous mixture and has higher mechanical properties. Halloysite (HNT), NanoClay and tungsten carbide (WC) nanoparticles were used as additives in the study. 150g of each additive was mixed into the Epoxy resin at the rates of 1%, 2%, 3%, 4% and 5% by weight. When the samples obtained were subjected to tests, it was seen that both mixing methods provided a positive increase in values. The HNT-doped composite prepared with GSY showed the best improvement, with a 30% increase in tensile strength. A decrease was observed in all strength values of the NanoClay added composite and it was understood that it was not suitable for use in the percentages used with the selected epoxy. It provided increases in the strength values of WC-added samples and, unlike other additives, it was observed that it gave the samples a significant increase in ductility. In the SEM images taken from the prepared samples, it was seen that GSY was more effective in mixing efficiency than mechanical mixing and a homogeneous mixture was achieved.

KEYWORDS: Nanocomposite, Nanoparticle, Mechanical Properties

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET.....	i
ABSTRACT	ii
İÇİNDEKİLER	iii
ŞEKİL LİSTESİ.....	v
TABLO LİSTESİ	viii
SEMBOL ve KISALTMALAR LİSTESİ	ix
ÖNSÖZ.....	x
1. GİRİŞ.....	1
1.1 Tezin Amacı	1
1.2 Tezin Önemi	1
2. TEZİN KONUSU VE LİTERATÜR TARAMASI	2
2.1 Kompozitler Hakkında Genel Bilgiler.....	2
2.2 Literatür Taraması	3
2.3 Kompozitlerin Sınıflandırılması.....	8
2.3.1 Partikül Takviyeli Kompozitler	9
2.3.2 Fiber Takviyeli Kompozitler	9
2.3.3 Levhasal kompozitler.....	9
2.3.4 Tabakalı Kompozitler	9
2.3.5 Doldurulmuş Kompozitler	9
2.3.6 Metal Matriks Kompozitler	10
2.3.7 Seramik Matriks Kompozitler	10
2.3.8 Polimer Matris kompozitler	11
2.3.9 Karbon-Karbon Kompozitler.....	11
2.3.10 Nano Kompozitler.....	11
2.4 Nano Kompozitler	12
2.5 Nanopartikül Nedir.....	12
2.6 Nanokompozitlerin Bileşenleri.....	14
2.6.1 Matris (Materyal).....	14
2.6.2 Nano Malzeme (Takviye Elemanı).....	14
2.7 Nanokompozitlerin Kullanım Alanları.....	15
2.8 Nanokompozit Karıştırma Yöntemleri	16
2.8.1 Mekanik Karıştırma Yöntemi	17
2.8.2 Kalenderleme Yöntemi	18
2.8.3 Ultrasonik Karıştırma Yöntemi	19
2.8.4 Gezegensel Santrifüj Karıştırma Yöntemi	20
3. MATERYAL VE YÖNTEM	22
3.1 Deney Malzemeleri	23
3.1.1 Reçine	23
3.1.2 Halloysite(HNT)	23
3.1.3 Nanokil.....	24
3.1.4 Tungsten Karbür(WC)	25
3.2 Nanokompozitlerin Üretilmesi	25

3.2.1	Mekanik Karıştırma Yöntemi İle Nanokompozit Üretimi.....	27
3.2.2	Gezegensel Santrifüj Yöntemi ile Nanokompozit Üretimi.....	28
3.3	Mukavemet Testleri.....	31
3.3.1	Çekme Testi	32
3.3.2	Eğilme Testi.....	33
3.3.3	İzod Darbe Testi.....	33
4.	BULGULAR	35
4.1	Mekanik Karıştırma Yöntemi Test Sonuçları.....	36
4.1.1	Çekme Testi Sonuçları.....	36
4.1.2	Eğilme Testi Sonuçları.....	39
4.1.3	İzod Darbe Testi Sonuçları	41
4.2	Gezegensel Santrifüj Yöntemi Test Sonuçları	42
4.2.1	Çekme Testi Sonuçları.....	42
4.2.2	Eğilme Testi Sonuçları.....	45
4.2.3	İzod Darbe Testi Sonuçları	47
4.3	Karıştırma Yöntemlerinin Karşılaştırılması	48
4.4	SEM Görüntüleri	50
5.	SONUÇLAR VE ÖNERİLER.....	60
6.	KAYNAKLAR.....	62
7.	EKLER.....	66
8.	ÖZGEÇMİŞ	81

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 2.1 Pultrize Kompozitlerin Kullanım Alanları a) Köprü İnşaatları b) Köprü Tabanları c) Soğutma Kulesi İnşaatları d) Suya Maruz Kalan Yapılarda e) Araba Tamponları f) Pencere girişlerinde (Vardernikov, 2020).....	3
Şekil 2.2 Karışım yöntemlerinin epoksi içerisindeki MWCNT dağılımına etkileri a) Ultrasonik karıştırma yöntemi b) GSY c) Ultrasonik + GSM d) MA e) MA + GSY(Gupta 2013).....	3
Şekil 2.3 Epoksi matrislerde halloysit nano parçaların dağılımı (Ağırlıkça %10 halloysit); a)Mekanik karıştırma b) Bilyalı GYS(Deng 2009).....	4
Şekil 2.4 Kompozit malzeme bileşenleri	14
Şekil 2.5 Kompozit malzeme kullanım alanları (unsalkompozit.com).....	15
Şekil 2.6 Çeşitli karıştırma yöntemleri a- Kalenderleme makinesi ve çalışma prensibi(Gupta, 2013) b- Ekstruder yöntemi(Ma, 2010) c-Yukarıdan aşağı, MA, GSY çalışma prensipleri(Gupta, 2013) d-Ultrasonik karıştırma (Su banyolu ve Probu) (Ma, 2010)	17
Şekil 2.7 Mekanik karıştırıcı.....	18
Şekil 2.8 Kalenderleme Cihazı şematik gösterimi (Birkan 2022)	19
Şekil 2.9 Ultrasonik karıştırma cihazı (sonics.com)	20
Şekil 2.10 Gezegenel santrifüj karıştırma yöntemi (https://www.thinkymixer.com/en-gl/).....	21
Şekil 3.1 Deney numuneleri; a- ASTM D638 Tip 1 Çekme deneyi numunesi, b- ASTM D790 Eğilme deneyi numunesi, c- ASTM D256 İzod çentik darbe deney numunesi	22
Şekil 3.2 HNT iç yapı temsili gösterimi (http://www.esan.com.tr)	24
Şekil 3.3 NanoKil tabakalar arası mesafenin artırılması (http://www.esan.com.tr)	24
Şekil 3.4 Deney numuneleri; a- % 1 HNT, b- %2 HNT.....	26
Şekil 3.5 Katkı maddesinin üzerine epoksi reçine eklenmesi.....	26
Şekil 3.6 Dispersiyon bıçağı	27
Şekil 3.7 Mekanik karıştırma cihazı	27
Şekil 3.8 Gezegenel santrifüj makinası	28
Şekil 3.9 Gezegenel santrifüj makinesi iç görünümü.....	29
Şekil 3.10 Vakum Cihazı	29
Şekil 3.11 Dikey döküm yöntemi ile kalıpların doldurulması.....	30
Şekil 3.12 Çekme Numunesi kalıptan çıkarılması	31
Şekil 3.13 Çekme numuneleri kalıptan çıkarılmış hali	31
Şekil 3.14 GSY’ de hazırlanmış Çekme deneyi numuneleri	32
Şekil 3.15 Instron 8801 çekme-eğilme test cihazı	32
Şekil 3.16 Çekme Testi	33
Şekil 3.17 Eğilme testi	33
Şekil 3.18 Ceast Resilimpactor izod darbe test cihazı	34
Şekil 4.1 Saf epoksi çekme diyagramı	35
Şekil 4.2 Saf epoksi eğilme diyagramı	36
Şekil 4.3 Mekanik karıştırma ile hazırlanan HNT katkılı numunelerin çekme diyagramı.....	37

Şekil 4.4 Mekanik karıştırma ile hazırlanan Kil katkılı numunelerin çekme diyagramı.....	37
Şekil 4.5 Mekanik karıştırma ile hazırlanan WC katkılı numunelerin çekme diyagramı.....	38
Şekil 4.6 Mekanik karıştırma ile hazırlanan numunelerin çekme deneyi sonuçları	39
Şekil 4.7 Mekanik karıştırma ile hazırlanan HNT katkılı numunelerin eğilme diyagramı.....	39
Şekil 4.8 Mekanik karıştırma ile hazırlanan Kil katkılı numunelerin eğilme diyagramı.....	40
Şekil 4.9 Mekanik karıştırma ile hazırlanan WC katkılı numunelerin eğilme diyagramı.....	40
Şekil 4.10 Mekanik karıştırma ile hazırlanan numunelerin eğilme testi sonuçları	41
Şekil 4.11 Mekanik karıştırma ile hazırlanan numunelerin İzod darbe testi sonuçları	42
Şekil 4.12 GSY ile hazırlanan HNT katkılı numunelerin çekme diyagramı	43
Şekil 4.13 GSY ile hazırlanan KİL katkılı numunelerin çekme diyagramı	43
Şekil 4.14 GSY ile hazırlanan WC katkılı numunelerin çekme diyagramı	44
Şekil 4.15 GSY ile hazırlanan numunelerin çekme testi sonuçları.....	44
Şekil 4.16 GSY ile hazırlanan HNT katkılı numunelerin eğilme diyagramı	45
Şekil 4.17 GSY ile hazırlanan KİL katkılı numunelerin eğilme diyagramı	46
Şekil 4.18 GSY ile hazırlanan WC katkılı numunelerin eğilme diyagramı.....	46
Şekil 4.19 GSY ile hazırlanan numunelerin eğilme deneyi sonuçları	47
Şekil 4.20 GSY ile hazırlanan numunelerin izod darbe testi sonuçları	48
Şekil 4.21 GSY ve Mekanik yöntemler ile hazırlanan HNT katkılı numunelerin çekme deneyi sonuçları karşılaştırılması.....	48
Şekil 4.22 GSY ve Mekanik yöntemler ile hazırlanan Kil katkılı numunelerin çekme deneyi sonuçları karşılaştırılması.....	49
Şekil 4.23 GSY ve Mekanik yöntemler ile hazırlanan WC katkılı numunelerin çekme deneyi sonuçları karşılaştırılması.....	50
Şekil 4.24 %5 HNT katkılı mekanik karıştırma ile hazırlanan numune iç yapısı a- 2,5K X büyütme, b- 10K X büyütme	51
Şekil 4.25 %5 HNT katkılı gezegensel santrifüj karıştırma yöntemi ile hazırlanan numune a- 2,5K X büyütme, b- 10K X büyütme	52
Şekil 4.26 %5 Nanokil katkılı mekanik karıştırma yöntemi ile hazırlanan numune a- 2,5K X büyütme, b- 10K X büyütme	53
Şekil 4.27 %5 Nanokil katkılı GSY ile hazırlanan numune a- 2,5K X büyütme, b- 10K X büyütme	54
Şekil 4.28 %5 WC katkılı mekanik karıştırma ile hazırlanan numune a- 2,5K X büyütme, b- 10K X büyütme	55
Şekil 4.29 %5 WC katkılı GSY ile hazırlanan numune a- 2,5K X büyütme, b- 10K X büyütme	56
Şekil 4.30 HNT katkılı numunelerin 2,5K X büyütme oranında SEM görüntüsü karşılaştırması a- % 1 HNT GSY, b- % 1 HNT mek., c- %3 HNT GSY, d- %3 HNT mek., e- %5 HNT GSY, f- %5 HNT mek.	57
Şekil 4.31 Nanokil katkılı numunelerin 2,5K X büyütme oranında SEM görüntüsü karşılaştırması a- % 1 Kil GSY, b- % 1 Kil mek., c- %3 Kil GSY, d- %3 Kil mek., e- %5 Kil GSY, f- %5 Kil mek.	58

Şekil 4.32 WC katkılı numunelerin 2,5K X büyütme oranında SEM görüntüsü karşılaştırması a- %1 WC GSY, b- %1 WC mek., c- %3 WC GSY, d- %3 WC mek., e- %5 WC GSY, f- %5 WC mek.	59
Şekil 5.1 Vakum altında Nanokil katkılı karışımda oluşan köpürme	60
Şekil A.1 HNT EDS iç yapı analizi	66
Şekil A.2 HNT EDS analizi yapılan bölge	66
Şekil B.1 NanoKil EDS iç yapı analizi	68
Şekil B.2 NanoKil EDS analizi yapılan bölge	68
Şekil C.1 WC EDS iç yapı analizi	70
Şekil C.2 NanoKil EDS analizi yapılan bölge	70
Şekil D.1 HNT haritalama analizi yapılan bölge	72
Şekil D.2 HNT SEM haritalama metodu ile element dağılımı	73
Şekil D.3 HNT SEM haritalama metodu ile ayrılmış element dağılımı	73
Şekil D.4 HNT SEM haritalama metodu iç yapı analizi	74
Şekil E.1 Nanokil haritalama analizi yapılan bölge	75
Şekil E.2 NanoKil SEM haritalama metodu ile element dağılımı	76
Şekil E.3 NanoKil SEM haritalama metodu ile ayrılmış element dağılımı	76
Şekil E.4 NanoKil SEM haritalama metodu iç yapı analizi	77
Şekil F.1 Nanokil haritalama analizi yapılan bölge	78
Şekil F.2 WC SEM haritalama metodu ile element dağılımı	79
Şekil F.3 WC SEM haritalama metodu ile ayrılmış element dağılımı	79
Şekil F.4 WC SEM haritalama metodu iç yapı analizi	80

TABLO LİSTESİ

	<u>Sayfa</u>
Tablo 3.1 Numune ağırlıkca % katkı oranları	25
Tablo A.1 HNT iç yapıda bulunan element miktarları.....	67
Tablo B.1 HNT iç yapıda bulunan element miktarları	69
Tablo C.1 WC iç yapıda bulunan element miktarları.....	71
Tablo D.1 HNT iç yapıda bulunan element miktarları.....	72
Tablo E.1 NanoKil iç yapıda bulunan element miktarları	75
Tablo F.1 NanoKil iç yapıda bulunan element miktarları.....	78

SEMBOL ve KISALTMALAR LİSTESİ

GSY	:	Gezegensel santrifüj yöntemi
MWCNT	:	Multi walled carbon nanotube
MA	:	Mikro akışkanlaştırıcı
WC	:	Wolfram carbide(Tungsten karbür)
HNT	:	Halloysite
Al	:	Alüminyum
CNT	:	Carbon nanotube
GO	:	Graphen oxide
AFM	:	Atomic force microscopy
Si	:	Silisyum
H	:	Hidrojen
O	:	Oksijen
MMK	:	Metal Matriks Kompozit
PMK	:	Polimer Matris kompozitler
SMK	:	Seramik Matriks Kompozit
NK	:	Nano Kompozit
KKK	:	Karbon-Karbon Kompozit

ÖNSÖZ

Çalışma sürecinde her türlü yol gösterici olan, olumlu tavrı ile beni cesaretlendiren, bilgi birikimi ile farklı bakış açıları kazandıran değerli danışman hocam Dr. Öğr. Üyesi Murat ÖZENÇ' e sonsuz teşekkür ederim

Laboratuvar çalışmalarındaki deneyimi ve bilgisi ile zor zamanlarda desteğini esirgemeyen, bu çalışmanın oluşmasında büyük emeği geçen Arş. Gör. İnan AĞIR' a ayrıca teşekkür ederim

2022FEBE044 numaralı proje ile bu yüksek lisans tezini destekleyen Pamukkale Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi'ne (PAÜBAP) teşekkür ederim.

Sunduğu teknolojik alt yapı ve ileri teknoloji cihazlar ile yapılan çalışmaları destekleyip, bu çalışmada kullanılan SEM görüntülerinin alınmasını sağlayan Pamukkale Üniversitesi İleri Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi (İLTAM)'ne teşekkür ederim.

Denizli, 2024

Cihan GÜREL

1. GİRİŞ

1.1 Tezin Amacı

Reçine içerisine katılacak nanopartiküllerin homojen dağılmasını sağlamak amacıyla mekanik, gezegensel santrifüj karıştırma yöntemleri kullanılarak üretilen nano kompozit malzemelerin, çekme, eğilme ve izod darbe deneyleri yapılarak mekanik özellikleri araştırılmıştır. Bu çalışmalar ile ideal olan, homojen karışımın sağlanabildiği, mekanik özelliklerin daha yüksek değerlerde olduğu karıştırma yönteminin tespit edilmesi amaçlanmıştır.

1.2 Tezin Önemi

Günümüz dünyasında kompozit malzemeler, geleneksel malzemelere oranla birçok üstün özellikler sunarlar. Buna karşın yaygınlıkları halen daha potansiyeline ulaşmış değildir. Sebeplerine gelince; üretim yöntemlerinin ve hammaddelerin ucuzlayacak kadar gelişmemesini saysak da diğer bir önemli sebep malzemelerin tamamen tanınmaması ve güvenilmemesidir. Bundan dolayıdır ki bazı sektörlerde (Havacılık, otomotiv vb.) kompozit malzemeler uyulması zorunlu yönetmeliklere kolaylıkla girememektedir. Bu doğrultuda kompozit malzemeler ve üretim yöntemlerini tanımaya ve geliştirmeye yönelik çalışmaların yapılması önem arz etmektedir

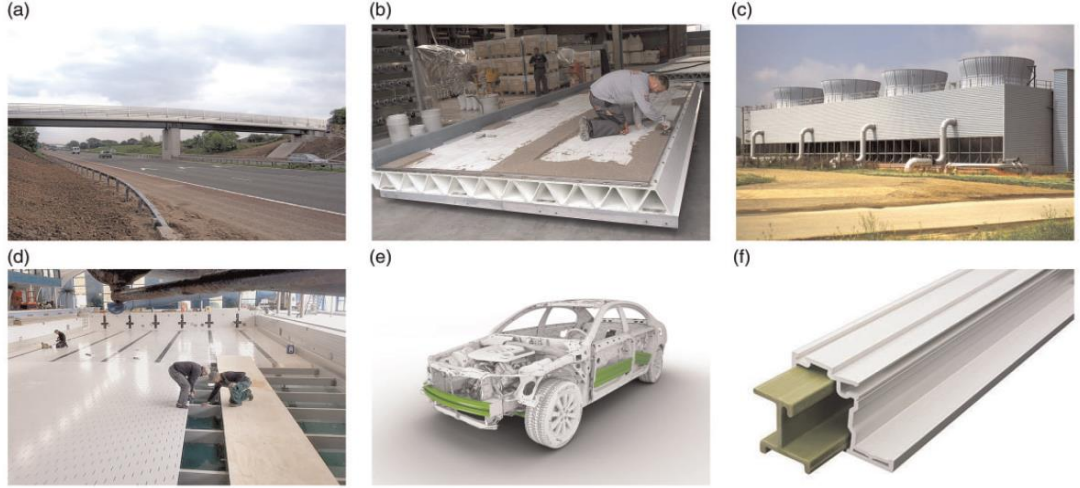
2. TEZİN KONUSU VE LİTERATÜR TARAMASI

2.1 Kompozitler Hakkında Genel Bilgiler

Kompozit malzeme makroskobik olarak birbirinden ayrı iki ya da daha fazla malzemenin bir araya getirilmesi ile imal edilen malzeme türüdür. Her kompozitte genelde iki tip malzeme bulunur; matris ve takviye malzemesi. Takviye malzemesi boyuna destek sağlarken, matris ise takviye elemanlarını bir arada tutmakla birlikte yapıyı dış etkilere korur ve yükü takviye elemanlarına aktarır. Örneğin, beton, kerpiç, tahta vb. kompozitlere verilebilecek örneklerdendir.

Kullanım alanlarına bakıldığında hemen hemen her sektörde yer bulmuşlardır. Tercih edilme sebeplerine bakılırsa çoğunlukla; düşük özgül ağırlık, korozyona dayanım ve bazı üretim şekillerinde üretim kolaylığı olarak toparlanabilir. Örneğin, inşaat sektöründe FRP kompozit çubuklar çelik yerine donatı malzemesi olarak kullanılmaktadır. Sebebine gelince, hastanelerde kullanılan MR gibi hassas cihazların çeliklerin manyetik alanlarından etkilenmesidir. Bu da kompozitler için uygulama alanı anlamına gelmektedir. Ayrıca FRP kompozitler korozyona çelikten çok daha uzun süre dayanabilirler.

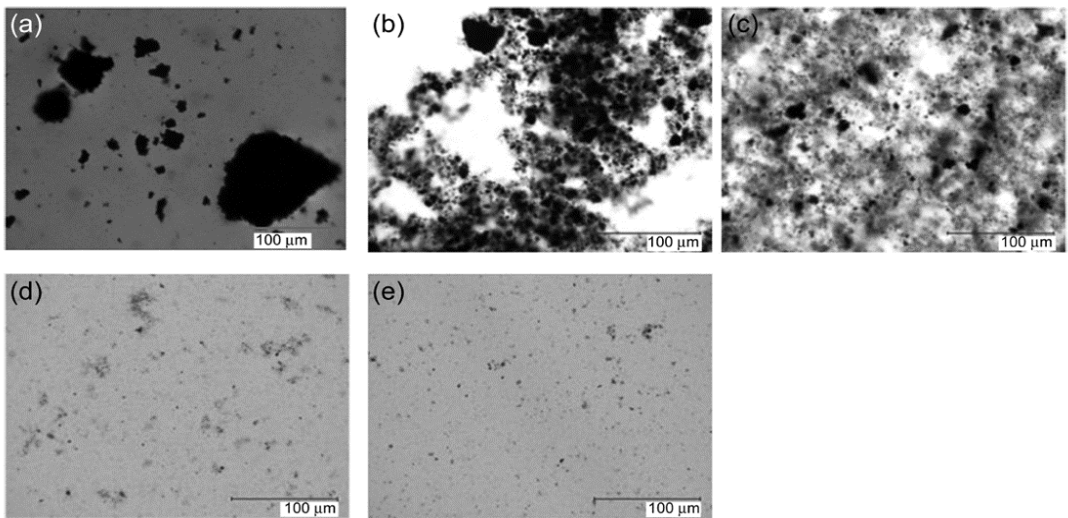
Başka bir uygulama örneği ise diğer bir kompozit ürünü olan farklı kesitlerde üretilerek kullanılan pultrize kompozit kirişlerdir. Köprü, afet evleri gibi yapılarda hem korozyon dayanımı hem de hafifliğinin getirdiği faydalardan dolayı son birkaç on yılda göz ardı edilemeyecek sayıda ve nitelikte projelere hayat vermişlerdir. Belki de en gözde kullanım alanları ise havacılık ve otomotiv endüstrisidir. Tahmin edilebileceği gibi ağırlığın mukavemet, tokluk vb. özelliklerden ödün vermeden azalması bu endüstriler için büyük bir nimettir. Şekil 2.1' de kompozitlerin çeşitli kullanım alanlarına örnek verilmiştir.



Şekil 2.1 Pultrize Kompozitlerin Kullanım Alanları a) Köprü İnşaatları b) Köprü Tabanları c) Soğutma Kulesi İnşaatları d) Suya Maruz Kalan Yapılarda e) Araba Tamponları f) Pencere kirişlerinde (Vardernikov, 2020)

2.2 Literatür Taraması

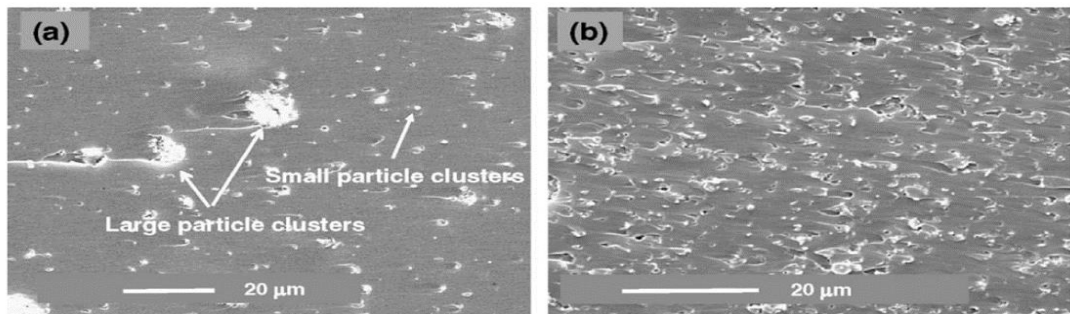
Gupta ve diğ. (2013) yaptığı çalışmada 0.05 g saf MWCNT ve 9.95 g Epon 862 epoksi reçine kullanılarak GSY, MA, ultrasonik karışım yöntemleri uygulanarak bazı özellikler karşılaştırılmış, bunun yanı sıra optik mikroskop ve elektron mikroskobu yardımıyla iç yapı gözlemlenmiştir. Ayrıca karıştırma yöntemlerinde, tek yöntemin yanı sıra birbiri ardınca kullanılarak da elde edilen sonuçlara yer verilmiştir.



Şekil 2.2 Karışım yöntemlerinin epoksi içerisindeki MWCNT dağılımına etkileri a) Ultrasonik karıştırma yöntemi b) GSY c) Ultrasonik + GSM d) MA e) MA + GSY(Gupta 2013)

Şekilde 2.2’de de görüldüğü üzere uygulanan karıştırma yöntemleri belirtilmiş ve elde edilen görüntüler listelenmiştir. En kötü sayılabilecek yöntem ultrason yöntemi denebilir ki, MWCNT kümelenmeleri açıksa seçilebilmektedir. En iyi yöntem olarak ise MA + GSY olarak nitelendirilebilir. Yalnız başına MA yöntemi iyi bir dağılım gösterse de 3) e’deki kadar homojen bir yapı elde edilememiştir. GSY yöntemine bakıldığında ise tek başına, ultrasonik yöntemden bir hayli iyi dağılım sağlamışsa da, MA ve diğer birleşik yöntemler kadar iyi bir performans elde edilememiştir. Sonuçlar incelendiğinde homojen dağılım belli bir seviyenin üzerinde olmadığına çekme dayanımını olumsuz yönde etkilemektedir. Önceki mikroskop görüntüleriyle eş şekilde, en iyi dağılıma sahip MA + GSY yöntemiyle karıştırılan numuneler yine en iyi performansı gösterirken, sadece GSY yöntemi en düşük çekme dayanımını göstermiş, Ultrasonik + GSY saf reçinenin çekme dayanımına dahi ulaşamamıştır.

Deng ve diğ.(2009) tarafından yürütülen çalışmada epoksi matrisine halloysit nano parçacıkları eklenerek oluşan numunelerde yine çekme dayanımı, çekme modülü gibi bazı özellikler gözlemlenmiş, mekanik özelliklerin yanı sıra camsı geçiş sıcaklıkları ölçülmüştür. Karıştırma yöntemlerini biraz açıklamak gerekirse, birinde karışımın içerisine 20 mm çaplı 15 adet WC-Co bilyalar atılarak yapılmış GSY’dir, diğeri ise ısıtmalı yüzeyde manyetik karıştırma. Homojenliğin gözlemlenmesinde yine elektron mikroskopları kullanılmıştır. Karıştırma yöntemlerine ek olarak konumuz dışında olan kimyasal etkileşim yöntemleri de uygulanmıştır ve karşılaştırılmıştır.



Şekil 2.3 Epoksi matrislerde halloysit nano parçaların dağılımı (Ağırlıkça %10 halloysit); a)Mekanik karıştırma b) Bilyalı GYS(Deng 2009)

Parçacık kümelerinin dağılımı ve boyutları bakımından GYS çok daha homojen dağılım gösterdiği Şekil 2.3’de açıkça gözükmektedir. Öte yandan ölçülen

mekanik özelliklerine bakıldığında iki yönteminde birbirlerine yakın sonuç verdikleri görülmekle birlikte, genel olarak bilyalı GYS daha iyi sonuç verdiği anlaşılmaktadır. Bu sonuç çekme dayanımı konusunda ağırlıkça %10 karışımda daha belirgin olarak gözlemlenmektedir. Ayrıca tabloda kritik stres yoğunluk faktörüne (KIC) de ayrıca yer verilmiştir. Partikül yüzeylerine uygulanan kimyasal uygulamalar göz ardı edildiğinde bilyalı GYS yönteminin belirgin olarak olumlu performans farkı gösterdiği çalışmada belirtilmiştir. Camsı geçiş sıcaklığı ise genel olarak artış gösterme eğiliminde olmuştur. Buna ek olarak gevrek kırılma gösteren ağırlıkça %20 Haloosit içeren nano kompozit numune haricinde tüm numuneler sünek kırılma göstermiştir.

Agubra ve diğ. (2013) tarafından yapılan çalışmada temel amaç, farklı karışım yöntemi kombinasyonlarının deney sonuçlarına nasıl etki edeceği araştırılmıştır. Normal yalın olarak kullanılan E-Glass/Epoksi kompozitine ağırlıkça %1, %2 ve %3 nano-kil partikülleri eklenerek numuneler oluşturulmuştur. Eklenen bu partiküllerin karıştırılması 3 farklı yöntem kombinasyonu ile gerçekleştirilmiş ve eğilme, basma ve viskozite özellikleri gözlemlenmiştir. Bu yöntemler; Ultrasonik karıştırma (Sonication), kalenderleme (three roll milling), GSY ve manyetik karıştırma (magnetic stirring). Ek olarak X-Ray yayılımı ve elektron mikroskobu gibi yöntemlerle daha önceki çalışmalarda olduğu gibi metalurjik muayeneler gerçekleştirilmiştir. Ancak burada bizi en çok ilgilendiren eğilme ve basma özellikleri olduğundan diğer özelliklerin deney sonuçlarına yer verilmeyecektir. Eğilme verilerine bakıldığında genel olarak birinci yöntemde düşmeler gözlemlenmiştir. Araştırmacı bunun sebebini genel olarak ultrasonik karıştırmaya mal etmiştir. Nedeni ise 10 dakikayı aşan karıştırma sürelerinde oluşan ısının reçine yapısını bozması olarak göstermiştir. Ayrıca %3 katkılı numunedeki fazla düşüşü ise düşük eksfoliasyon (Parçacık kabuğunun soyulması işlemidir. Parçacıklar ve matris arası bağı güçlendirir.), parçacıkların kümelenmesine ve karışımın yüksek viskozitesine bağlamıştır. Yüksek viskozite demek fiberlerin tam ıslanmamasına neden olmaktadır. Yine birinci yöntemin eğilme verilerine bakıldığında basma özelliklerinde iyileşme gözlemlenmiştir. Basma mukavemeti genellikle matriksin yumuşamasından, katmanlarına ayrılmasından ve çatlamasından etkilenir. Buna ek olarak, basma kırılma noktaları genel olarak mikron seviyede fiber burulmalarıdır, ki bu da daha çok yerel fiber sağlamlığına bağlıdır. İkinci yöntemde genel olarak eğilme ve basma mukavemetlerinde de orta dereceli bir iyileşme gözlemlenmiştir. GSY de oluşan

merkezkaç kuvveti parçaların çarpışmasını tetiklemiş ve uygulanan yüksek basınç (Çalışmanın deney yöntemleri kısmında ayrıntılı bir şekilde verilmiş.) ise parçacık aralarında oluşacak elektrostatik çekim gücünü yenmiştir. Ayrıca vakum ortamında hava kabarcıklarının oluşmasını çok önemli ölçüde engellemiştir. Tamburlama yönteminin daha sonradan uygulanması ise eksfoliasyon işlemini daha da iyileştirmiştir. %3 katkılı numunelerdeki eğilme mukavemetindeki düşüşler parçacıkların kümelenmesine ve homojen dağılımın elde edilmesinde zorlanmaya bağlanmıştır. Yine bu numunelerde viskozite artışı da gözlemlenmiştir.

Saber-Samandari ve diğ.(2007) yaptıkları çalışmada daha kaliteli bir karışım elde etmek amacıyla kesme kuvvetlerinin etkin olduğu santrifüjle karıştırma yöntemi uygulanmıştır. Bu sebeple farklı türde partiküllerin yanı sıra karıştırma ve küreme parametrelerine de odaklanılmıştır. Bu parametreler dönme hızı, partikül miktarı ve kürlenme sıcaklığı olarak listelenmektedir. Ayrıca çalışmada eklenecek partikül miktarının kritik olduğundan bahsedilmiştir. Bunun yanı sıra belli bir partikül miktarı ile bütün özelliklerin iyileştirilemeyeceği anca belli birkaçının iyileştirilebileceğinden bahsedilmiştir. Örneğin, yüksek miktarda partikül eklenmesi elastik modül ve tokluğu artırırken, çekme dayanımı ve kopma enerjisinde azalmaya sebep olmaktadır. Deneyde materyal olarak Tip A, B, C ve D olmak üzere 4 farklı tipte yüzey işlemeli nano kil partikülleri kullanılmıştır. Epoksi olarak ise Epoxy Araldite K3600 kiti kullanılmıştır. Kit düşük viskoziteli bir epoksi ve katılaştırıcı içermektedir. Deneylerde kullanılmak üzere ağırlıkça %1, %3, %6 ve %10 nano kil katkılı karışımlar dogbone şeklindeki numune kalıplarına dökülmüştür. Dönüş hızı etkisi sadece %6'lık karışım üzerinde dört farklı dönüş hızı -1500, 2000 ve 3000 rpm-incelemiştir. Küreme sıcaklığı olarak da yine aynı yüzdelikli karışımlara 4 farklı sıcaklıkta uygulanmıştır. Toplamda 16 numune ASTM D638M standartlarına uygun bir şekilde teste tabi tutulmuştur. Partikül miktarının etkilerine bakılacak olursa, elastik modül %6'lık karışım miktarına kadar bir artış eğilimi göstermiştir. Bu miktardan sonra ise düşüş gözlemlenmektedir. Sebebine gelince, bu miktardan sonra nano kil polimer epoksinin tokluğu arka plana atarak kendi karakteristiğini malzemeye yansıtmaktadır. Bunun sonucunda malzeme modülü düşüş göstermektedir. Çekme dayanımı ve tokluk enerjisi verilerine bakıldığında yine bu değerden sonra düşüşler gözlemlenmiştir. Ancak belirtmek gerekir ki; bu düşüşlerden sonra bile saf epoksiye nazaran daha yüksek değerler elde edilmiştir. Bir diğer gözlemlenen parametre ise dönüş hızıdır. Dönüş hızı arttıkça

mekanik özellikler genel anlamda sabit kalmakta ancak, 4500 rpm aşıldığında düşüşler gözlemlenmektedir. Bunun nedeni ise, partiküllerin ve tabakaların ayrılmasını sağlayan yüksek dönüş hızı bu değerden sonra ayırmanın yanı sıra katmanları kırdığı olmuştur. Kırılan katmanlar mekanik özelliklere düşüş olarak yansımaktadır.

Mustapha ve diğ. (2018) yaptıkları çalışmadaki temel amaç çeşitli miktarlarda (0.5, 1.0, 1.5 phr) aktif nano kil (MMT) katkılı numunelerin mekanik ve termal özelliklerinin araştırılmasıdır. Hazırlanan deneylerde, epoksi malzemesi olarak DGEB A, MMT olarak ise Cloisite30B ve ayrıca biyolojik tabanlı katılaştırıcı olarak da Phenalkamines Cardolite NX-2003D kullanılmıştır. Bu katılaştırıcının kullanılmasıyla ise üretilen malzemelerin en azından daha fazla geri dönüşüm oranına sahip olması amaçlanmıştır. Belli oranlarda katılan MMT'lerle oluşturulan karışımlar mekanik olarak çeşitli sürelerde ve safhalarda karıştırılmıştır. Son olarak paslanmaz çelik bir kalıba dökülerek numuneler elde edilmiştir. Elde edilen numuneler çekme (ASTM D 3039), eğilme (ASTM D790), izod çarpma (ASTM D256-10), nitrojen atmosferli TGA deneylerine parantezlerde belirtilen standartlara uyacak şekilde tabi tutulmuşlardır. Sonuçlara bakıldığında en iyi iyileşme 0.5 phr MMT katkılı numune de gözlemlenmiştir. Çekme deneylerinde katkısız epoksiye kıyasla 0.5 phr MMT katkılı numune %10,16'lık çekme dayanımı iyileşmesi göstermesine karşın 1.0, 1.5 ve 2.0 phr numunelerde iyileşmenin aksine düşüş gözlemlenmiştir. Eğilme dayanımında ise yine benzer olarak 0.5 phr numunede yaklaşık %7 gibi düşük bir iyileşme gözlemlense de diğer numunelerde iyileşme yerine dayanımlarda düşüş gözlemlenmiştir. İyileşmelerin 0.5 phr'li numunelerde gözlemlenmesinin sebebi kullanılan karıştırma yöntemiyle ancak bu orandaki karışımların ideal seviyede karıştırılabildiği anlaşılmaktadır. Dağıtılamayan MMT kümeleri fazladan gerilme noktaları oluşturmakta ve malzeme mekanik özellikleri de sönmektedir. Aslında burada gözlemlenen sonuçlardan biri de homojenliğin sağlanamaması veya düşük seviyelerde sağlanması nelere yol açtığıdır. Öte yandan çekme ve eğilme modülü, kopma uzaması gibi değerlerde beklenildiği gibi tüm numunelerde düşmüştür. Sebebi ise MMT partiküllerinin malzemeyi gevrekleştirilmesinin yanı sıra partikül kümeleşmeleri gösterilmiştir.

Birkan (2022) yaptığı çalışmada grafen takviyeli nanokompozit malzemelerin üretiminde karşılaşılan temel sorun olan grafen partiküllerinin matris malzemesi

içerisinde topaklanması üzerine incelemelerde bulunmuştur. Topaklanan grafenin matris içerisinde matris elemanı gibi bir etkisi oluşmadığından üretilen nanokompozitlerin mekanik özelliklerinde azalmalar görüldüğünü belirtmiştir. Bu durumun önlenmesi için üç merdaneli hadde cihazı ve Triton X-100 yüzey aktif maddesi kullanarak ağırlıkça %0,1 ve %0,5 oranlarında grafen içeren numuneler hazırlanmış ve bir dizi mekanik testlere tabi tutulmuştur. Testler sonucunda saf epoksiye göre elastise modülünde %29'a, akma dayanımında ise %18'e kadar iyileşme görülmüştür. Bu çalışma nanopartiküllerin karıştırma yöntemine bağlı mekanik değerlerde iyileşmenin sağlanabileceğini göstermiştir.

Kaybal (2019) yürüttüğü çalışmada tuzlu su yaşlandırmasının civata bağlantılı nanokompozitler üzerindeki mekanik etkilerini incelemiştir. Bazalt fiber takviyeli epoksi matris (epoksi/BF) kompozit ve halloysit nanotüp (HNT) katkılı bazalt fiber takviyeli epoksi matris (HNT-epoksi/BF) nanokompozit malzeme üretimini el yatırması ve vakum infüzyon yöntemi ile gerçekleştirmiştir. Elde edilen numuneler tuzlu su yaşlandırmasına maruz bırakılmış ve civatalı bağlantılardaki mekanik değerlerinde görülen değişimleri ölçmüştür. Bu çalışmada halloysit nanotüp katkı maddesinin ağırlıkça ideal olan karışım oranı da araştırılmıştır. Aseton içerisine %1, %2, %3, %4 ve %5 oranlarında HNT katılmış ve ultrasonik altında 15 dakika karıştırılmış daha sonra yeterli miktarda epoksi karışıma eklenerek buz banyosu içerisinde 60 dakika daha ultrasonik karıştırma yapılmıştır. Ardından 70°C sıcaklıkta vakum altında 24 saat bekletilerek asetonun karışımdan ayrılması sağlanmış. Körleştirici ilave edilip 5 dakika mekanik karıştırma yapılmış ve kalıplara dökülerek kütleme işlemi yapılmıştır. Elde edilen numuneler mekanik testlere tabi tutulduğunda en iyi performansın %2 HNT katkılı kompozitin gösterdiğini belirtilmiştir.

2.3 Kompozitlerin Sınıflandırılması

Kompozit malzemeler kullanılan takviye elemanlarının türüne göre beş kategoriye ayrılabilir. Bunlar partikül takviyeli, fiber takviyeli, levhasal, tabakalı ve dolgulu kompozitlerdir

2.3.1 Partikül Takviyeli Kompozitler

Bu tip kompozitler, bir matris ile makroskobik veya mikroskobik parçacıklardan oluşan malzemelerdir. Ortalama olarak gömülü parçacıkların boyutu 1 mm'den fazla değildir ve takviyenin hacim oranı genellikle %50'den fazla değildir

2.3.2 Fiber Takviyeli Kompozitler

Bu tür malzemelerde matris, yükü kompozitten fibere iletir ve yükün çoğu fiber tarafından iletilir ve özellikleri anizotropiktir. Cam formları; örgülü, şerit fanlarda veya levhalarda yönlü olarak kullanılır.

2.3.3 Levhasal kompozitler

Bunlar matris fazında plaka benzeri takviye elemanlarından oluşan kompozitlerdir. Al-grafit sistem levhaları; Pullar, cam, mika veya metal olabilir. En popüler metal levhalar AlB2 ve Be levhalardır.

2.3.4 Tabakalı Kompozitler

Bu tür kompozit malzemeler, farklı bileşenlerin sandviç şeklinde (üst üste) birleştirilmesiyle elde edilir. Bu kompozitler bir matris içinde rastgele yönlendirilmiş tek yönlü veya çift yönlü fiber takviyeli katmanlardan oluşur.

2.3.5 Doldurulmuş Kompozitler

Takviye malzemesi formunun sürekli iskelet yapısına sahip bir matris malzeme ile doldurulmasıyla üretilen kompozit malzemelerdir. Matris malzemesinin önceden hazırlanmış (köpük) bir yapıya basınç altında, basınçsız olarak emdirilmesi veya döküm yoluyla elde edilir.

Kompozitler kullanılan matris malzemesinin türüne göre beş ana türe ayrılır. Bunlar polimer matris, metal matris, seramik matris, karbon/karbon ve nanokompozitlerdir.

2.3.6 Metal Matriks Kompozitler

Bu malzemeler, temel yapısı matris metalden oluşan ve takviye elemanı olarak sıklıkla seramik takviye fazı kullanılan kompozitlerdir. Bu malzemelerin seçiminde neredeyse hiçbir kısıtlama yoktur. Deneysel çalışmalara bakıldığında pek çok farklı türün kullanıldığı görülmektedir. MMK son 45-50 yılda kapsamlı bir şekilde araştırılmış ve literatüre olumlu yansımıştır. Metal matrisli kompozitler geleneksel malzemelere en büyük alternatiftir. Seramiğin yüksek elastik modülünü metallerin plastik deformasyon özellikleriyle birleştirmek, yüksek aşınma direncine, kırılma tokluğuna ve yüksek basınç yüklerine sahip malzemelerle sonuçlanır. Bu kompozitler otomotiv, havacılık ve savunma sanayinde yaygın olarak kullanılmaktadır.

2.3.7 Seramik Matriks Kompozitler

Seramik malzemeler çok sert ve kırılımandır. Ayrıca yüksek sıcaklık direnci ve nispeten düşük yoğunluk ile de karakterize edilirler. Seramik malzemeler termal şoklara karşı dayanıklıdır ve dayanıklılığı düşüktür. Bunlar; Al_2O_3 , SiC, Si_3N_4 , B_4C , cBN, TiC, TiB, TiN, AlN'dir. Bu bileşikler farklı yapılara sahiptir ve amaca bağlı olarak bir veya daha fazla karışım kullanılarak seramik matrisli kompozitler üretilir. Sandviç zırh üretimi, çeşitli askeri bileşenler ve uzay aracı üretimi bu ürünlerin ana kullanım alanlarını oluşturmaktadır. Seramik matrise eklenen karbon, seramik ve cam elyaflar, yüksek sıcaklık uygulamaları gibi özel koşullar için tasarlanmıştır. Seramik malzemelerin seramik elyaflarla güçlendirilmesi mukavemeti ve sertliği artırır. Alümina ve zirkonya bazlı seramik kompozitler üzerine yapılan son araştırmalar, bu malzemelerin yalnızca füze savaş başlıkları ve uzay aracı gibi uygulamalarda değil, aynı zamanda insan vücudunda biyomalzeme olarak da kullanılmasına yol açmıştır.

2.3.8 Polimer Matris kompozitler

Yaygın olarak kullanılan sürekli fiber takviyeli polimer matrisler iki gruba ayrılır: termosetler ve termoplastikler. Bu kompozitlerin en önemlileri polyester ve epoksi reçine matrisli sürekli elyaf takviyeli kompozitlerdir. Takviyenin ana malzemeleri cam elyaf, kevlar elyaf, bor elyaf ve karbon elyaftır. PMK üretiminde en yaygın kullanılan yöntemler elle bükme, tel sarma, torba baskı işlemi, pultrüzyon yöntemi, sıvı akış tekniği, reaksiyon kuvveti, enjeksiyon kalıplama, ekstrüzyon ve termoform yöntemleridir. PMK'nın başlıca kullanım alanları korozyon direnci, otomotiv ve diğer taşımacılık sektörlerinde ışık, spor ekipmanları ve denizcilik uygulamaları olarak gösterilebilecek alev geciktirici özelliğe sahip otomobillerin iç dekorasyonudur.

2.3.9 Karbon-Karbon Kompozitler

Karbon - karbon kompozitleri, karbonun ana bileşeni olan saf karbon parçacıklarının (birincil karbon bileşeni olarak tanımlanır) karışımından elde edilir (bu malzeme, karbonizasyon işlemi sırasında ikincil bir karbon bileşeni oluşturur). Sonuçta malzemenin tamamı karbondur ve karbon iki farklı biçimde bulunur. Bunlardan biri dolgu maddesi olan karbon (birincil), diğeri ise bağlayıcı maddedir (ikincil). Matris malzemesi olarak kullanılan karbonun birim ağırlık başına ısı kapasitesi oldukça yüksektir. Füze savaş başlıklarında, uzay aracı kalkanlarında, debriyaj ve fren diski sistemlerinde kullanılır. Bu malzemeler yüksek teknoloji gerektiren askeri ve uzay endüstrilerinde kullanım için hacim olarak nispeten küçük olmasına rağmen maliyeti yüksek ve oldukça pahalı malzemelerdir.

2.3.10 Nano Kompozitler

Nanokompozitler, %10'dan daha az nano boyutlu mineraller içeren mineral nano dolgulu kompozitlerdir. Kullanılan nano boyutlu parçacıkların en-boy oranının ve yüzey alanının çok yüksek olması nedeniyle kompozitlerin mekanik, yangına dayanıklılık, termal ve bariyer özellikleri büyük ölçüde iyileştirilebilmektedir. Bu

kompozitlerin üretiminde erimiş metal karıştırma, toz metalurjisi ve mekanik alaşımlama yaygın olarak kullanılmaktadır.

2.4 Nano Kompozitler

Çeşitli parçacıkların matrislere eklenmesiyle, eklenen malzemenin nispetinde çeşitli özellikler kazandırılabilir. Örneğin; iletken olan Al veya benzer nano veya mikro parçacıkların eklenmesiyle, plastik bir matrise sahip malzeme iletken hale getirilebilir. Bu ise bir parçanın yerine göre avantajlı olan elektrostatik toz boya ile boyanmasına olanak sağlar. Bir başka örnek ise, çok yüksek mukavemetli CNT (Carbon nanotube), GO(Graphene oxide) gibi parçacıkların eklenmesiyle malzemeye fiber yönüne dik olarak bir mukavemet artışı sağlanabilir. İşte bu parçacıkların nano boyutlarda kullanıldığı kompozitler nanokompozit olarak adlandırılır. Ancak, malzemenin bu özellikleri ne derecede göstereceği sadece eklenen parçanın cinsine bağlı değildir. Parçacık türüne ek olarak, eklenen parçacıkların homojen bir şekilde karışması, matris ve parçacık arasındaki bağın kuvvetli olması ve parça boyutu sayılabilir.

Homojen bir karışımın sağlanması ise; parçacık yüzeyi işlenmesi ve karışım yöntemleri başlıkları altında incelenebilir. Parçacık yüzeyi işlenmesi, parça yüzeyinin fiziksel veya kimyasal tepkimelerle işlenerek kullanılan matrisle daha iyi kenetlenmenin sağlanmasıdır. Karışım yöntemlerinde ise yoğurma, manyetik karıştırma, ekstrüzyon, kalenderleme, üçlü tamburdan geçirme, ultrasonik karıştırma, mikro akışkanlaştırıcı (MA), gezegensel santrifüj yöntemi (GSY) gibi birçok yöntem bulunmaktadır. Her yöntemin uygulanan alana (partikül büyüklüğü, malzeme hacmi vb.) göre elde edilebilirlik, ucuzluk veya işlevsellik gibi artı yönleri olduğu gibi, eksi yönleri de aynı şekilde değişiklik gösterir

2.5 Nanopartikül Nedir

Faraday ilk kez 1957'de nano ölçeğin umut verici potansiyeline dikkat çekti. Faraday nanoteknoloji ve nanopartikül araştırmalarının temelini atmış olsa da nanopartiküllerin kullanımı çok daha eskilere dayanmaktadır. 6. ve 15. yüzyıllar

arasında Avrupa'da inşa edilen camilerdeki cam süslemelerinde, 17. yüzyılda ise İslam dünyasındaki seramik süslemelerinde nanopartiküller farklı renkler oluşturmak için kullanıldı. Bu dönemde özellikle metal nanopartiküller kullanılmaktadır. Ancak nanopartiküllerin bilimsel olarak çalışılması 19. yüzyıla kadar mümkün değildi. Fradei'nin altın nanopartikülleri içeren kolloidler üzerine araştırması nanoteknolojinin temelini attı ve bugün üzerinde çalışılan birçok buluşun yolunu açtı. Nano ölçekte büyüklüğü ifade eden nanometre kavramı ilk kez 1925 yılında Nobel Kimya Ödülünü kazanan Richard Zsigmondi tarafından kullanılmıştır. Zsigmondi nanopartiküllerin boyutunu ölçen ilk bilim adamıydı. Nanoteknolojinin gelişimine en büyük katkı, taramalı tünelleme mikroskobu (STM) ve atomik kuvvet mikroskobunun (AFM) geliştirilmesi olmuştur. Bu teknolojiler sayesinde nano ölçekte görüntüleme ve ölçüm mümkün olmakta ve nanomalzemeler geliştirilebilmektedir.

Nanomalzemeler minimum tek boyutlu boyutu 1-100 nm arasında olan malzemelerdir. Nanomalzemeler yapılarına göre nanopartiküller, katmanlı ve katmanlı nanoyapılar, lifli nanoyapılar ve toplu nano yapıları malzemeler olarak sınıflandırılabilir. Bunlar arasında nanopartiküller sıfır boyutlu (0-D), katmanlı veya katmanlı nanoyapılar tek boyutlu (1-D), lifli nanoyapılar, iki boyutlu (2-D) ve toplu nano yapıları malzemeler üç boyutludur (3-D). Nanomalzemeleri diğer malzemelerden ayıran en önemli iki özellik yüksek yüzey alanı ve kuantum alan etkisidir. Nanomalzemeler, yığın parçacıklara göre daha yüksek yüzey/hacim oranına sahiptir. Malzemenin boyutu küçüldükçe yüzeydeki atom sayısı artar ve dolayısıyla malzemenin çevreyle ilişkisi değişir. Takviye malzemenin yüzey alanı/hacim oranı nanokompozitin yapı-özellik ilişkisini belirler.

Parçacık boyutu, nanokompozit sistemlerin özelliklerinde önemli farklılıklar sağlar; katalitik aktivite (<5 nm), sert manyetik malzemelerin yumuşaması (<20 nm), kırılma indisinde değişiklik (<50 nm), elektromanyetik özelliklerde değişiklik (<100 nm), mukavemet ve dayanıklılıkta artış (<100 nm), sertlik ve plastisite (<100 nm) gibi özellikler parçacık boyutuna göre yapılabilmektedir.

Nanopartiküller makro muadillerine göre daha güçlü özellikler gösterebilmekle birlikte çok farklı özellikler sergileyebilmektedir. Nano boyutlu malzemeler daha yüksek reaktiviteye, mekanik dirence ve daha iyi elektriksel ve termal özelliklere sahiptir. Ayrıca kuantum etkileri yoluyla farklı optik, manyetik ve

elektriksel özellikler sergileyebilirler. Makro boyutlarda görülmeyen farklı lüminesans ve reaktivite renkleri, nano boyutlarda sık görülen farklılıklardır. Nanoteknoloji araştırmalarına yapılan yatırımlar 20. yüzyıldan bu yana hızla artarak 2020'de tahmini 54,2 milyar dolara ulaştı.

2.6 Nanokompozitlerin Bileşenleri

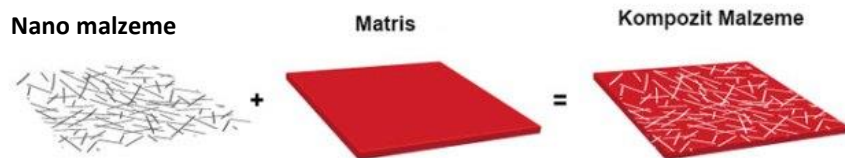
Nanokompozitler, genellikle iki temel bileşenden oluşur:

2.6.1 Matris (Materyal)

Bu, nanokompozitin ana yapısını oluşturan malzemedir. Genellikle polimerler, seramikler, metaller veya bir karışım olabilirler. Matris, nano maddeleri bir arada tutar ve çevresel etkilerden korur. Asıl işi yapacak olan takviye elemanına yük ve gerilmeleri aktarır. Tokluk, süneklik gibi hem matris hem de takviye elemanına bağlı özelliklere katkı sağlar.

2.6.2 Nano Malzeme (Takviye Elemanı)

Nanokompozitin adını aldığı kısım budur. Bu, nanometre ölçeğindeki boyutlarda olan malzemedir. Örneğin, karbon nanotüpler, grafen levhaları, nano yapraklar gibi nano maddeler kullanılabilir. Bu malzemelerin yüzey alanları genellikle çok büyük olduğu için, nanokompozite özel özellikler kazandırabilirler.

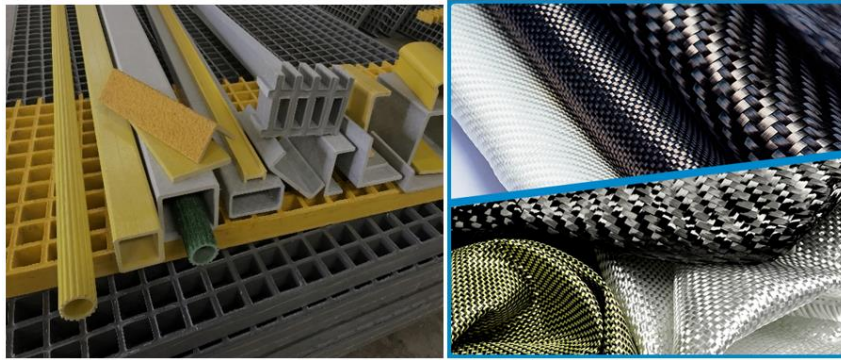


Şekil 2.4 Kompozit malzeme bileşenleri

Nanomalzeme, matris içinde dağılır ve bu da nanokompozitin özelliklerini belirler (Şekil 2.4). Örneğin, karbon nanotüpler elektriksel iletkenliği artırabilirken, nano yapraklar mekanik dayanıklılığı artırabilir. Bu bileşenlerin birleşimi, nanokompozitin özelliklerini belirler ve genellikle istenen özelliklerin elde edilmesine yönelik olarak tasarlanır.

2.7 Nanokompozitlerin Kullanım Alanları

Son yıllarda kompozit malzemelerin kullanımı önemli ölçüde arttı. Kompozit malzemelerin kullanımını hemen hemen her endüstri ve sektörde görmek mümkündür. Fiberglas, cam, keçe ve cam ile polyester reçineden yapılan çeşitli ürünler günlük hayatta yaygın olarak kullanılmaktadır (Şekil 2.5). Cam elyaf oranı yaklaşık %30-40 civarındadır. Çay sehpaları, masa ve sandalyelerin imalatı, depolar, küvetler, tekneler, tekneler ve otomobiller bu kompozitlerin uygulama örnekleridir. Ayrıca formika, baskılı devre kartları, elektrik kabloları, spor malzemeleri, atlama direkleri, kaynak ekipmanları, tenis raketleri ve yarış kürekleri de çeşitli kompozit malzemelerden üretilen ürünlerdir.



Şekil 2.5 Kompozit malzeme kullanım alanları (unsalkompozit.com)

Otomotiv, havacılık ve havacılık endüstrilerinde kompozit malzemelerin kullanımını öncelikle hafiflik ve dayanıklılık, düşük yakıt tüketimi, yüksek hız ve verimlilikten kaynaklanmaktadır. Bu uygulamada sadece finansal kâr değil aynı zamanda stratejik performans da dikkate alınmaktadır. Özellikle titreşim, yorulma ve ısı direnci gibi özellikler havacılık ve havacılık endüstrilerinde kompozit malzemelerin önde gelen avantajlarıdır. Son yıllarda özellikle havacılık ve uçak araçlarında

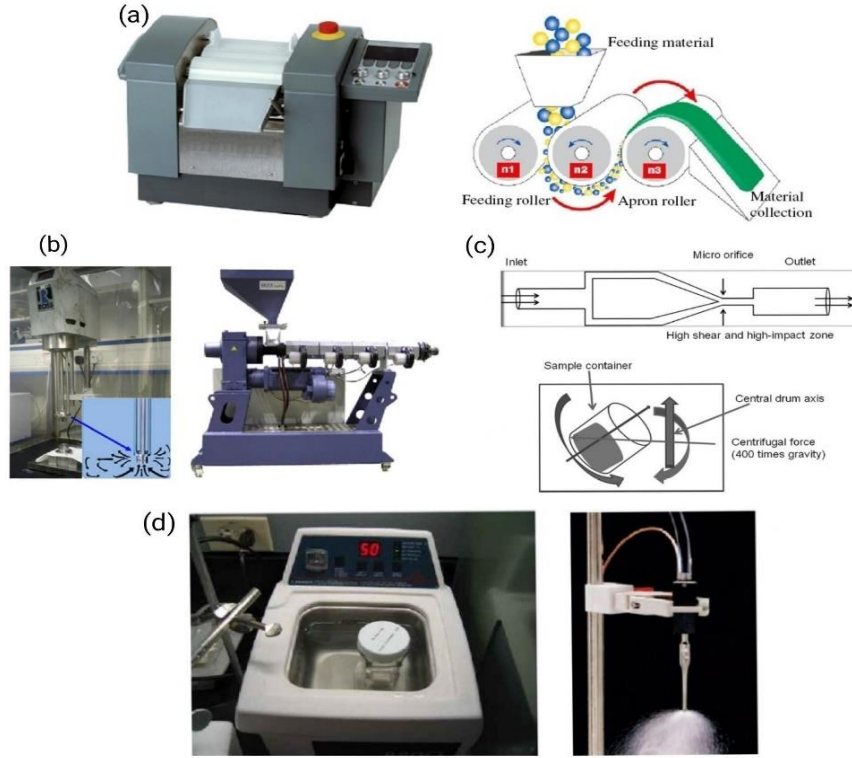
kompozit malzemelerin kullanımı yaygınlaşmaktadır. Örnek olarak; Boeing 757 ve 767 uçakları yüzde 30'dan fazla polimer matrisli kompozit kullanmaktadır. Douglas AV8B Harier savaş uçağının kanatları ve gövdesi karbon fiber takviyeli kompozit malzemelerden yapılmıştır. Corvette, Ferrari, Avanti, Toyota ve Ford otomobil firmaları otomobillerinde kompozit malzemeler kullanıyor. Amerika uydularda ve uydu ekipmanlarında kompozit malzemeler kullanırken, NASA da araştırmalarında kompozit malzemeleri araştırıp geliştiriyor.

Kompozit malzemeler değerli özelliklerinden dolayı havacılık ve hava araçlarında giderek daha fazla kullanılmaktadır. Günümüzde avcı-bombardıman uçaklarında kompozit kullanımı uçağın toplam ağırlığının yarısını oluşturmaktadır. Bu sayede bor karbür, silisyum karbür, alüminyum karbon, cam ve kevlar elyaf kullanılarak farklı reçinelerle çeşitli kompozit malzemeler üretilir. Kompozitlerin silah imalatında kullanımı çok yaygın olmamakla birlikte 60 ve 81 mm gibi küçük çaplı, 3000 bara kadar dayanabilen havanlar üzerinde bazı çalışmalar yapılmıştır. Bu silahlar hafif olduğundan piyadelerin savaş kabiliyetini artırır. Kompozitler roket üretiminde büyük rol oynamaktadır.

Mühimmat üretiminde de kompozitler kısmen kullanılmaktadır. M19 A/T mayınının gövdesi ABS reçine ve fiberglastan, bu mayına ait küçük ve büyük belleville yayları ise fiberglas ve fenolik reçineden yapılmıştır. 155 mm ICM mühimmatının gövdesinde cam elyafı epoksi sargı vardır. Kasklarda ise Kevlar ve farklı reçineler kullanılıyor. Günümüzde zırh plakaları, kurşun geçirmez yeleklerde balistik testler için örgülü kevlardan üretilmiş kompozitler kullanılmaktadır.

2.8 Nanokompozit Karıştırma Yöntemleri

Bu bölümde tez çalışmasının asıl inceleme konusu olan karıştırma yöntemleri incelenmiştir. Literatürde kullanılan reçine, katkı maddesi ya da üretilecek ürüne bağlı olarak pek çok yöntem ve cihaz geliştirilmiştir. Yapılan incelemelerde en yaygın kullanıma sahip ve güvenilirliği pek çok çalışmada ispatlanmış başlıcaları; mekanik, kalenderleme, ekstrüzyon, gezegensel santrifüj ve ultrasonik yöntem olarak sıralanabilir (Şekil 2.6). Bu çalışmada mekanik karıştırma ve gezegensel santrifüj karıştırma yöntemi kullanılmıştır.



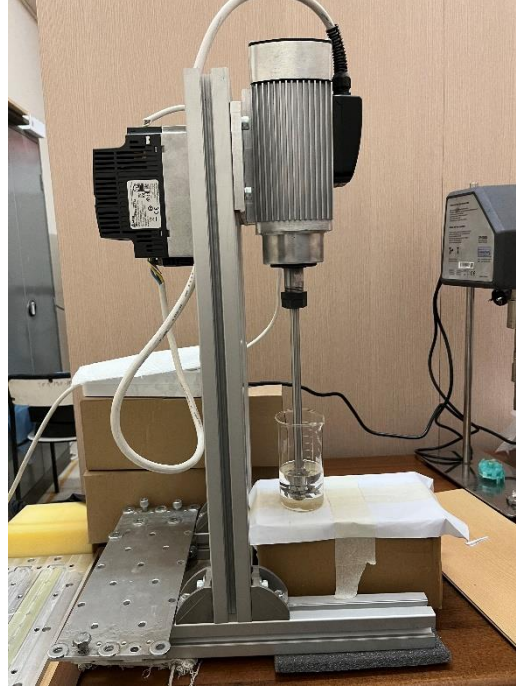
Şekil 2.6 Çeşitli karıştırma yöntemleri a- Kalenderleme makinesi ve çalışma prensibi(Gupta, 2013)
b- Ekstruder yöntemi(Ma, 2010) c-Yukarıdan aşağı, MA, GSY çalışma prensipleri(Gupta, 2013)
d-Ultrasonik karıştırma (Su banyolu ve Problu) (Ma, 2010)

2.8.1 Mekanik Karıştırma Yöntemi

Mekanik karıştırıcılar birçok alanda, laboratuvar analizlerinde sıkça kullanılan bir cihazdır. İstenildiği şekilde, karıştırma işlemi ve parçalama işlemi için kullanılabilir. Bazı kimyasal maddelerin birbirinde çözünmesi için belli sıcaklık ve belli devir sayısına ihtiyaç duyulmaktadır aksi takdirde istenilen homojen karışım sağlanmaz. Bu aşamada mekanik karıştırıcılar yüksek devir sayısında ve gücünde işlem yapabilmektedir. Bunun yanı sıra yüksek viskoziteye sahip ürünler içinde kullanılmaktadır. Buna örnek vermek gerekirse krem yapımında birçok kimyasalın parçalayıcı paslanmaz bıçaklar yardımıyla parçalanarak birbirinde çözünmesini ve karıştırılmasını sağlayarak homojen bir karışım elde edilir.

Mekanik karıştırıcılar çok yaygın kullanım alanına sahiptir. Her türlü ARGE ve kalite departmanlarında kimya, ilaç, tıp, tekstil, gıda gibi hemen hemen tüm sektörlerde aktif olarak kullanılır. Düşük gramajlı prototiplerin üretilmesinde hızlı ve pratik çözüm sunar. Devir ve tork ayarı yapılabilmesi, çok çeşitli karıştırıcı ve

parçalayıcı uçlar takılması mümkündür. Basit kullanımı ve az yer kaplaması tercih edilmesindeki önemli sebepler arasındadır. Pamukkale Üniversitesi Makine Mühendisliği bölümü laboratuvarında bulunan mekanik karıştırıcıya ait görsel Şekil 2.7’ de verilmiştir.

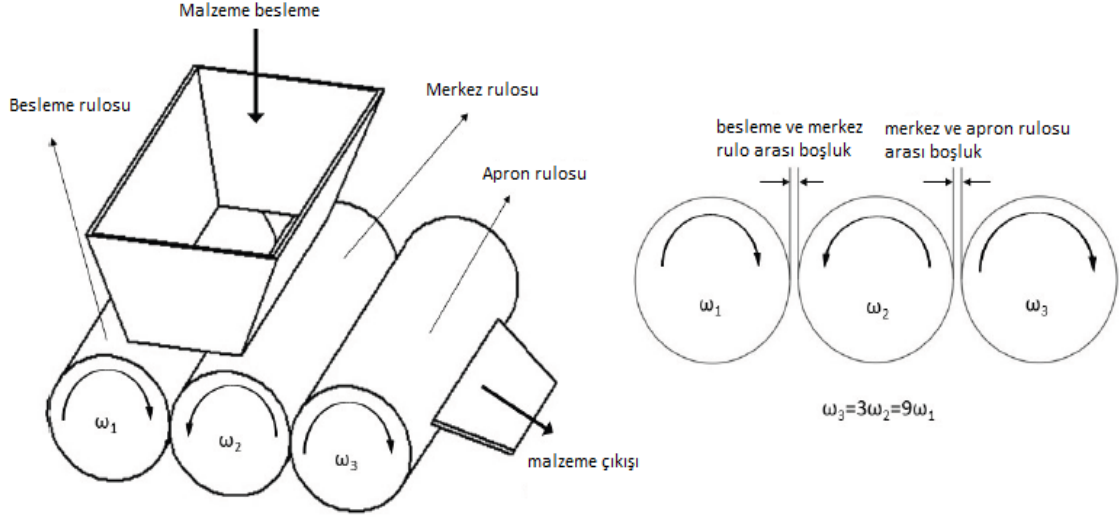


Şekil 2.7 Mekanik karıştırıcı

2.8.2 Kalenderleme Yöntemi

Bu yöntemde makine üzerinde bulunan 3 adet merdanenin, kayma gerilimi oluşturmak amacıyla farklı hızlarda ve birbirine zıt yönlerde dönmesi prensibiyle çalışır. Nanomalzemeler üretilirken istenilen mekanik özelliklere ulaşamamasının temel nedenlerinden biri, katkı maddesinin matris malzemesi içerisinde topaklaşmasıdır. Şekil 2.8’ de şematik gösterimi verilen cihaz üzerinde bulunan üç adet rulo; besleme rulosu, orta rulo ve apron rulosu olarak adlandırılmaktadır. Karışımda kullanılan nanokompozitin özelliklerine göre rulolar arası mesafeler topaklanmaları parçalayabilecek şekilde ayarlanır. Macun kıvamındaki karışım cihazın giriş haznesinden besleme rulosuna dökülür. Besleme rulosu ve orta rulo arasında giren malzeme birbirine zıt dönen rulolardaki hız farkından dolayı büyük kesme gerilmelerine maruz kalır ve topaklanmalar dağıtılır. Orta rulo ve apron rulosu

arasında daha fazla hız farkı vardır. Karışım bu rulolara ulaşarak karıştırma işlemi devam eder. Apron rulosundan toplanan malzeme karışım kalitesini artırmak için tekrar giriş haznesine dökülür ve bu işlem birkaç kez tekrarlanır.



Şekil 2.8 Kalenderleme Cihazı şematik gösterimi (Birkan 2022)

2.8.3 Ultrasonik Karıştırma Yöntemi

Katıların yüksek viskoziteli sıvılar içine karıştırılmasında kullanılan en verimli yöntemlerin başında ultrasonik yöntem gelir. Ultrasonik kavitasyon, topaklanmaları parçalayan yüksek kesme kuvvetleri oluşturan ses dalgaları oluşturur. ARGE ve endüstriyel üretimlerde mikro ve nano boyutlu dispersiyonların üretilmesi için idealdir. Tozların sıvılara karıştırılması, boya, mürekkep, kozmetik, hidrojel gibi çeşitli üretimlerin formülasyonunda yaygın kullanımı vardır.

Çözelti içindeki her bir parçacık vander waals kuvvetleri ve sıvı yüzey gerilimleri gibi çeşitli fiziksel ve kimyasal nitelikli çekim kuvvetleri tarafından bir arada tutulur. Yüksek frekanslı ses dalgaları sıvı ortamda ilerlerken hızla genişleyen ve aynı şiddetle çökelen kabarcıklar oluşturur. Bu olaya ultrasonik kavitasyon denir. Sıvı içinde oluşan şok dalgaları nano partiküller arasındaki çekim kuvvetlerini parçalayabilecek büyüklüktedir.

Genel olarak bir ultrasonik karıştırma cihazı Şekil 2.9’ da görüldüğü gibi kontrol ünitesine ve buna bağlı bir karıştırma probundan oluşur. Kontrol ünitesinden karıştırma için istenilen frekans değeri ve çalışma şekli seçilir. Cihazın çalışma şekline ve karıştırılacak numunenin hacmine bağlı olarak probun dalma derinliği ayarlanır, cihaz çalıştırılarak karıştırma işlemi başlatılır.



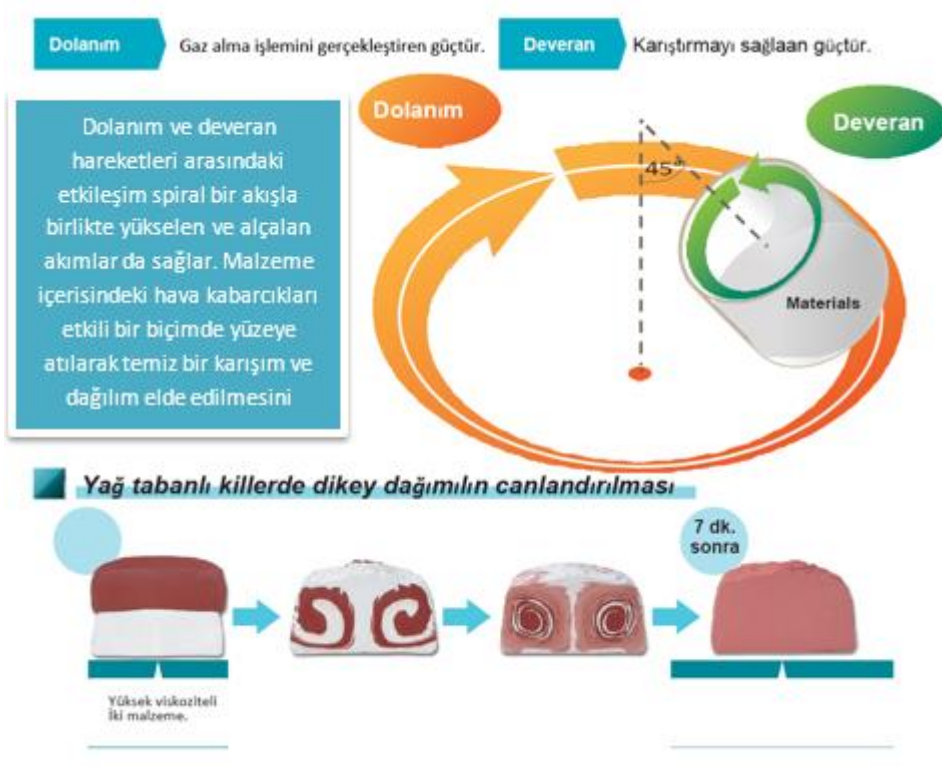
Şekil 2.9 Ultrasonik karıştırma cihazı (sonics.com)

2.8.4 Gezegensel Santrifüj Karıştırma Yöntemi

Bu yöntemde karıştırıcı bıçakları kullanmadan malzemeleri döndürme kuvvetinin etkisi ile karıştırma sağlanır. Aynı zamanda malzeme içine biriken gazların atılması da gerçekleştirilir. Şekil 2.10’ da genel çalışma prensibi verilen cihazda bunları sağlamak için 3 önemli faktör belirtilmiştir. Bunlar; devir, döndürme ve açıdır. Devir; merkez kaç kuvveti ile kap içindeki malzemeyi merkezden uzaklaştırır. Döndürme; kaba verilen dönme hareketi ile malzemenin akmasına sebep olur. Açı; dönme eksenindeki eğiklik malzemenin üç boyutlu akış yapmasını sağlar.

Çalışma esnasında sıvı yüzeyi ile kap duvarları arasında ani akış hızı değişimi olur, bu da karmaşık akışa ve güçlü kesme kuvvetinin oluşmasını sağlar. Bu kesme

kuvveti damlacıkları ve partikülleri küçültür ve dağılmasını sağlar. Aynı zamanda hava kabarcıklarını parçalayarak malzeme içerisinden atılmasını kolaylaştırır.

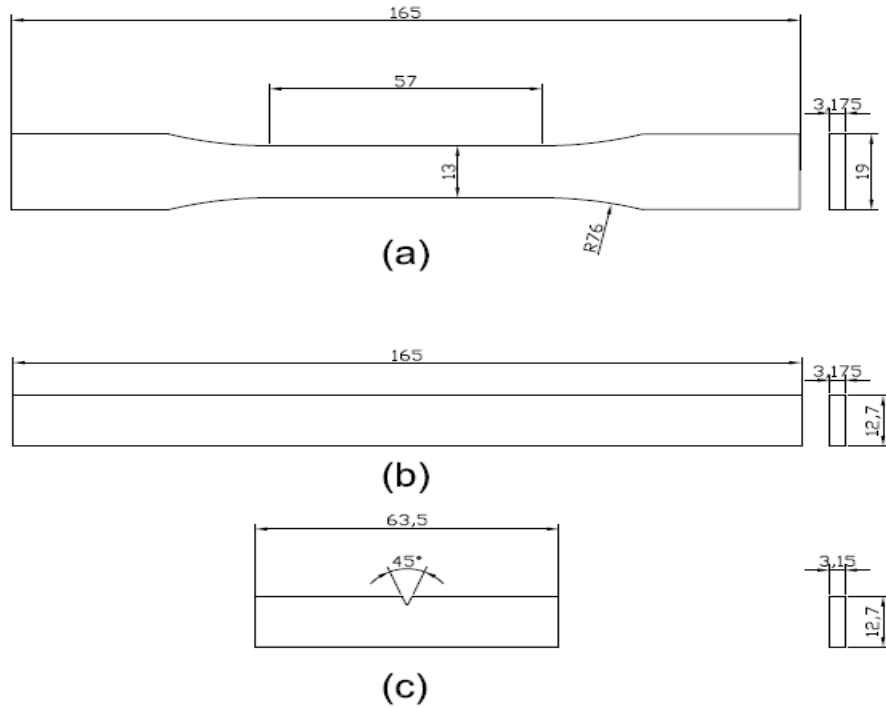


Şekil 2.10 Gezegenel santrifüj karıştırma yöntemi (<https://www.thinkymixer.com/en-gl/>)

Bu cihazlarda atmosferik ve vakum tipi olarak iki farklı gaz alma işlemi uygulanabilmektedir. Karıştırma esnasında malzeme içine giren gazların atılması için amaca ve kullanım alanına göre bu iki tipten biri seçilebilir. Atmosferik tipi cihazlarda gözle görülebilen gaz kabarcıkları malzeme içerisinden uzaklaştırılabilir. Vakum tipi cihazlarda gözle görülemeyen mikron boyutlu gaz kabarcıklarının atılması mümkündür. Geleneksel olarak karıştırma işlemin ardından gaz alma işlemi desikatör vb. cihazlar ile gerçekleştirilir ve bu da uzun zaman alan bir yöntemdir. Gezegenel santrifüj karıştırıcılarda taşma sorunu yaşanmadan karıştırma işlemi esnasında gaz alma işlemi yapılabilir bu da zamandan büyük kazanım sağlar.

3. MATERYAL VE YÖNTEM

NanoKil, halloysit ve WC nanopartikülleri, ağırlıkça %1, %2, %3, %4, %5 oranlarında reçine içerisine katılıp farklı yöntemler ile karıştırılacaktır. İdeal karışımlara ulaşıldıktan sonra, ASTM D638, D790 ve D256 standartlarına uygun şekillerde hazırlanan kalıpların içerisine dökülerek deney numuneleri (Dog Bone, Dikdörtgen kesitli vs.) üretilmiştir (Şekil 3.1). Burada malzeme içeriği ile ilgili göz önünde bulundurulacak parametreler; kullanılan parçacıkların türü, büyüklüğü, yüzey işlemleri (fiziksel veya kimyasal), karışımın toplam miktarı ve karışım yüzdeleri olarak sayılabilir. Karışım yöntemlerinde göz önünde bulundurulacak parametreler ise; mekanik karıştırma yönteminde devir sayısı ve karıştırma süresi, gezegensel santrifüj yönteminde ise yine aynı şekilde devir sayısı ve toplam sürenin yanı sıra dolanım ve deveren devirleri parametre olarak göz önüne alınacaktır.



Şekil 3.1 Deney numuneleri; a- ASTM D638 Tip 1 Çekme deneyi numunesi, b- ASTM D790 Eğilme deneyi numunesi, c- ASTM D256 İzod çentik darbe deneyi numunesi

Hazırlanan nanokompozitlerin mekanik özelliklerini tespit etmek için, Pamukkale Üniversitesi makine mühendisliği bölüm laboratuvarında bulunan izod darbe ve çekme deney cihazlarında testleri yapılmıştır. Elde edilen deney sonuçları

yorumlanarak, sonuçlar literatür bilgilerinin de ışığında karşılaştırılarak rapor edilmiştir.

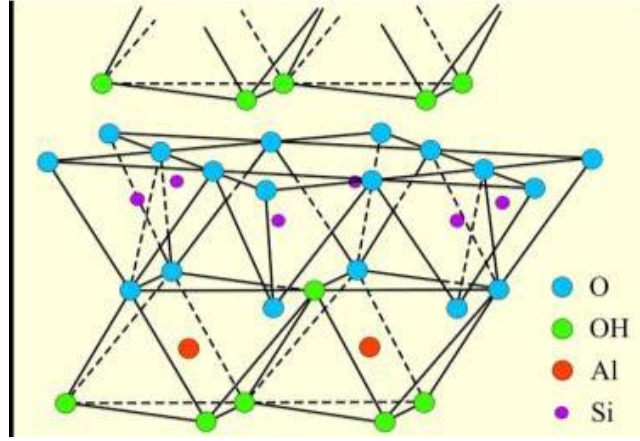
3.1 Deney Malzemeleri

3.1.1 Reçine

Bu çalışmada reçine olarak Hexion MGS İnfüzyon Epoksi Seti RIM135/RIMH135 tercih edilmiştir. Bunun nedeni piyasada kolay bulunabilen ve görece düşük maliyetli olmasıdır. İçine karıştırılacak katkı maddeleri ile mekanik özellikleri artırılarak yüksek maliyetli ama yüksek dayanımlı epoksi reçinelere muadil mekanik değerlerde ve daha düşük maliyetli malzeme ortaya çıkması amaçlanmıştır

3.1.2 Halloysite(HNT)

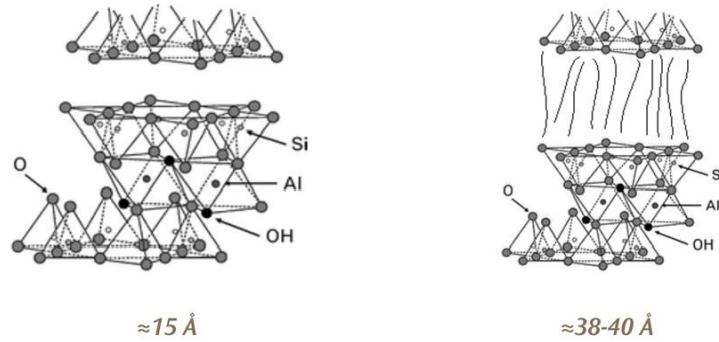
Katkı maddesi olarak seçilen maddelerden biri olan Halloysit(HNT) Al, Si, H ve O'den oluşmuş çift tabakalı, nanotübüler yapıda bir kil mineralidir(Şekil 3.2). Kimyasal formülü $Al_2Si_2O_5(OH)_4$, tabakalar arası mesafe, ortalama nanotüp uzunluğu 1.2 mikron, ortalama iç çap 20 nm, dış çap 40 nm'dir. İç(Al-OH) ve dış yüzey(Si-O) farklı iyonik yapılara sahiptir ve bu nedenle farklı yüzey modifikasyonlarına olanak sağlar. Endüstride polimer katkı maddesi olarak, ilaç ve kozmetik sektöründe akıllı salım sistemlerinde tarım sektöründe toprak besleyici olarak kullanılmaktadır. Nano teknoloji alanında yaygın bir kullanımı olsa da bu çalışmaya benzer konularda örnek kullanımı çok kısıtlı olmasından dolayı bu konuda kullanımın uygun olup olmadığı hakkında detaylı bilginin elde edilmesi amacı ile seçilmiştir.



Şekil 3.2 HNT iç yapı temsili gösterimi (<http://www.esan.com.tr>)

3.1.3 Nanokil

Bir diğer katkı maddesi Nanokil endüstriyel uygulamalarda sıklıkla kullanılması, düşük maliyetli ve kolay ulaşılabilir olmasından dolayı çalışmalarda kullanılması tercih edilmiştir. Montmorillonit killerin tabakalı yapısından dolayı yüzey özelliklerinin modifikasyonu sağlanabilmektedir. Montmorillonitik killerin başlangıç tabakalar arası mesafe değerleri 2 kat artırılmıştır (Şekil 3.3). Bu sayede kilin polimer ana yapıda homojen olarak dağılmasını sağlamıştır. Kullanılan NanoKil mekanik mukavemet, gaz geçirgenlik, alev geciktiricilik gibi özelliklerde iyileşmeler sağlamaktadır. Kullanılan malzeme yerli üretici olan Eczacıbaşı Esan firması tarafından ücretsiz olarak temin edilmiştir.



Şekil 3.3 NanoKil tabakalar arası mesafenin artırılması (<http://www.esan.com.tr>)

3.1.4 Tungsten Karbür(WC)

Kullanılan diğer katkı maddesi Tungsten karbür(WC) %99,99 saflıkta 55nm tanecik boyutunda temin edilmiştir. 15,7 g/cm³ özgül ağırlığı ile diğer nanopartiküllere oranla oldukça ağırdır. Nanoparçacıklar sert, korozyona ve suya dayanıklı bir malzemedir. Kesici takımlar, madencilik ekipmanları, zırh delici mermiler gibi yüksek aşınma dayanımı ve sertlik aranan ekipmanlarda kullanımı yaygındır

3.2 Nanokompozitlerin Üretilmesi

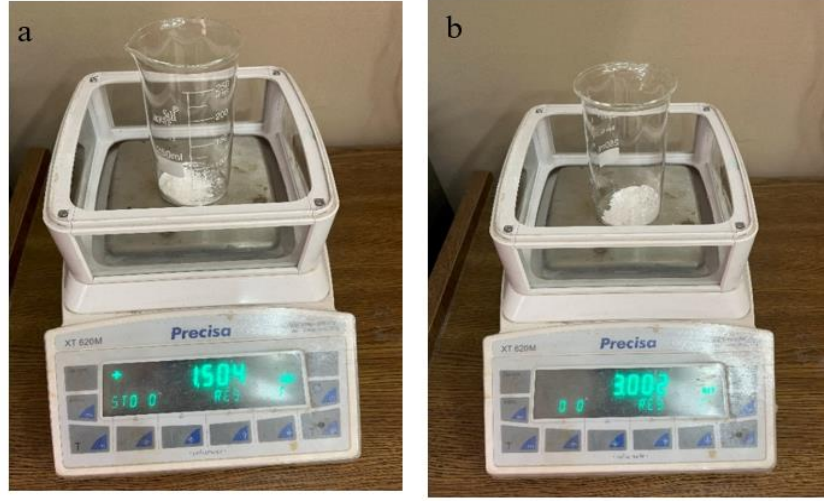
Tablo 1' de verildiği gibi her bir katkı maddesi (HNT, NanoKil, WC) için belirtilen yüzdelerde ayrı ayrı numuneler hazırlanmıştır. Her bir karıştırma yöntemi için 15 adet farklı numune elde edilmiştir. 2 farklı karıştırma yöntemi kıyaslandığı için toplam 30 adet numune hazırlanmıştır.

Tablo 3.1 Numune ağırlıkca % katkı oranları

	Mekanik	Santrifüj	Epoksi (g)	Hızlandırıcı (g)	Partikül (g)
%1	1 Ad.	1 Ad.	120	30	1,5
%2	1 Ad.	1 Ad.	120	30	3
%3	1 Ad.	1 Ad.	120	30	4,5
%4	1 Ad.	1 Ad.	120	30	6
%5	1 Ad.	1 Ad.	120	30	7,5

Yapmayı planladığımız deneyler için hazırlanan kalıplara uygun miktarda epoksi miktarı, yaklaşık olarak 150 g olarak hesaplanmıştır. Bu değere göre her bir deney türünde (çekme, eğilme, darbe) kullanılmak üzere kullanılacak epoksi reçine ve katkı oranlarına göre nanopartikül miktarları Tablo 1 de verilmiştir. Nanopartikül ve reçine karışımı hazırlanmasında Pamukkale Üniversitesi makine mühendisliği bölüm laboratuvarında bulunan 0.001 g hassasiyette Precisa marka hassas terazi kullanılmıştır. Her bir numune hazırlanmaya başlandığında Pamukkale Üniversitesi

laboratuvarında bulunan hassas terazi (Şekil 3.4) yardımı ile % katkı oranı göre istenilen gramajda katkı maddesi tartılır.



Şekil 3.4 Deney numuneleri; a- %1 HNT, b- %2 HNT

Beher tartının üzerinden alınmadan tartı sıfırlanır ve 120gram epoksi reçine eklenir (Şekil 3.5). Bu noktaya kadar olan işlemler her iki karıştırma yöntemi için aynı şekilde uygulanmıştır.



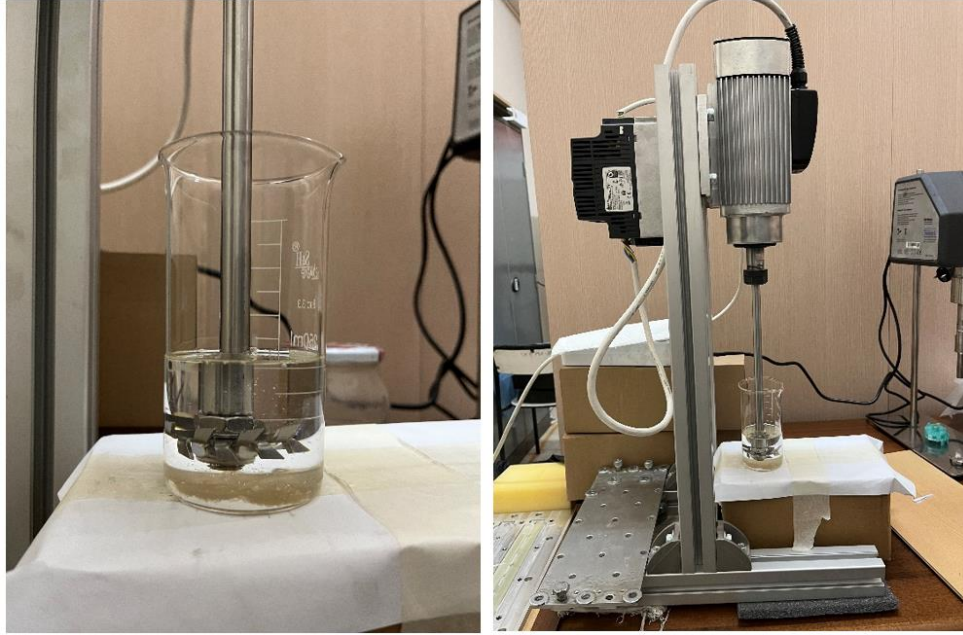
Şekil 3.5 Katkı maddesinin üzerine epoksi reçine eklenmesi

3.2.1 Mekanik Karıştırma Yöntemi İle Nanokompozit Üretimi

İlk karıştırma yöntemi olan mekanik karıştırıcıda yaklaşık 4000min^{-1} hızda 30 dakika boyunca karıştırılır. Karışım esnasında beher çapına uygun olarak seçilen topaklanmayı önleyici ve yüksek verimli karıştırma için özel olarak tasarlanan dispersiyon karıştırma bıçağı kullanılmıştır (Şekil 3.6).



Şekil 3.6 Dispersiyon bıçağı



Şekil 3.7 Mekanik karıştırma cihazı

3.2.2 Gezegenel Santrifüj Yöntemi ile Nanokompozit Üretimi

Çalışmada kullanılan diğer karıştırma yöntemi gezegenel santrifüj karıştırma yöntemidir. Bu yöntemi kullanmak için tarafımızca tasarlanarak bir cihaz üretilmiştir. Pamukkale Üniversitesi BAP birimi tarafından desteklenen 2022FEBE044 numaralı tez projesi kapsamında finanse edilen gezegenel santrifüj karıştırma cihazı Pamukkale Üniversitesi Makine Mühendisliği bölüm laboratuvarında bulunmaktadır. (Şekil 3.8)



Şekil 3.8 Gezegenel santrifüj makinası

Bu makinede beherleri tutan ana tabla ve beheri ana tablanın tersi yönde döndüren iki farklı hareket mevcuttur. Ana tablanın dönüşü karışım içindeki havanın atılmasına yardımcı olur iken beherlerin döndürülmesi asıl karıştırma işini yapar. Çalışmada ana tabla 725min^{-1} , beher 1100min^{-1} hızlarda 10 dakika boyunca karıştırma yapılmıştır.



Şekil 3.9 Gezegenel santrifuj makinesi iç görünümü

Karışım işlemlerinden sonra uygulanan süreç her iki karıştırma yöntemi için aynı şekilde devam etmiştir.

Karışım hazırlandıktan sonra hızlandırıcıyı eklemek için beher tartıya konulur, 30g hızlandırıcı eklenir. Cam çubuk yardımı ile 10 dakika karıştırılan numune gaz alma işlemi için vakum cihazına yerleştirilir. 1atm vakum altında en az 15 dakika olacak şekilde karışım üzerindeki hava kabarcıkları tamamen yok olana kadar gaz alma işlemi devam ettirilir. Bu aşamada hızlandırıcı katıldıktan sonra kalıba dökülme aşamasına kadar yapılan işlemlerin toplam 1 saati geçmemesine dikkat edilmiştir. Aksi halde karışım kürlenmeye başladığı için akışkanlığını kaybederek kalıba dökülmesi zorlaşmakta ve numunenin kaybedilmesine neden olmaktadır.



Şekil 3.10 Vakum Cihazı

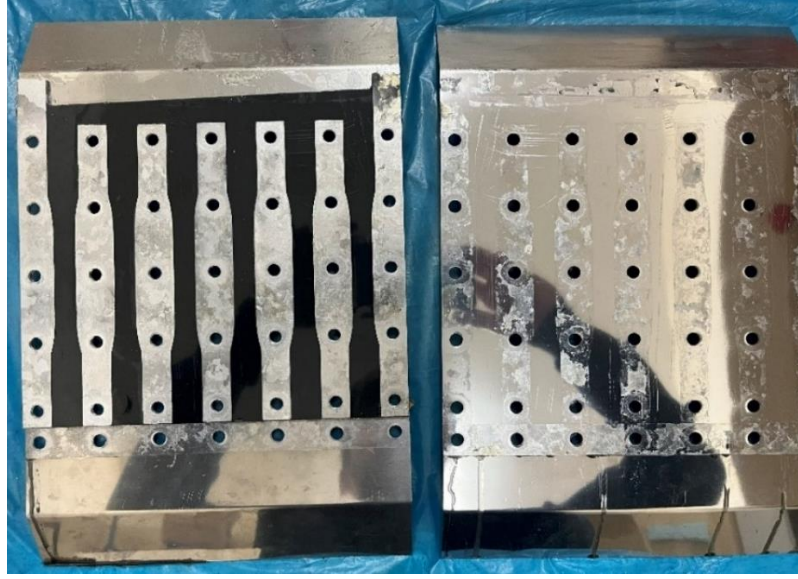
Hazırlanan karışımlar ASTM D638 Tip 1 Çekme deneyi numunesi, ASTM D790 Eğilme deneyi numunesi, ASTM D256 İzod çentik darbe deney numunesi standartlarına uygun tasarımda hazırlanan kalıplara dikey döküm yöntemi ile dökülmüştür. Bu yöntemin tercih edilme sebebi işleme ve üretim maliyetinin yatay döküm tipi kalıplara göre daha düşük olması ve kalıptan çıkarma işleminin daha kolay yapılabilmesidir. Döküm işleminden önce kalıp yüzeylerine kalıp ayırıcı macun uygulanmıştır.



Şekil 3.11 Dikey döküm yöntemi ile kalıpların doldurulması

Hazırlanan kalıplar reçine üreticisinin sağladığı kürleme yöntemine göre 50°C sıcaklıkta 1 saat, 80°C sıcaklıkta 2 saat ve 125°C sıcaklıkta 3 saat olacak şekilde toplam 6 saat fırınlama işlemi yapılmış, kürlenme süreci tamamlanmıştır.

Oda sıcaklığına gelen kalıplar sökülerek numuneler çıkartılmış, numaralandırılmış ve yapılacak testler için hazır hale getirilmiştir.



Şekil 3.12 Çekme Numunesi kalıptan çıkarılması



Şekil 3.13 Çekme numuneleri kalıptan çıkarılmış hali

3.3 Mukavemet Testleri

Düzenli bir şekilde kalıplardan çıkarılan numuneler testlerin yapılabilmesi için temizlenmiş, parçalara ayrılmış ve kürlenmenin tamamlanması için en az 1 hafta oda koşullarında düz bir zeminde bekletilmiştir. Teste hazır hale gelen numuneler Şekil 3.14’ de gösterilmiştir.



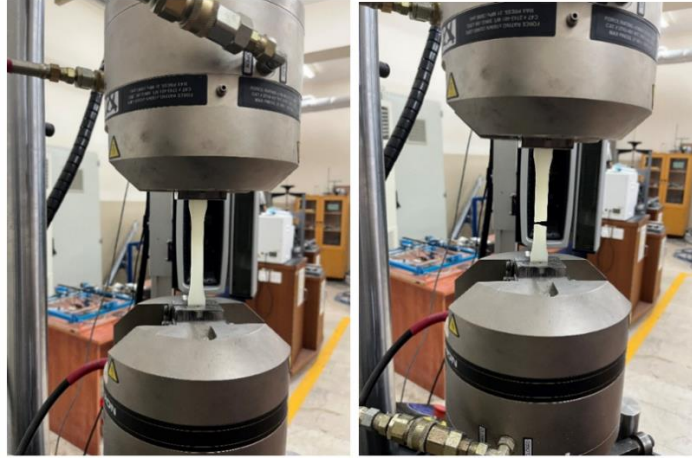
Şekil 3.14 GSY' de hazırlanmış Çekme deneyi numuneleri

3.3.1 Çekme Testi

Test için Pamukkale Üniversitesi laboratuvarında bulunan Instron 8801 model 50 kN etkili çekme-eğilme test cihazı kullanılmıştır. Standartlara uygun olarak yerleştirilen test numunesi 5 min^{-1} çekme hızında teste tabi tutulmuştur.



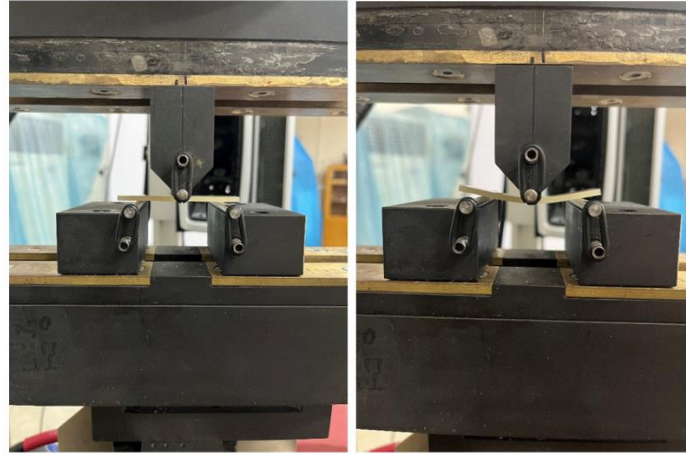
Şekil 3.15 Instron 8801 çekme-eğilme test cihazı



Şekil 3.16 Çekme Testi

3.3.2 Eğilme Testi

Test için Pamukkale Üniversitesi laboratuvarında bulunan Instron 8801 model 50 kN etkili çekme-eğilme test cihazı kullanılmıştır. Standartlara uygun olarak yerleştirilen test numunesi 2 min^{-1} eğilme hızında, %5 şekil değişimine ulaşana kadar teste tabi tutulmuştur.



Şekil 3.17 Eğilme testi

3.3.3 İzod Darbe Testi

Kullanılan karıştırma yöntemleri ve % katkı oranı etkilerinin daha detaylı mukayese edebilmek için izod darbe testi de uygulanmıştır. Test için Pamukkale

Üniversitesi laboratuvarında bulunan CEAST ResilImpactor marka izod darbe test cihazı kullanılmıştır. Cihazın çekici üzerinde 7.5 J kuvvet oluşturacak şekilde ağırlık bağlanmıştır. Numuneler düşük darbe enerjilerinde kırılma gösterdiği için üzerine çentik açılmamıştır. Çekiç düşme açısı standart olarak 150° ayarlanmış ve testler gerçekleştirilmiştir.

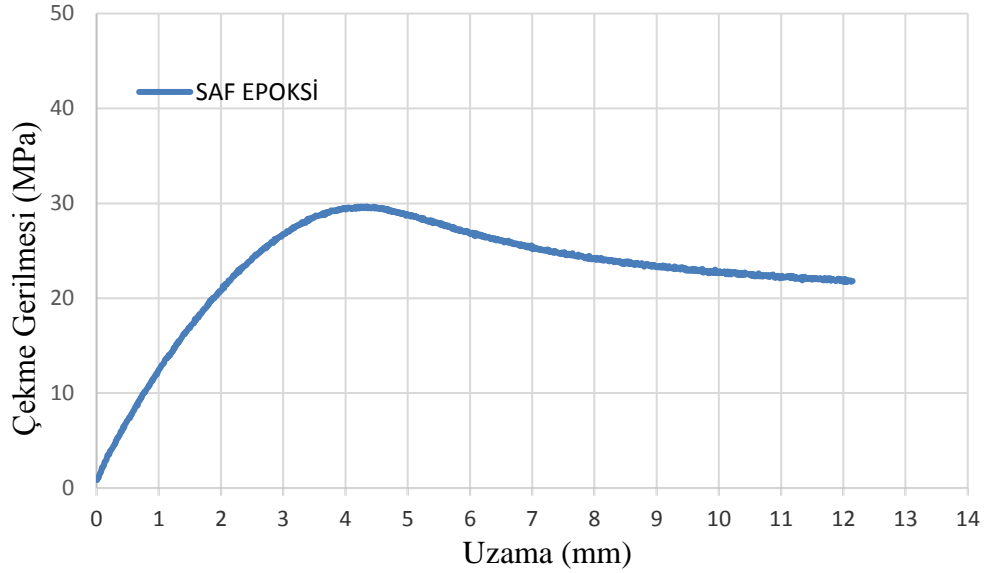


Şekil 3.18 Ceast Resilimpactor izod darbe test cihazı

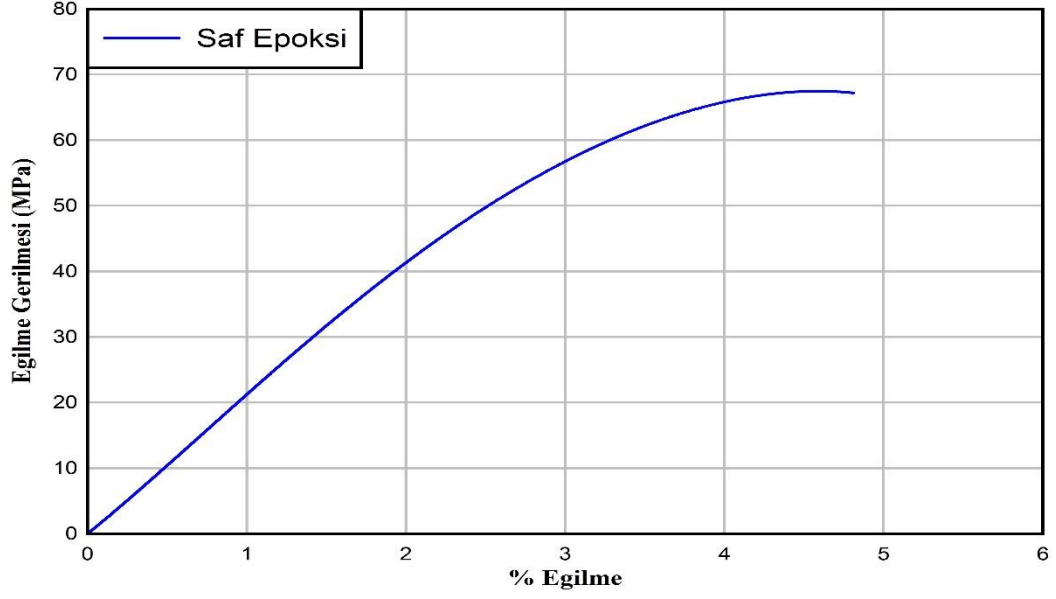
4. BULGULAR

Elde edilen sonuçların anlaşılır şekilde okunabilmesi ve karşılaştırma sağlanabilmesi için her bir karışım yüzdesinde yapılan testlerin ortalaması alınmış ve tablo haline getirilmiştir. Ayrıca her bir numunenin ayrı ayrı test sonuçları da hazırlanmıştır.

Sonuçları yorumlayabilmek için katkı maddesi eklenmeden saf epoksiden numune hazırlanıp testleri yapılmış ve diğer katkı maddesi ile hazırlanan numunelerin sonuçları buna göre yorumlanmıştır. Saf epoksi çekme dayanımı 26,50 MPa, eğilme dayanımı 71,73 MPa ve izod darbe test sonucunda kırılma dayanımı 30,31 MPa olarak bulunmuştur. Şekil 4.1 ve Şekil 4.2’de sonuç grafikleri verilmiştir.



Şekil 4.1 Saf epoksi çekme diyagramı



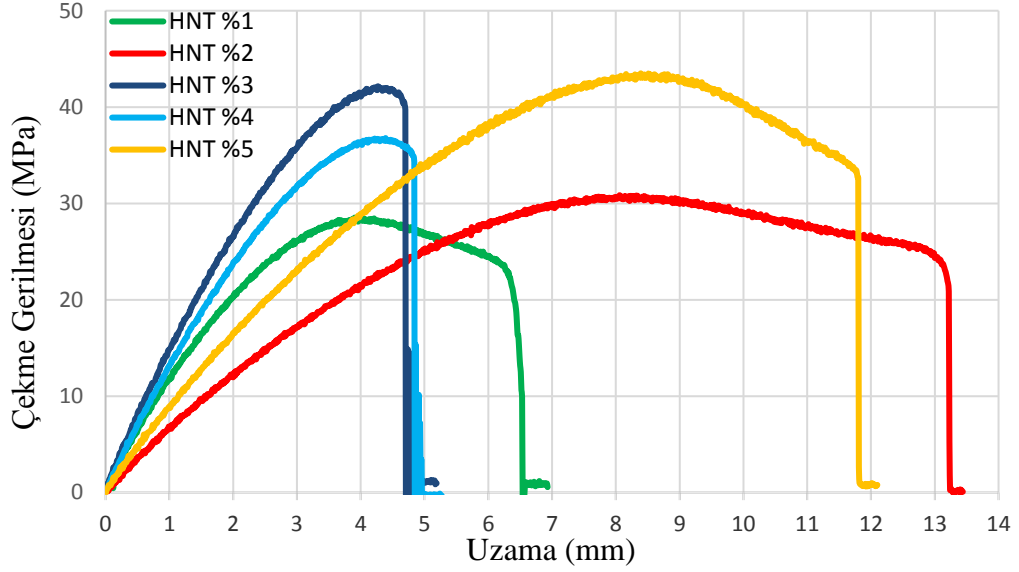
Şekil 4.2 Saf epoksi eğilme diyagramı

4.1 Mekanik Karıştırma Yöntemi Test Sonuçları

4.1.1 Çekme Testi Sonuçları

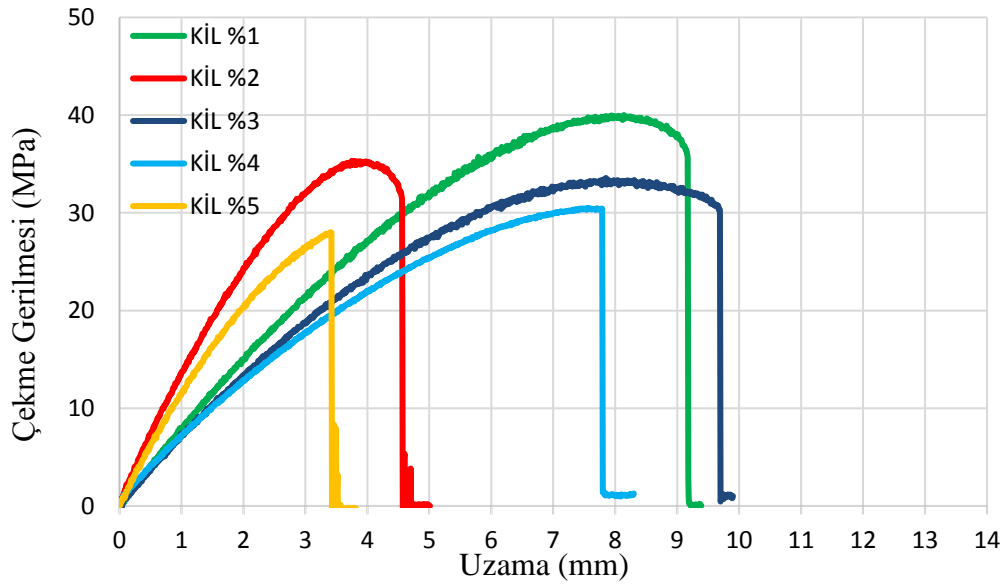
Sonuçlar incelendiğinde HNT katkı maddesi saf epoksiye göre çekme dayanımında %58 artış ile değerlerde gözle görülür bir artış sağlamıştır. Kil, tam tersi etki göstererek mekanik değerlerde azalmalara neden olmuştur. Bunun sebebi hacimsel olarak çok fazla karışıma eklenmiş olması düşünülmektedir. %1 katkı oranının altındaki değerlerde göstereceği performansın incelenmesi önerilir. Tungsten karbür iyileşme gösteren bir diğer katkı maddesi olmuştur. Kalıba dökümden önce beherde çökelmeler görülse de malzeme mukavemet değerlerinde %38 e varan artışlar sağlanabilmiştir

Daha detaylı analiz için numunelerin çekme diyagramları her bir katkı maddesi için ayrı ayrı Şekil 4.3, 4.4 ve Şekil 4.5' de verilmiştir.



Şekil 4.3 Mekanik karıştırma ile hazırlanan HNT katkılı numunelerin çekme diyagramı

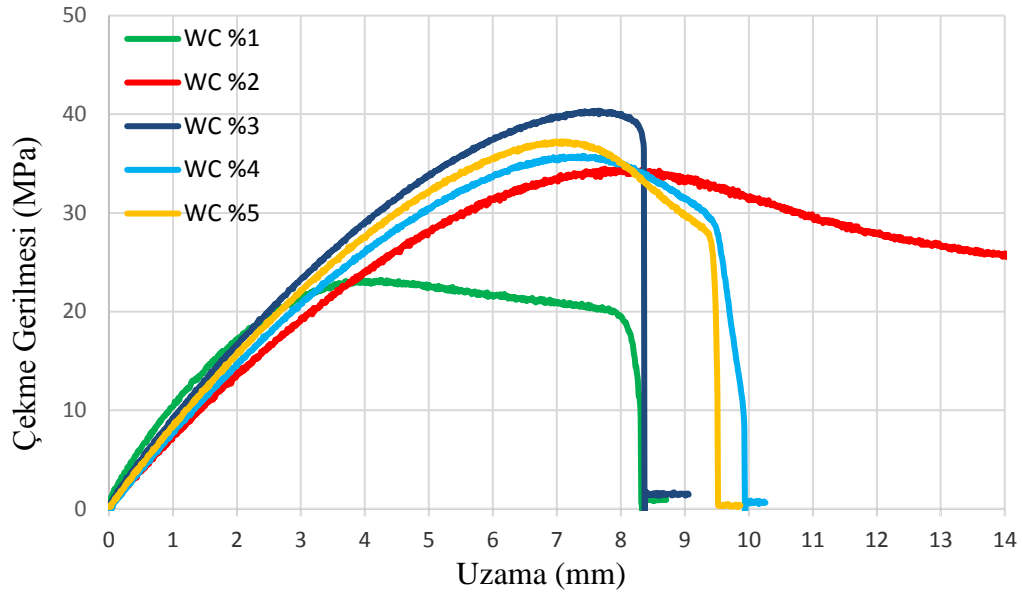
Diyagram incelendiğinde maksimum çekme gerilmesinde sürekli artış görülmüştür. Malzeme genelinde sünek kırılma görülmüş, %3 ve %4 katkılı numunelerde görülen ani kırılmalar iç yapıda kalan hava kabarcıkları gibi hatalardan kaynaklandığı kırılma noktalarında görülmüştür.



Şekil 4.4 Mekanik karıştırma ile hazırlanan Kıl katkılı numunelerin çekme diyagramı

Şekil 4.4 incelendiğinde Kıl katkı maddesinin malzeme üzerinde olumsuz bir etkiye neden olduğu görülmüştür. Maksimum çekme gerilmeleri % katkı oranı arttıkça düşmüştür. Malzemede sünme görülmemiş ani kırılmalar oluşmuştur. Bu da

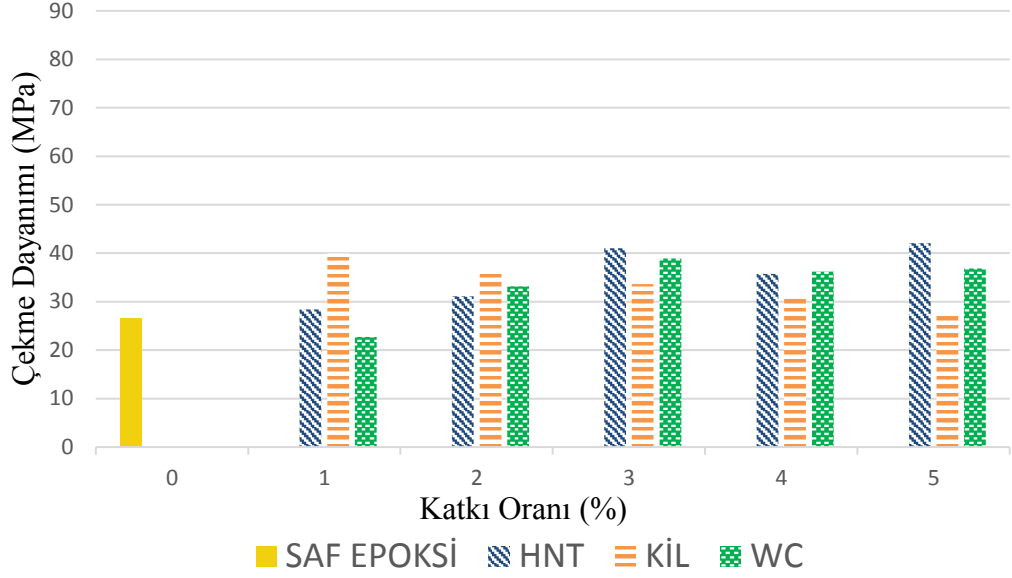
köpürmenin engellenememesi ve nanopartikül yoğunluğunun çok fazla olmasından kaynaklı olduğu düşünülmüştür.



Şekil 4.5 Mekanik karıştırma ile hazırlanan WC katkılı numunelerin çekme diyagramı

Tungsten karbürün de mukavemet değerlerinde iyileşme sağladığı sonuçlarda anlaşılmaktadır. Şekil 4.5’ de görüldüğü gibi maksimum çekme gerilmesinde belirgin artışlar sağlamıştır. Aynı zamanda malzemeye bir miktar süneklik kazandırmıştır. Ani kırılmalar yerine uzun plastik şekil değişimleri ölçülmüştür.

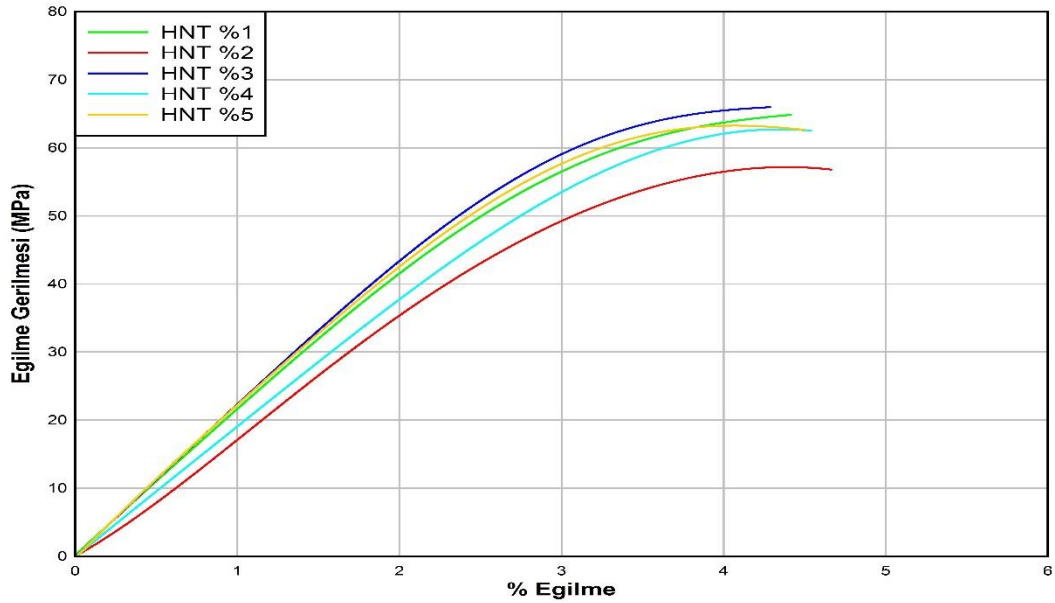
Her bir katkı maddesinden 5 farklı karışım yüzdesinde mekanik karıştırma yöntemi ile hazırlanan numunelerin her biri için 5 çekme testi yapılmıştır. Çıkan sonuçların ortalaması alınarak elde edilen değerler Şekil 4.6’ de gösterilmiştir.



Şekil 4.6 Mekanik karıştırma ile hazırlanan numunelerin çekme deneyi sonuçları

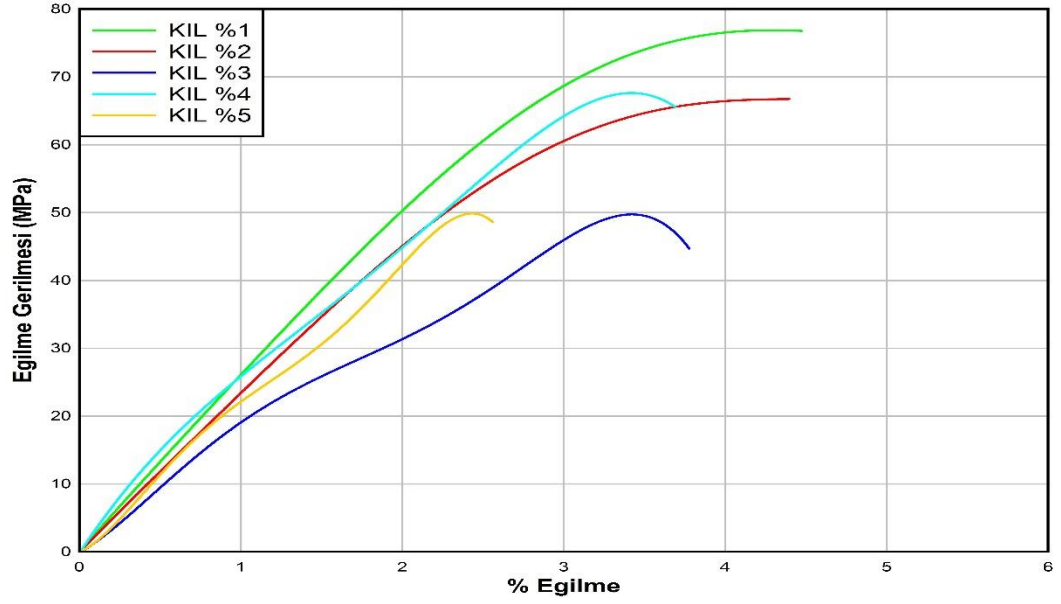
4.1.2 Eğilme Testi Sonuçları

Eğilme testleri de çekme testleri ile benzer sonuçlar göstermiştir. Halloysite giderek artan bir iyileşme göstermiştir. Kil katkı maddesi değerlerde azalma gösterse de %1 ve %2 katkılarda en iyi dayanımı sağlamıştır. Tungsten karbür en iyi dayanımını %2 katkı oranında göstermiş daha sonra düşerek sabit bir değerde kalmıştır.



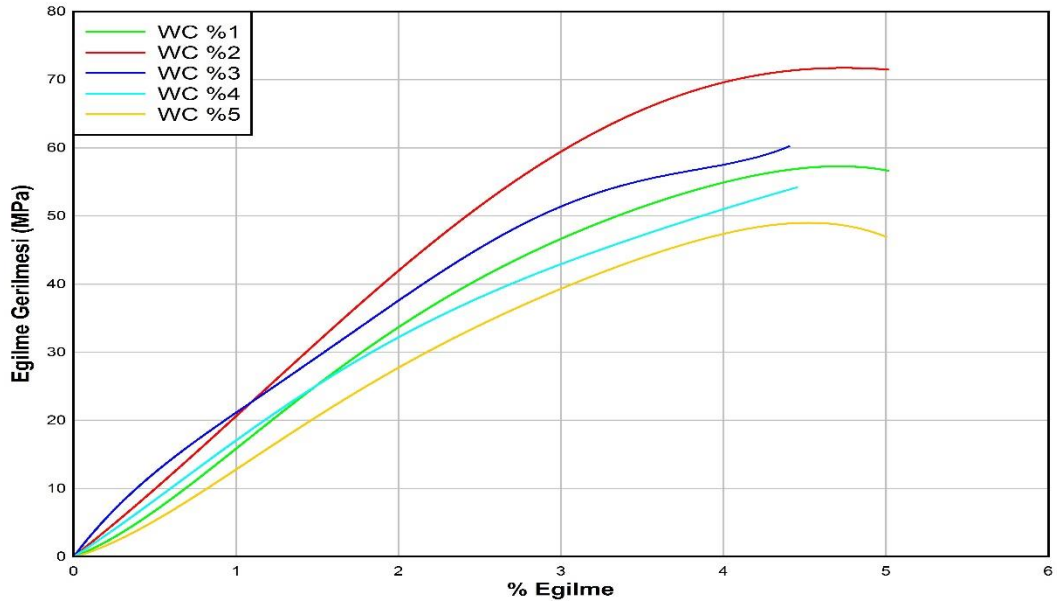
Şekil 4.7 Mekanik karıştırma ile hazırlanan HNT katkılı numunelerin eğilme diyagramı

Şekil 4.7' de görüldüğü gibi Halloysite eğilme dayanımı değişen katkı oranlarına göre önemli bir değişiklik göstermemiştir.



Şekil 4.8 Mekanik karıştırma ile hazırlanan Kil katkılı numunelerin eğilme diyagramı

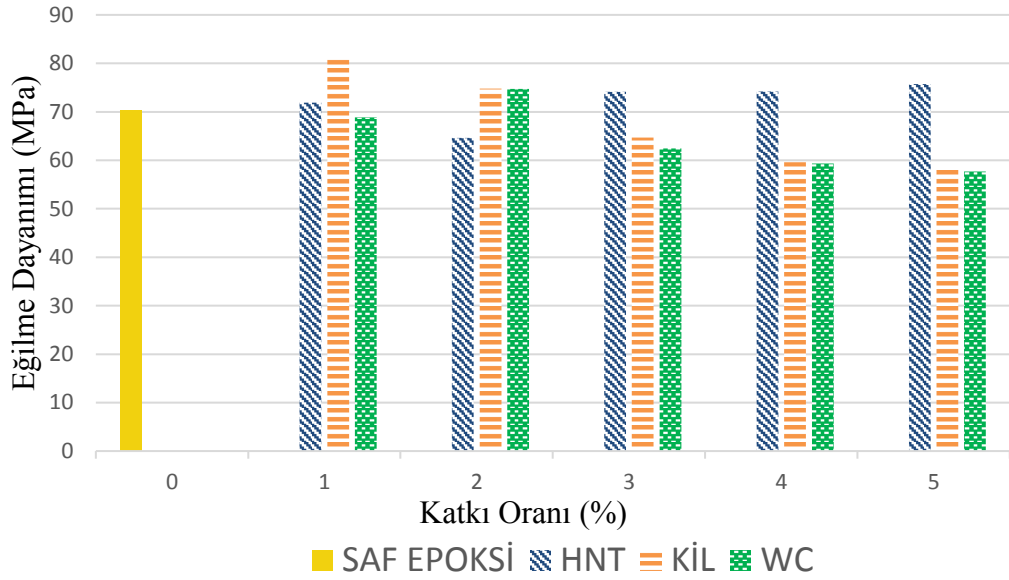
Şekil 4.8' de verilen eğilme deneyi sonuçlarında eğilme dayanımında azalmalar olduğu görülmüştür. Kilin malzemeyi kırılgan hale getirdiği de açıkça anlaşılmaktadır. Numunelerde %5 eğilme değerine ulaşamadan kırılmalar yaşanmıştır.



Şekil 4.9 Mekanik karıştırma ile hazırlanan WC katkılı numunelerin eğilme diyagramı

Tungsten karbür malzemeye dayanım ve süneklik kazandırdığı grafikten anlaşılmaktadır. Eğilme mukavemeti artarken herhangi bir kırılma görülmemiştir.

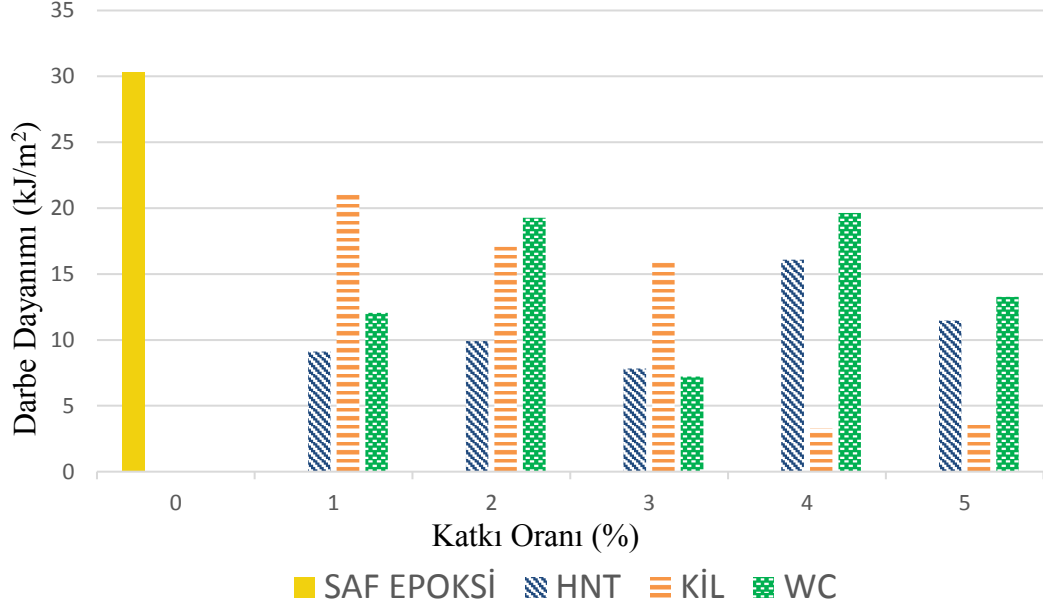
Her bir katkı maddesinden 5 farklı katkı oranında mekanik karıştırma yöntemi ile hazırlanan numunelerin her biri için 5 eğilme testi yapılmıştır. Çıkan sonuçların ortalaması alınarak elde edilen değerler tablo haline getirilmiş ve Şekil 4.10' da gösterilmiştir.



Şekil 4.10 Mekanik karıştırma ile hazırlanan numunelerin eğilme testi sonuçları

4.1.3 İzod Darbe Testi Sonuçları

Her bir katkı maddesinden 5 farklı karışım yüzdesinde mekanik karıştırma yöntemi ile hazırlanan numunelerin her biri için 5 izod darbe testi yapılmıştır. Çıkan sonuçların ortalaması alınarak elde edilen değerler tablo haline getirilmiş ve Şekil 4.11' da gösterilmiştir.



Şekil 4.11 Mekanik karıştırma ile hazırlanan numunelerin İzod darbe testi sonuçları

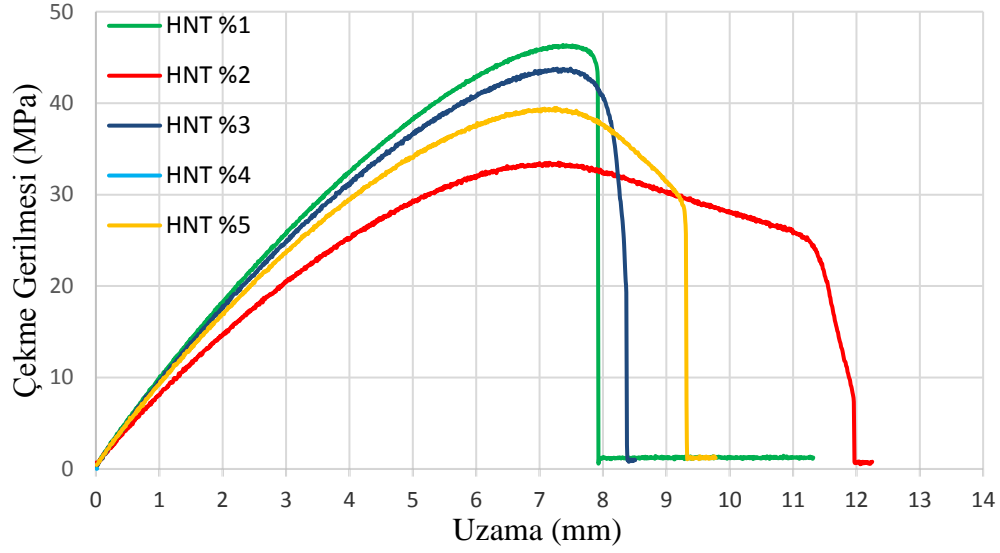
İzod darbe kırılma enerjisi mühendislik hesaplamalarında kullanılmasa da seçilen malzemelerde seçim yapmak için karşılaştırma parametresi olarak kullanılır. Yapılan testlerde hiçbir katkı maddesinin saf epoksinin gösterdiği değere yaklaşmadığı görülmektedir. Epoksiye eklenen katkı maddeleri malzeme içinde sanki dislokasyon yoğunluğu oluşturmuş gibi davranış göstermiş ve malzemenin daha düşük darbe enerjilerinde kırılmasına neden olmuştur. Çekme eğilme gibi özelliklerde iyileşmeler görülse de ani yüklemeler ve darbelere karşı iyileşme sağlanamadığı anlaşılmıştır.

4.2 Gezegenel Santrifüj Yöntemi Test Sonuçları

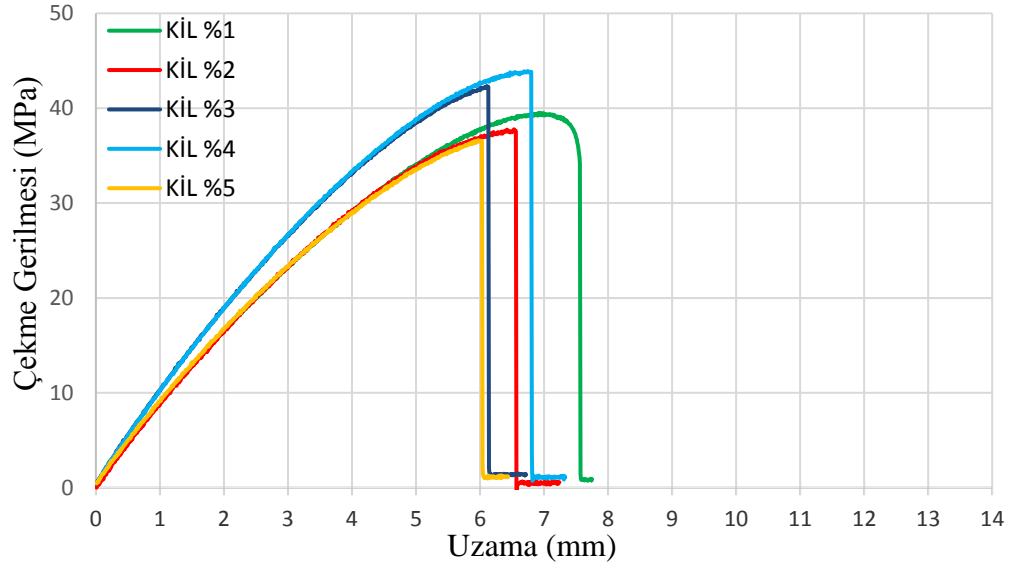
4.2.1 Çekme Testi Sonuçları

GSY ile üretilen numunelerde mekanik karışırmaya benzer olarak en iyi mukavemet değerlerini HNT katkı maddesi göstermiştir. Farklı olarak daha iyi karışımın sağlanmasından kaynaklı Kil katkı maddesi içeren numuneler mekanik karışırmaya kıyasla daha iyi performans göstermiştir. Tungsten karbür katkılı numunelerde yine daha verimli karışım sağlanmış ancak epoksi içerisinde tutunma sağlayamamasından kaynaklı olarak karışım belli doyma noktasına ulaşmış fazla

partiküller çökelmiş ve test sonuçlarında elde edilen değerler birbirine yakın sonuçlar göstermiştir.

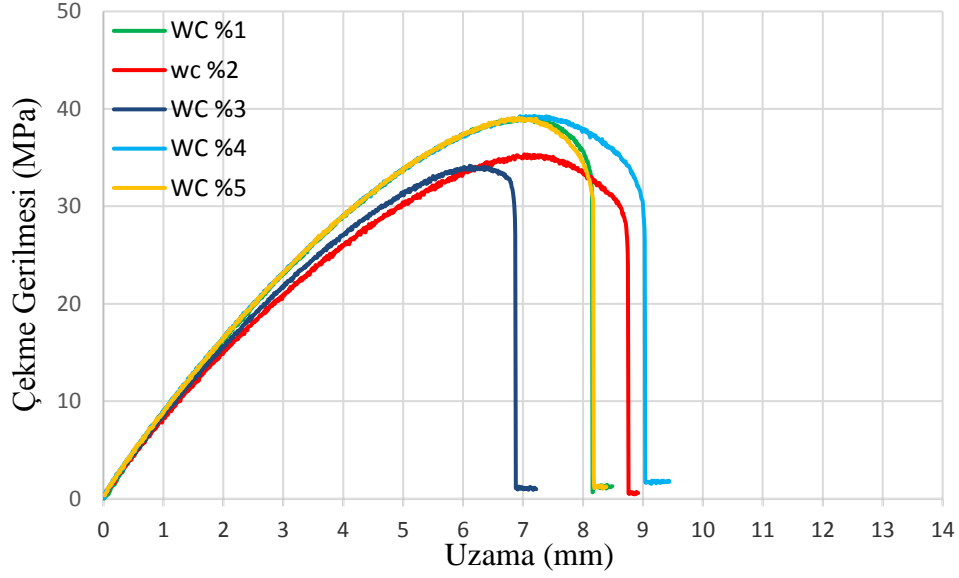


Şekil 4.12 GSY ile hazırlanan HNT katkıli numunelerin çekme diyagramı



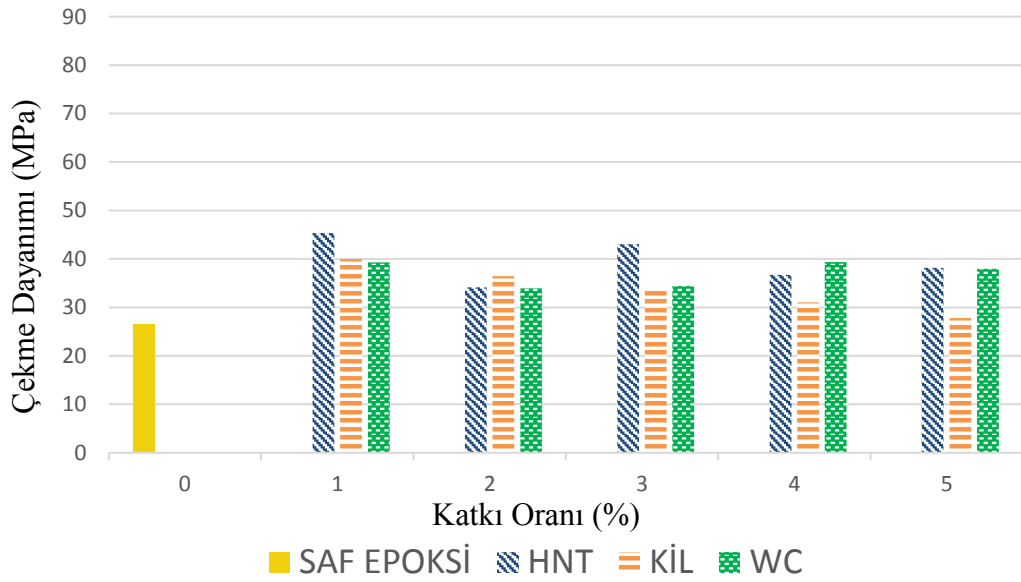
Şekil 4.13 GSY ile hazırlanan KİL katkıli numunelerin çekme diyagramı

Kil katkıli numunelerde kırılma gerilmesi artışı gözlemlenmiştir. % katkı oranı arttıkça kopma uzaması azalmış ve ani kırılmalar olduğu gözlemlenmiştir.



Şekil 4.14 GSY ile hazırlanan WC katkıli numunelerin çekme diyagramı

Gezegensel santrifüj yöntemi ile üretilen numuneler aynı standartlarda hazırlanarak mukavemet testleri aynı şekilde uygulanmıştır. Her bir katkı maddesi için 5 farklı katkı oranındaki numunelerin test sonuçları tablo haline getirilerek Şekil 4.15’ de verilmiştir.

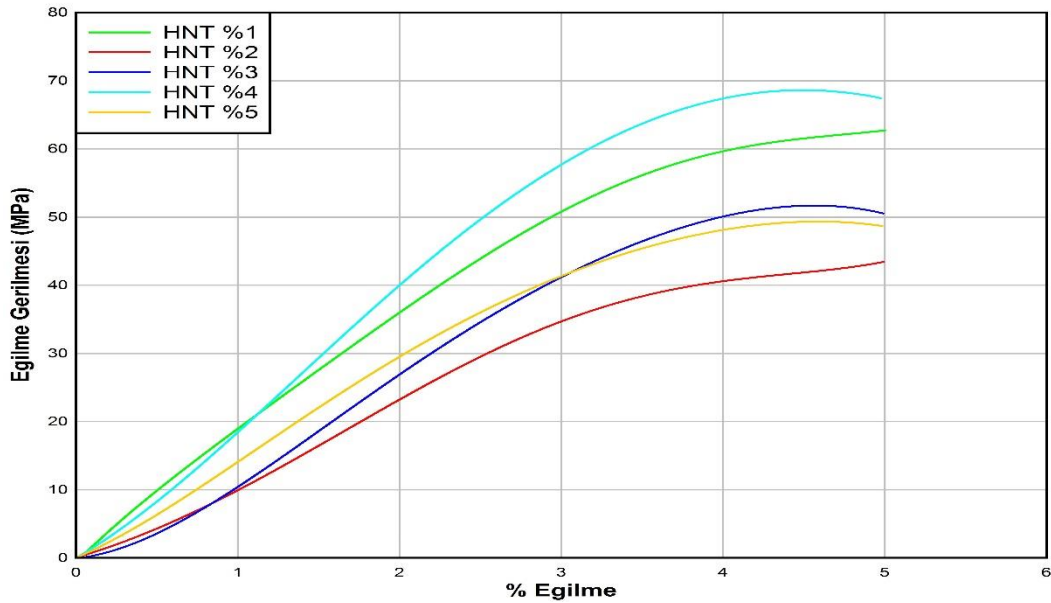


Şekil 4.15 GSY ile hazırlanan numunelerin çekme testi sonuçları

4.2.2 Eğilme Testi Sonuçları

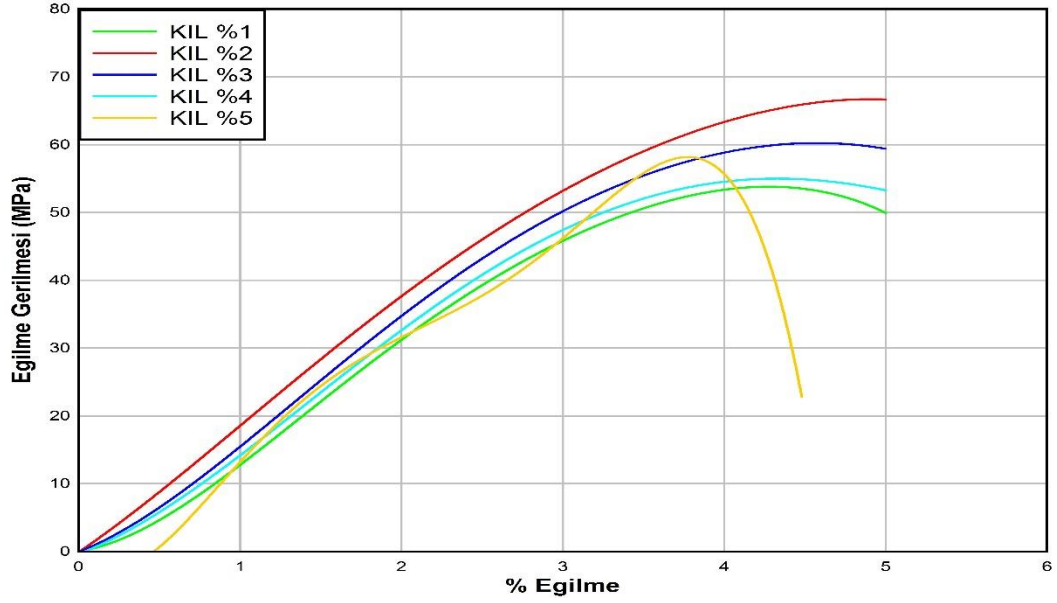
GSY ile hazırlanan numunelerin neredeyse tamamı kırılmadan %5 eğilme sınırına ulaşabilmiştir. Mekanik karıştırma yöntemine göre kırılmalık önemli ölçüde azalmış ve malzemeye süneklik kazandırılmıştır. Bu durum homojen karışmanın malzeme içerisindeki çentik etkilerinin önemli ölçüde azaltıldığı şeklinde yorumlanmıştır.

Şekil 4.16' da HNT katkıli GSY ile hazırlanmış numunenin eğilme testi sonuçları verilmiştir. En yüksek dayanımı %4 katkı oranlı numune göstermiştir. Mekanik karıştırmaya oranla ortalama eğilme dayanımında bir miktar düşüş görülmektedir ancak süneklik artışı ile malzemenin plastik deformasyona uğrama sınırı yükselmiş ve mühendislik uygulamaları için daha güvenli bir hale geldiği görülmektedir.

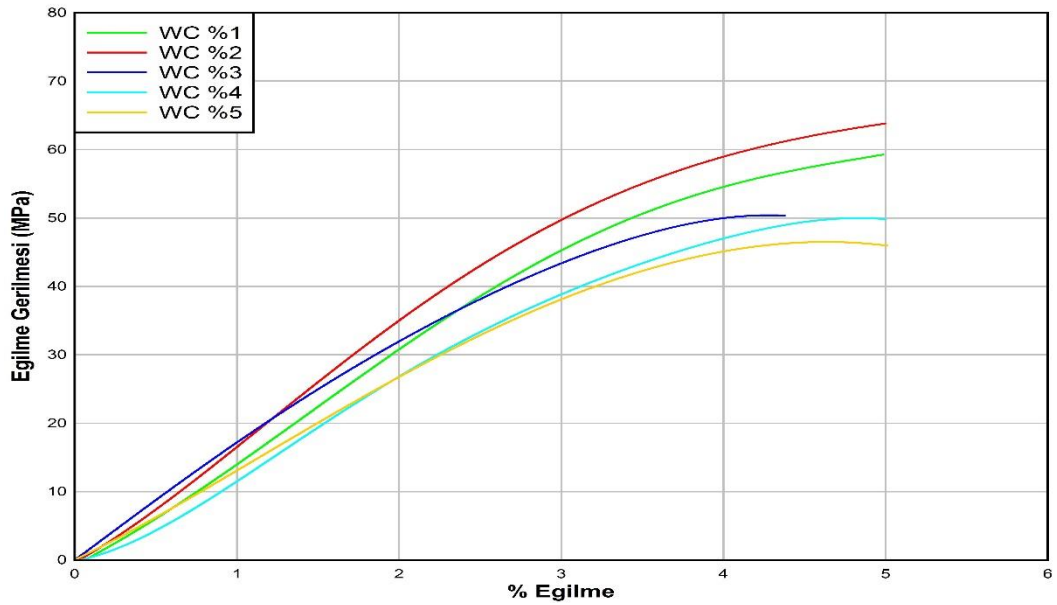


Şekil 4.16 GSY ile hazırlanan HNT katkıli numunelerin eğilme diyagramı

En belirgin değişim kil katkıli numunelerde görülmüştür. Mekanik karıştırma yöntemi ile hazırlanan numuneler %5 eğilme sınırına ulaşmadan kırılmıştı ancak GSY yönteminde hiçbir numunede kırılma olmadığı Şekil 4.17' de görülmektedir. Hacimsel yoğunluğu çok fazla olan kil epoksi içerisinde verimli bir şekilde karıştırılabilmektedir.



Şekil 4.17 GSY ile hazırlanan KİL katkıli numunelerin eğilme diyagramı

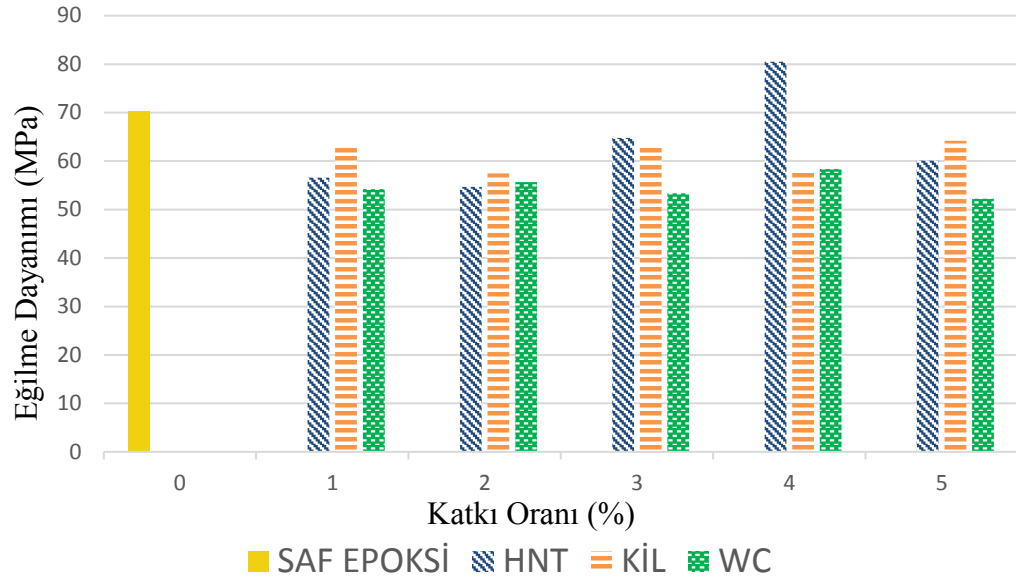


Şekil 4.18 GSY ile hazırlanan WC katkıli numunelerin eğilme diyagramı

Şekil 4.18’ de WC katkıli numunenin grafiğinde eğri eğiminde azalma görülmektedir. Hem WC’nin hem de GSY yönteminin etkisiyle numunelerde uzama oranı diğer katkı maddelerine göre artış göstermiş ve en sünek numune olduğu anlaşılmaktadır.

Şekil 4.19’ da verilen grafikte her bir katkı maddesinin tüm katkı oranlarındaki eğilme testi sonuçları verilmiştir. Genel olarak dayanım değerlerinde artış görülmüş ancak saf epoksi eğilme dayanımını geçememiştir. Bu durum epoksiye eklenen katkı

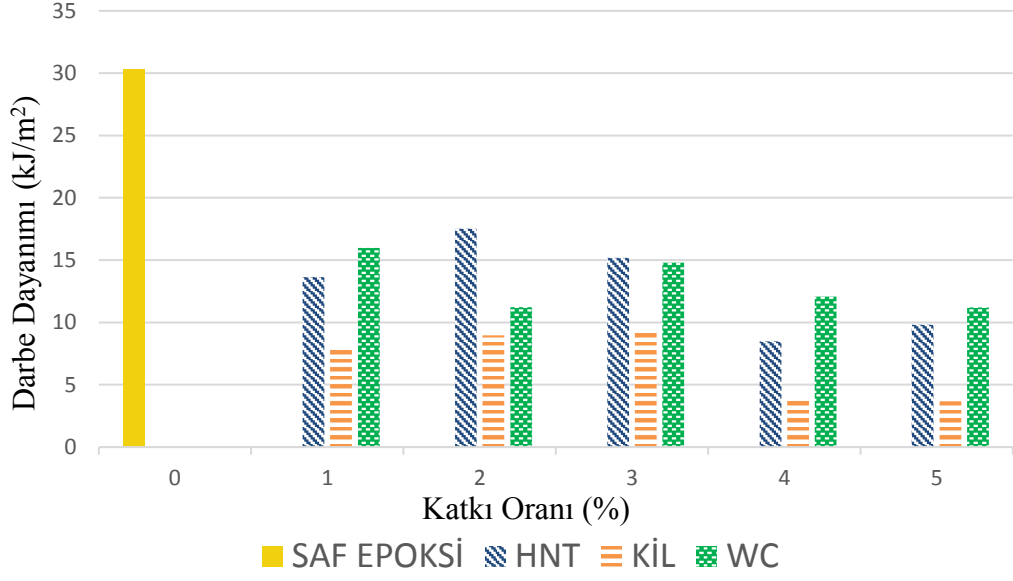
maddesinin eğilme dayanımında genel olarak olumsuz etkiye neden olduğu anlaşılmaktadır.



Şekil 4.19 GSY ile hazırlanan numuların eğilme deneyi sonuçları

4.2.3 İzod Darbe Testi Sonuçları

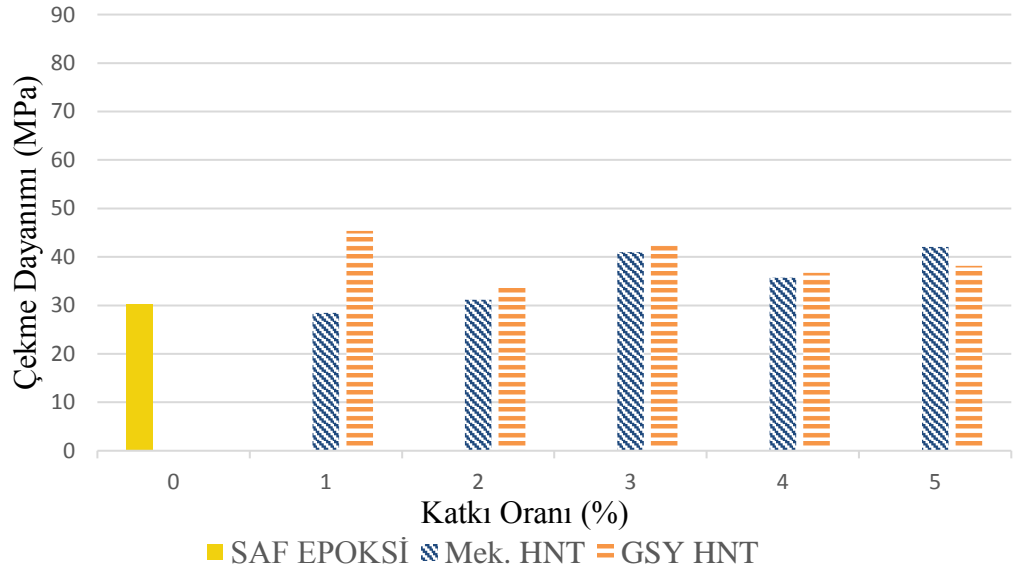
Şekil 4.20' de GSY ile hazırlanan numunelerin izod darbe test sonuçları verilmiştir. Mekanik karıştırma yöntemine benzer şekilde saf epoksi kırılma dayanımına göre tüm katkı maddelerinin değerlerinde düşümler görülmüş ve azalan eğilimde bir grafik oluşmuştur. Bu durum tüm katkı maddelerinde darbe dayanımına olumsuz etki oluşturduğu açıkça görülmektedir.



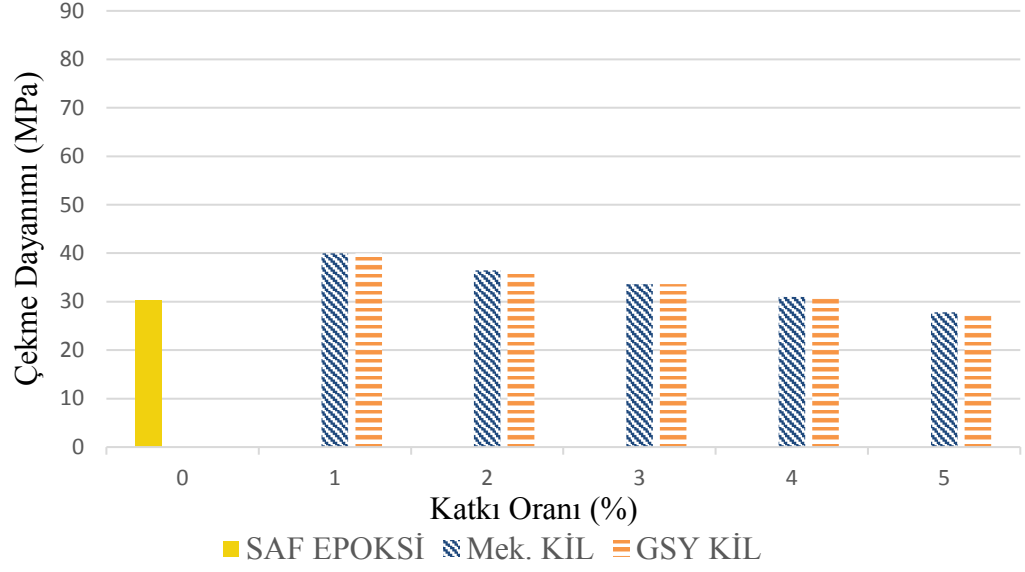
Şekil 4.20 GSY ile hazırlanan numunelerin izod darbe testi sonuçları

4.3 Karıştırma Yöntemlerinin Karşılaştırılması

Bu bölümde tezin asıl araştırma konusu olan, iki farklı karıştırma yönteminden elde edilen sonuçların karşılaştırması yapılmıştır.

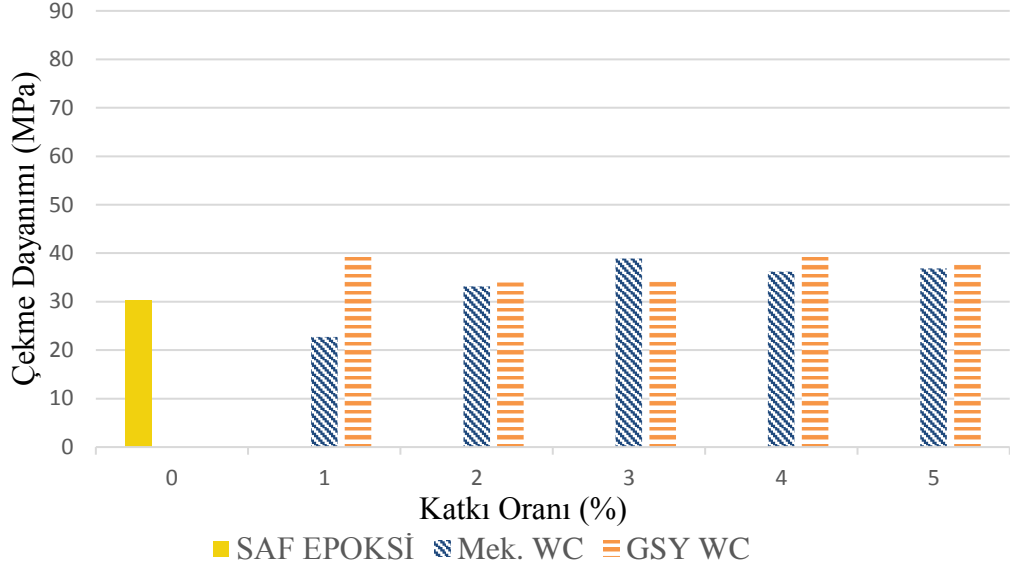


Şekil 4.21 GSY ve Mekanik yöntemler ile hazırlanan HNT katkılı numunelerin çekme deneyi sonuçları karşılaştırılması



Şekil 4.22 GSY ve Mekanik yöntemler ile hazırlanan Kil katkılı numunelerin çekme deneyi sonuçları karşılaştırılması

Özgül ağırlığı en düşük olan kil diğer katkı maddelerine göre hacimsel olarak daha fazla karışıma eklenmiştir. Bu sebeple kilin topaklanmadan homojen bir şekilde dağıtılması diğer katkı maddelerine göre daha zorlaşmaktadır. Gezegenel santrifüj yöntemi çalışma prensibi gereği beherlere verdiği dönme hareketi sayesinde malzeme içinde yüksek kesme kuvveti oluşturarak toz partiküllerinin tamamen dağılmasını ve ideal karışımın yakalanmasını sağlamıştır. Şekil 4.23’de görülen değerlerde de bu durum anlaşılmaktadır. %1 ve % 2 katkı oranlarında mekanik karışım ile yakın değerler gösterse de % katkı oranı arttıkça gezegenel santrifüj yönteminden elde edilen değerler mekanik karıştırmaya göre iyileşme göstermiştir.



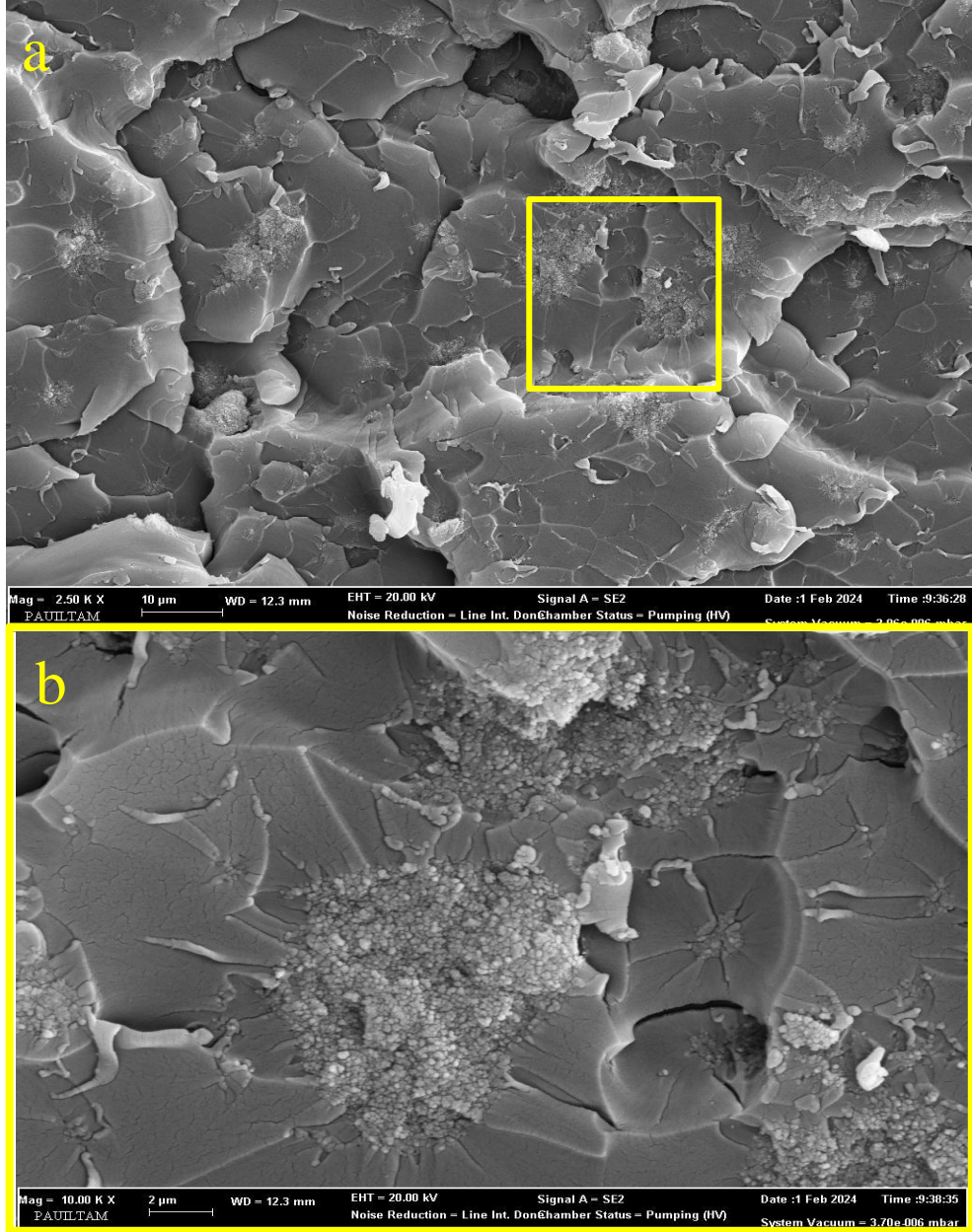
Şekil 4.23 GSY ve Mekanik yöntemler ile hazırlanan WC katkılı numunelerin çekme deneyi sonuçları karşılaştırılması

Şekil 4.21, 4.22 ve Şekil 4.23 beraber incelendiğinde Gezegenel santrifüj yöntemi ile hazırlanan numuneler daha iyi mekanik performans gösterdiği anlaşılmaktadır.

4.4 SEM Görüntüleri

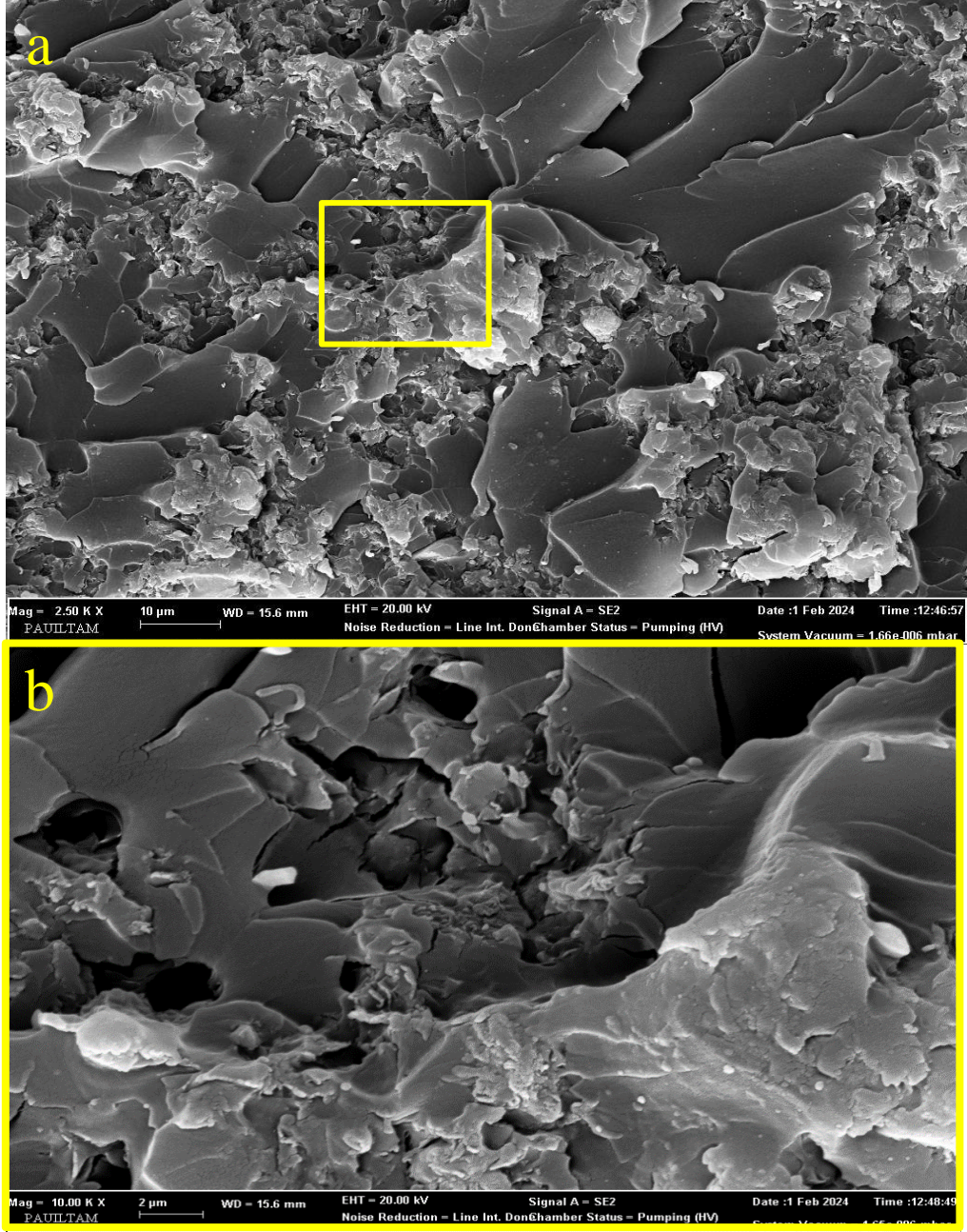
Yapılan mekanik test sonuçlarının desteklenmesi için kullanılan karıştırma yöntemlerinin iç yapı üzerindeki etkisi, Pamukkale Üniversitesi İleri Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi bünyesinde bulunan Gemini marka FSEM görüntüleme cihazı ile çekilen görüntülerde incelenmiştir.

Şekil 4.24' de %5 HNT katkılı mekanik karıştırma yöntemi ile hazırlanan numunenin iç yapı görüntüsü verilmiştir. Katkı maddesinin homojen dağılımı sağlanmadığı, öbekler oluşturduğu görülmüştür. Bu öbeklerin kırılma yüzeylerinde yoğun ve net şekilde görülmesinden dolayı çentik etkisi yarattığı anlaşılmaktadır. Ayrıca bu öbeklerin katmanlaşma etkisi de yarattığı kırılma yüzeylerinin düzgün yapıda oluşundan anlaşılmaktadır.



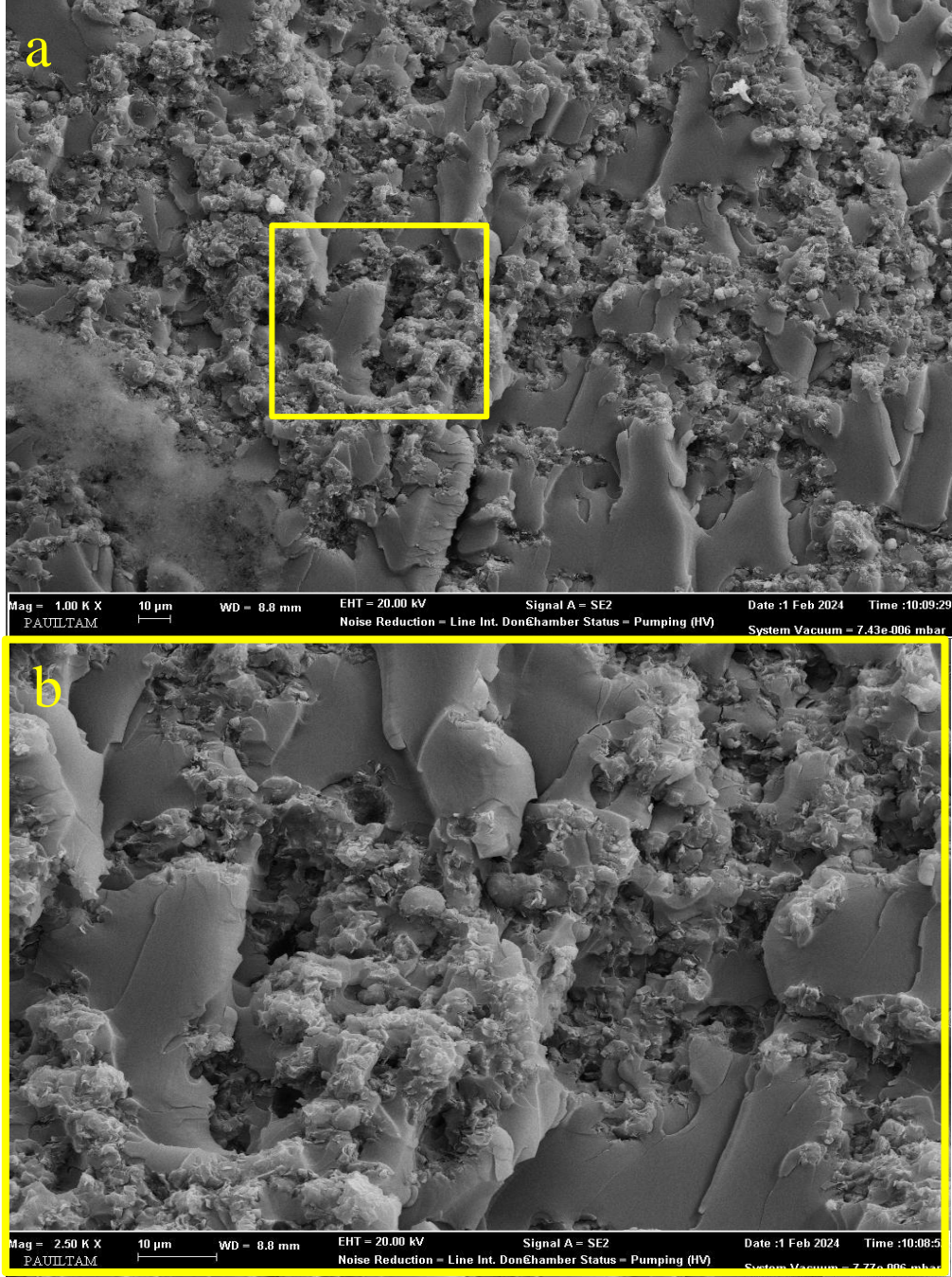
Şekil 4.24 %5 HNT katkılı mekanik karıştırma ile hazırlanan numune iç yapısı
a- 2,5K X büyütme, b- 10K X büyütme

Şekil 4.25' de %5 HNT katkılı gezegensel santrifüj karıştırma yöntemi ile hazırlanan numunenin iç yapısı verilmiştir. Görüntüden anlaşılacağı gibi öbeklenme görünmemektedir, katkı maddesi epoksi içine homojen olarak dağılmıştır. Dağılmanın etkisi, kırılma yüzeyinde görülen girintili çıkıntılı yapıdan da anlaşılmaktadır. Katkı maddesinin epoksi reçine içerisinde tutunma kabiliyeti arttığı için mekanik değerlere olumlu etkisi olmuştur.

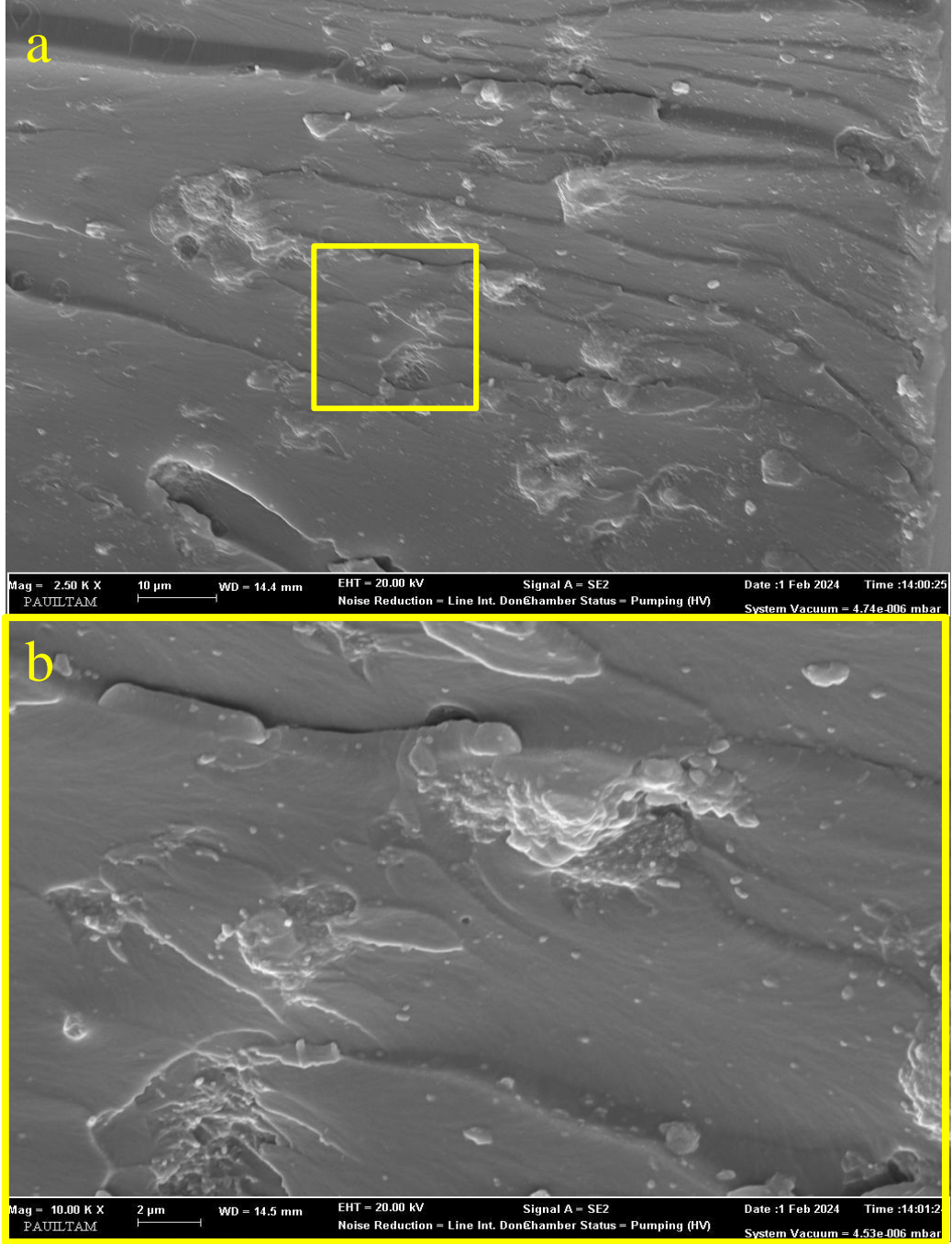


Şekil 4.25 %5 HNT katkılı gezegensel santrifüj karıştırma yöntemi ile hazırlanan numune
a- 2,5K X büyütme, b- 10K X büyütme

Şekil 4.26' de %5 Nanokil katkılı mekanik karıştırma yöntemi ile hazırlanmış numune iç yapısı verilmiştir. Nanokil diğer katkı maddelerine oranla hacimsel olarak karışıma en fazla eklenen maddedir. Mekanik karıştırma yöntemi ile nanokil topaklanmaların tam olarak parçalanamadığı yoğun olarak öbekler oluşturduğu görülmektedir.

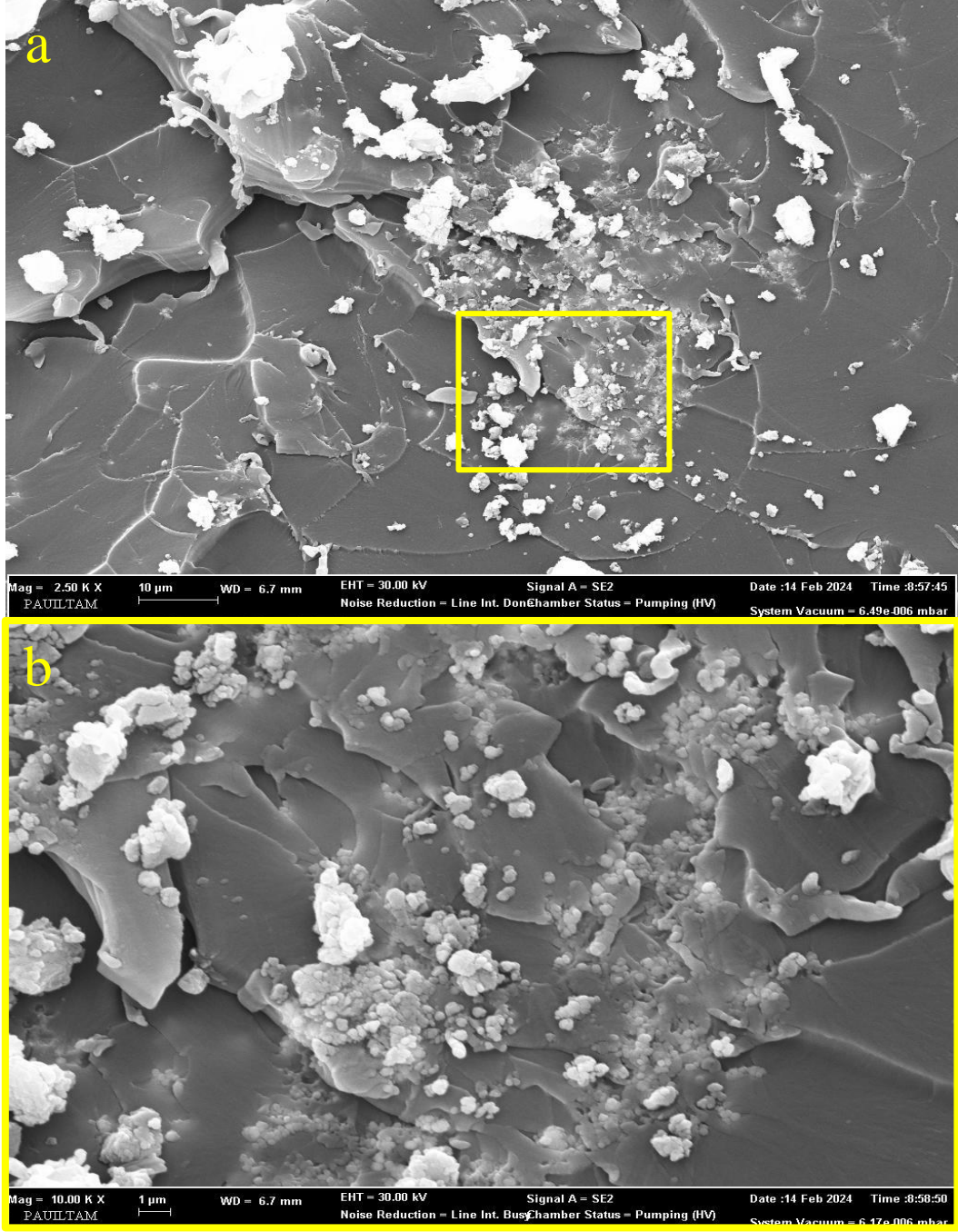


Şekil 4.27' de %5 Nanokil katkılı gezegensel santrifüj karıştırma yöntemi ile hazırlanan numune iç yapısı verilmiştir. Görüntüde açıkça anlaşıldığı gibi gezegensel santrifüj karıştırma yöntemi tamamen homojen karışım sağlamış ve öbekenmelerin nerdeyse tamamını yok etmiştir.



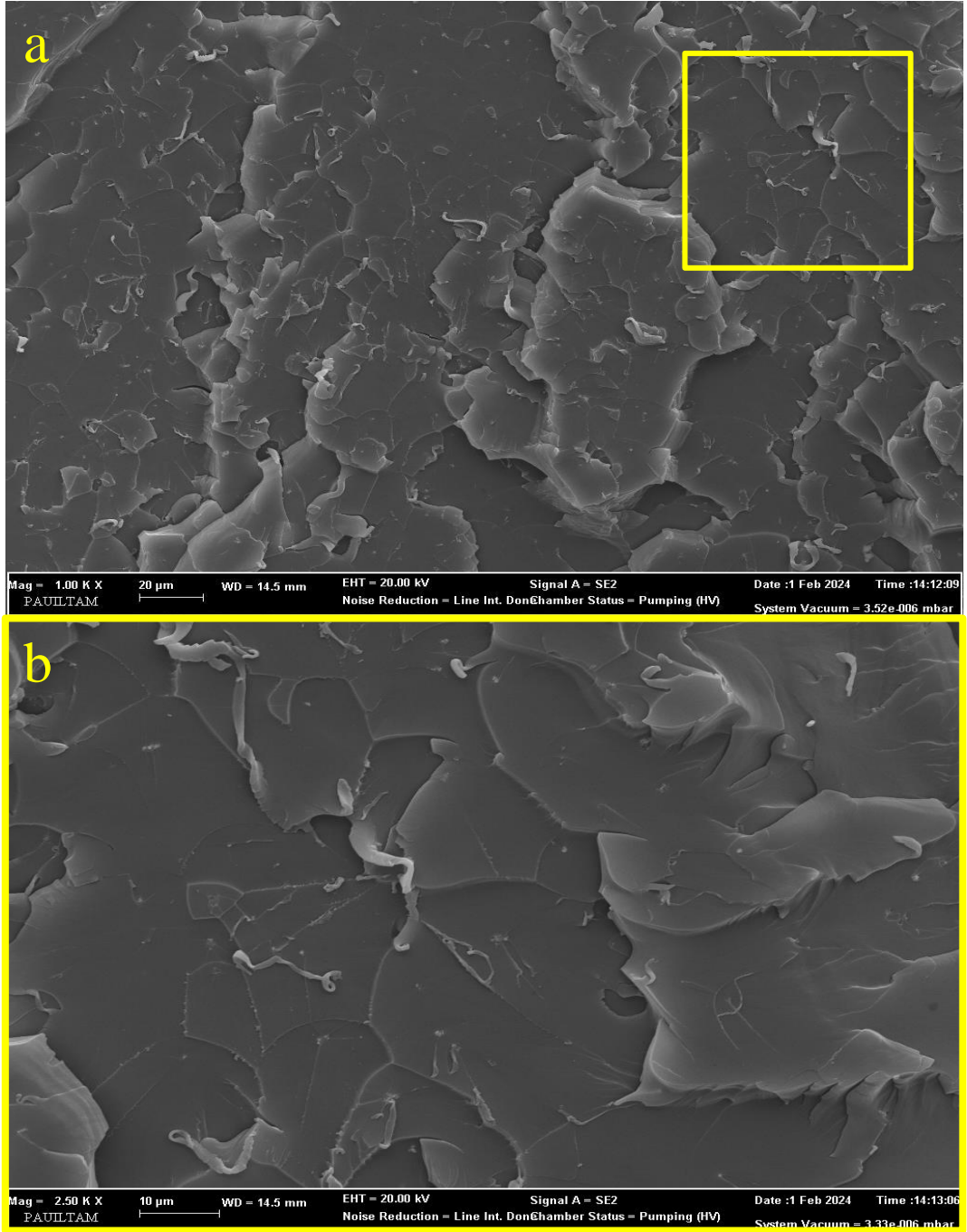
Şekil 4.27 %5 Nanokil katkılı GSY ile hazırlanan numune
a- 2,5K X büyütme, b- 10K X büyütme

Şekil 4.28' de %5 WC katkılı mekanik karıştırma yöntemi ile hazırlanan numune iç yapısı verilmiştir. Hacimsel olarak karışıma çok az eklenen WC mekanik karıştırma yöntemi ile yeterince dağıtılamamıştır. Özgül ağırlığı çok yüksek olmasından dolayı mekanik karıştırma yönteminde karıştırma esansında beher dibine çöken malzemenin etkin bir şekilde karışıma dağıtılamadığı gözle yapılan incelemede de görülmüştü. İç yapıda görülen durum da bunu desteklemiştir.



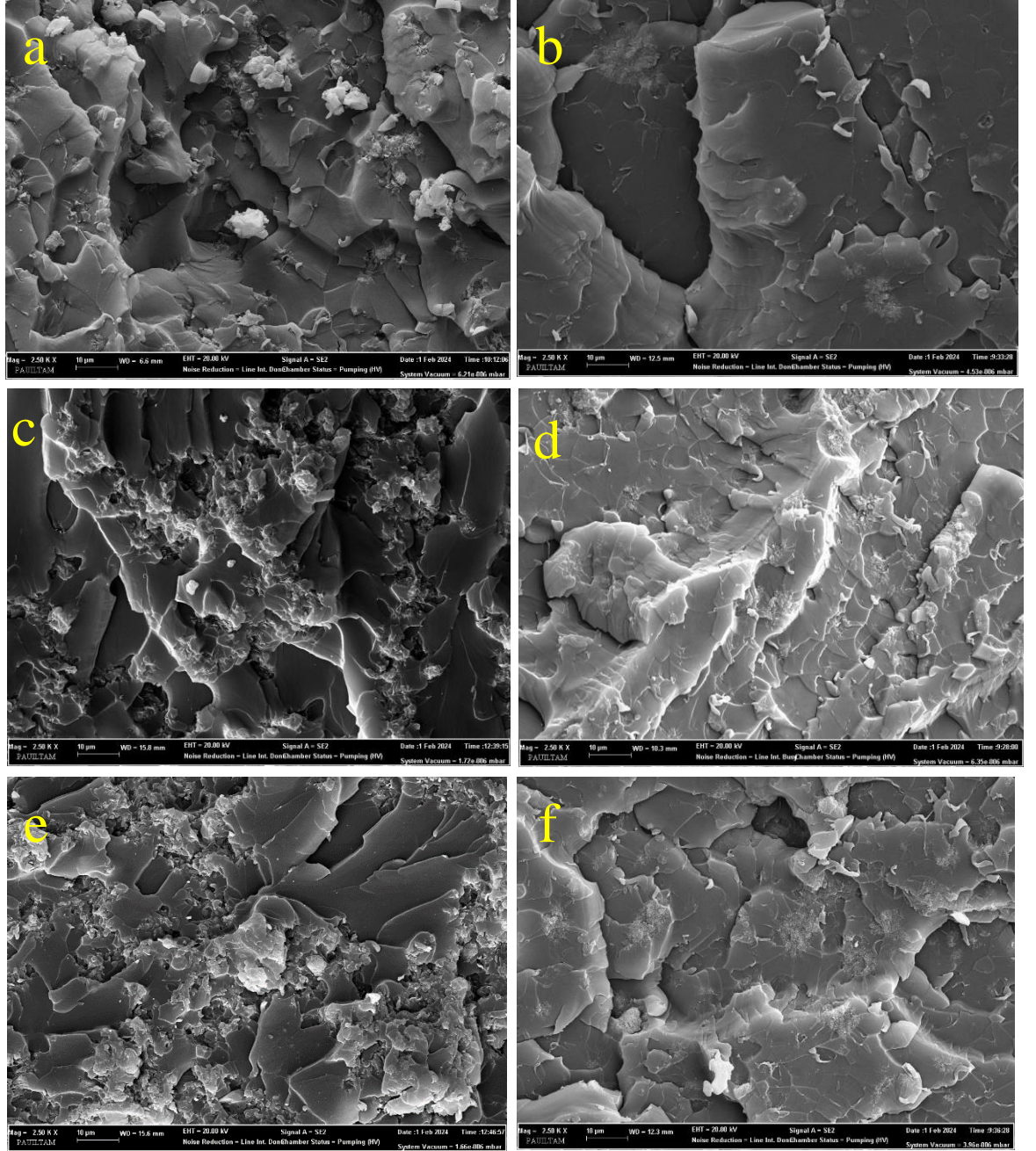
Şekil 4.28 %5 WC katkılı mekanik karıştırma ile hazırlanan numune
a- 2,5K X büyütme, b- 10K X büyütme

Şekil 4.29' de aynı orandaki mekanik karıştırma yöntemine göre WC partiküllerinin tamamen dağıldığı ve daha homojen yapının elde edildiği görülmektedir.



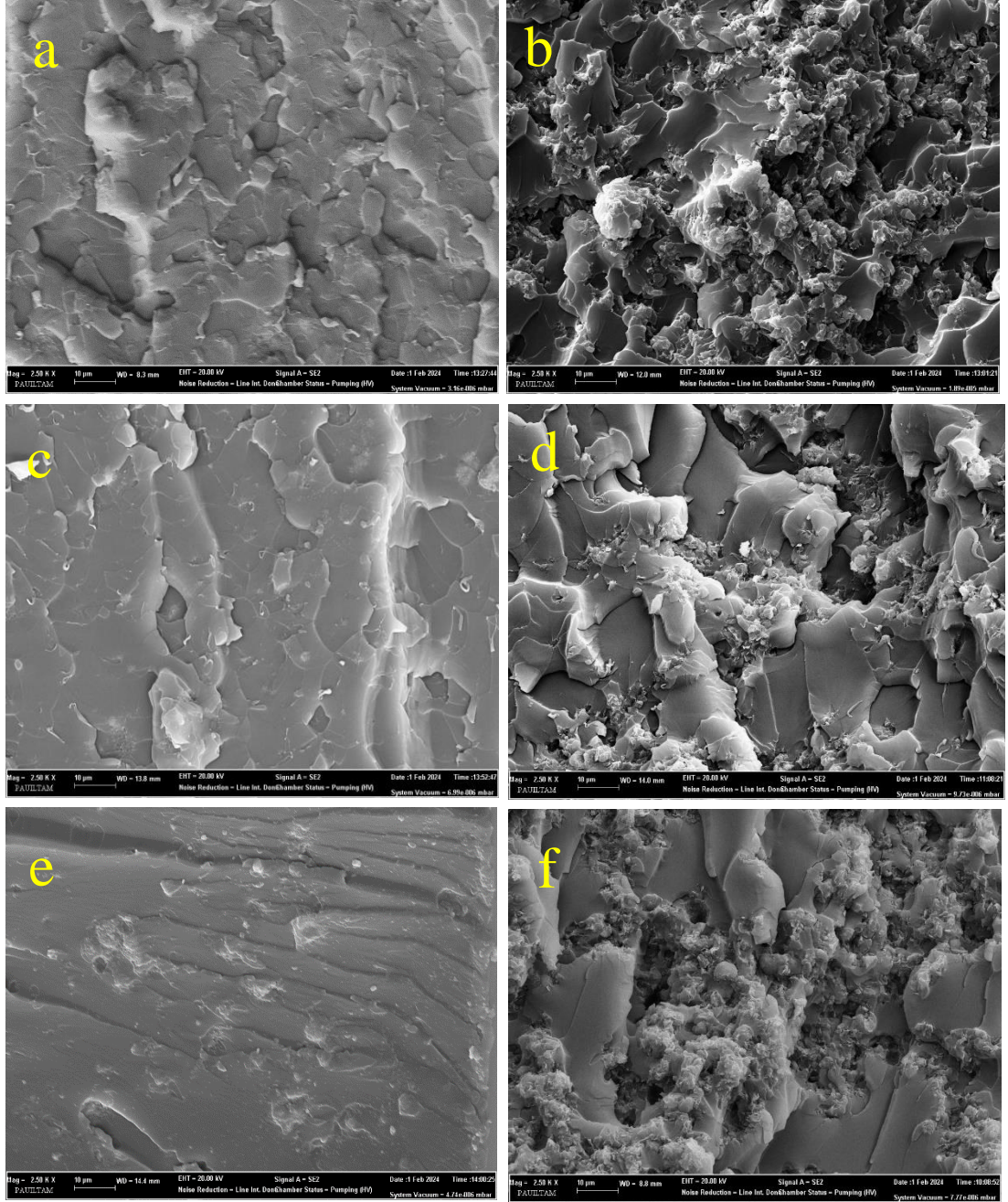
Şekil 4.29 %5 WC katkı GSY ile hazırlanan numune
a- 2,5K X büyütme, b- 10K X büyütme

Şekil 4.30' da %1, %3 ve %5 HNT katkıli GSY ve mekanik karıştırma yöntemleri ile hazırlanmış numunelerin SEM görüntüleri verilmiştir.



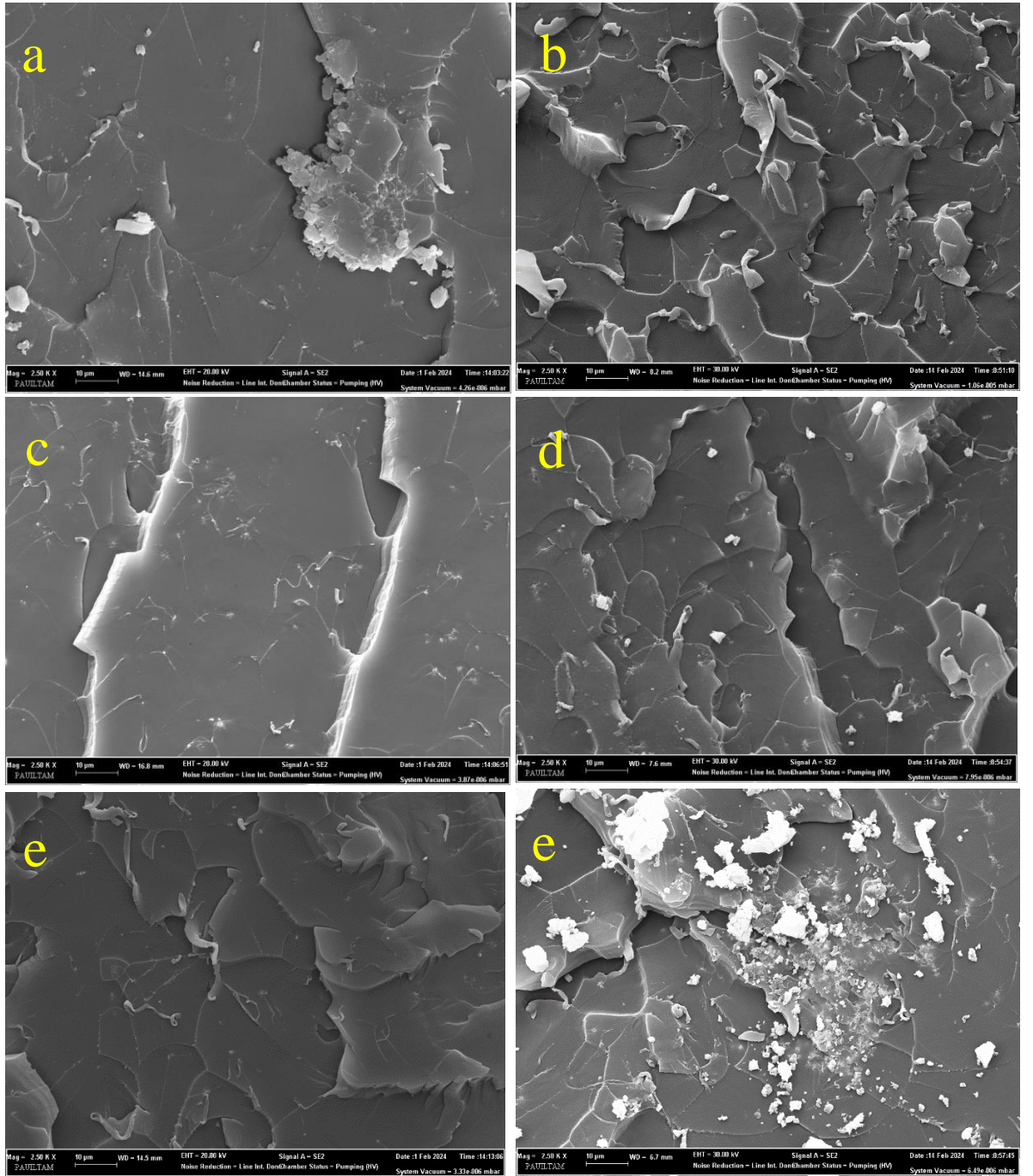
Şekil 4.30 HNT katkıli numunelerin 2,5K X büyütme oranında SEM görüntüsü karşılaştırması
a- %1 HNT GSY, b- %1 HNT mek., c- %3 HNT GSY, d- %3 HNT mek., e- %5 HNT GSY, f- %5 HNT mek.

Şekil 4.31’ da %1, %3 ve %5 Nanokil katkılı GSY ve mekanik karıştırma yöntemleri ile hazırlanmış numunelerin SEM görüntüleri verilmiştir.



Şekil 4.31 Nanokil katkılı numunelerin 2,5K X büyütme oranında SEM görüntüsü karşılaştırması a- %1 Kil GSY, b- %1 Kil mek., c- %3 Kil GSY, d- %3 Kil mek., e- %5 Kil GSY, f- %5 Kil mek.

Şekil 4.32' de %1, %3 ve %5 Nanokil katkılı GSY ve mekanik karıştırma yöntemleri ile hazırlanmış numunelerin SEM görüntüleri verilmiştir.

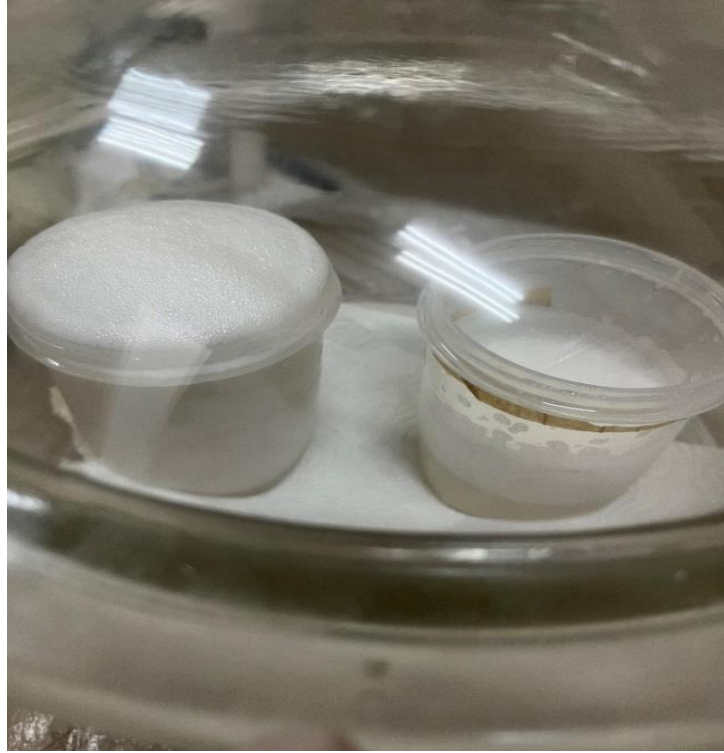


Şekil 4.32 WC katkılı numunelerin 2,5K X büyütme oranında SEM görüntüsü karşılaştırması
a- %1 WC GSY, b- %1 WC mek., c- %3 WC GSY, d- %3 WC mek., e- %5 WC GSY, f- %5 WC mek.

5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

İlk gözlemler sonucunda yapılan değerlendirmede GSY ile karıştırmanın daha verimli ve zamandan tasarruf sağladığı anlaşılmıştır. Mekanik karıştırıcı topaklanmayı hızlı bir şekilde giderse de homojen karışım oluşmasının vakit aldığı gözlemlenmiştir. Ayrıca mekanik karıştırma probu aynı anda 1 karışım yapmaya imkan vermektedir, GSY makinesi karıştırma prensibini oluşturan tasarımı sayesinde aynı anda 2 karışım hazırlanabilmekte ve numune üretim sürecini önemli ölçüde hızlandırmaktadır.

Kullanılan NanoKil katkı maddesi epoksi reçine ile uyumlu olmadığı anlaşılmıştır. Özgül ağırlığı çok düşük olduğu için özellikle %4 ve %5 katkı maddesi içeren karışımlara hacimsel olarak eklenen miktar çok fazla olmaktadır. Gaz alma işleminde aşırı bir köpürme gözlemlenmiştir (Şekil 30). Katkı oranlarında farklılık olmaması ve sonuçları etkilememesi için köpük giderici kullanılmamıştır.



Şekil 5.1 Vakum altında Nanokil katkıli karışımda oluşan köpürme

Bu sebeple, oluşan köpüğün tam olarak giderilememesi test sonuçlarına doğrudan etkilemiş ve diğer katkı maddelerine göre mukavemet değerlerinde belirgin

bir düşüş görülmüştür. Nanokil ile alakalı yapılacak çalışmalarda katkı oranı %1'in altındaki değerlerde tutulması önerilir.

Yapılan testlerde Nanokil katkılı numunelerin kırılma dayanımının önemli ölçüde arttığı görülmüştür. Eğilme testlerinde maksimum %5 eğilme modülüne göre yapılan ölçümler esnasında ortalama %3 eğilmeye ulaştığında malzeme kırılmıştır. Aynı şekilde çekme testleri sırasında diğer katkı maddesine sahip numuneler yırtılma şeklinde hasara uğrarken nanokil katkılı numuneler ani kırılmalar şeklinde hasar oluşumu görülmüştür.

Katkı maddeleri arasında en iyi performansı gösteren HNT olmuştur. Her iki karıştırma yönteminde topaklanmaya yada reçine içinde çökmeye rastlanmamıştır. Çekme testinde %30'un üzerinde dayanım artışı gözlemlenmiştir. Eğilme testlerin mukavemet artışı %7 seviyelerinde ölçülmüştür.

Tungsten karbür(WC) özgül ağırlığı diğer katkı maddelerine göre oldukça yüksek olmasından dolayı hacimsel olarak çok az miktarlarda karışıma eklenmiştir. Karıştırma esnasında homojen karışım sağlansa bile gaz alma, kalıba dökme gibi işlemler sırasında çok az bekleme sürelerinde bile beher dibinde çökelmeler olduğu görülmüştür. Yine de yapılan testler sonucunda mukavemet değerlerinde önemli artışlar görülmüştür. Özellikle eğilme testlerinde %10 üzerinde ölçülen artış ile diğer katkı maddelerine göre daha iyi performans göstermiştir.

SEM görüntüleme yöntemi ile elde edilen görüntülerde Mekanik ve GSY yöntemlerinin karıştırma verimleri arasındaki fark net bir şekilde görülmektedir. Mekanik karıştırma yönteminde mikro boyutlarda da olsa katkı maddelerinin öbekler halinde karışım içinde kaldığı, homojen bir dağılımın sağlanamadığı görülmüştür. GSY ile hazırlanan numunelerde karıştırma verimi önemli ölçüde artmış ve öbeklenme boyutları nano mertebesine kadar indirilmiş ve 10 K X büyütme oranlarında dahi epoksi içindeki katkı maddeleri güçlükle seçilebilmiştir.

Sonuç olarak, bu çalışmanın yapılmasındaki ana hedef olarak iki farklı karıştırma yönteminin karışma verimi ve mekanik değerler üzerindeki etkisi incelenmiştir. Elde edilen bulgular GSY nin daha verimli bir karıştırma sağlamış ve meknink değerlerde artışlar görülmüştür.

6. KAYNAKLAR

Agubra, T., P. Owuor, and M. Hosur, “Influence of Nanoclay Dispersion Methods on the Mechanical Behavior of E-Glass/Epoxy Nanocomposites,” *Nanomaterials*, vol. 3, no. 3, pp. 550–563, 2013, doi: 10.3390/nano3030550.

A. P. Mixer, “www.kakuhunter.com/en/,” 2018.

Birkan, B.E., “Graphene Reinforced Nanocomposites: Manufacturing And Characterization”, Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Mühendisliği Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul, (2022).

Bor, A., Ichinkhorloo, B., Uyanga, B., Lee, J., and Choi, H., “Cu/CNT nanocomposite fabrication with different raw material properties using a planetary ball milling process,” *Powder Technol.*, vol. 323, pp. 563–573, 2018, doi: 10.1016/j.powtec.2016.06.042.

Chakraborty, A.K., T. Plyhm, M. Barbezat, A. Necola, and G. P. Terrasi, “Carbon nanotube (CNT)-epoxy nanocomposites: A systematic investigation of CNT dispersion,” *J. Nanoparticle Res.*, vol. 13, no. 12, pp. 6493–6506, 2011, doi: 10.1007/s11051-011-0552-3.

Deng, S., J. Zhang, and L. Ye, “Halloysite-epoxy nanocomposites with improved particle dispersion through ball mill homogenisation and chemical treatments,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 69, no. 14, pp. 2497–2505, 2009, doi: 10.1016/j.compscitech.2009.07.001.

Gupta, M.L., et al., “The effect of mixing methods on the dispersion of carbon nanotubes during the solvent-free processing of multiwalled carbon nanotube/epoxy composites,” *J. Polym. Sci. Part B Polym. Phys.*, vol. 51, no. 6, pp. 410–420, 2013, doi: 10.1002/polb.23225.

Iamsamang, J., K. Subannajui, T. Tawonsawatruk, and P. Naiyanetr, “Premixed Calcium Phosphate Cement for Extrusion-based 3D Printing: Planetary Centrifugal Mixer and Homogeneity Evaluation,” *BMEiCON 2019 - 12th Biomed. Eng. Int. Conf.*, pp. 0–4, 2019, doi: 10.1109/BMEiCON47515.2019.8990241.

Jing, G.J., Z. M. Ye, C. Li, J. Cui, S. X. Wang, and X. Cheng, “A ball milling strategy to disperse graphene oxide in cement composites,” *Xinxing Tan Cailiao/New Carbon Mater.*, vol. 34, no. 6, pp. 569–577, 2019, doi: 10.1016/S1872-5805(19)60032-6.

Jargalsaikhan, B., A. Bor, J. Lee, and H. Choi, “Al/CNT nanocomposite fabrication on the different property of raw material using a planetary ball mill,” *Adv. Powder Technol.*, vol. 31, no. 5, pp. 1957–1962, 2020, doi: 10.1016/j.apr.2020.02.031.

Kothmann, M.H., et al., “The Effect of Dispersion and Particle–Matrix Interactions on the Fatigue Behavior of Novel Epoxy/Halloysite Nanocomposites,” *Process. Polym. Nanocomposites*, pp. 121–155, 2019, doi: 10.3139/9781569906361.004.

Kaybal, H.B., “Tuzlu Su Yaşlandırmasının Cıvata Bağlantılı Halloysit Nanotüp Epoksi/Bazalt Fiber Nanokompozitlerin Düşük Hızlı Darbe Davranışlarına Etkisi”, Yüksek Lisans Tezi, Konya Teknik Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Makine Mühendisliği Anabilim Dalı, Konya, (2019).

Mustapha, R., A. Razak Rahmat, R. Abdul Majid, and S. Noor Hidayah Mustapha, “Mechanical and Thermal Properties of Montmorillonite Nanoclay Reinforced Epoxy Resin with Bio-Based Hardener,” *Mater. Today Proc.*, vol. 5, no. 10, pp. 21964–21972, 2018, doi: 10.1016/j.matpr.2018.07.057.

Meyer, R.W., *Handbook of Pultrusion Technology*. 1986.

Manjunath, M., 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, 2016, doi: 10.1177/0021998315588623.

Ma, P.C., N. A. Siddiqui, G. Marom, and J. K. Kim, “Dispersion and functionalization of carbon nanotubes for polymer-based nanocomposites: A review,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 41, no. 10, pp. 1345–1367, 2010, doi: 10.1016/j.compositesa.2010.07.003.

Mohammadsalih, Z.G., B. J. Inkson, and B. Chen, “The effect of dispersion condition on the structure and properties of polystyrene/graphene oxide nanocomposites,” *Polym. Compos.*, no. May, pp. 1–9, 2020, doi: 10.1002/pc.25827.

Nguyen, T.A., T. M. H. Pham, T. H. Dang, T. H. Do, and Q. T. Nguyen, “Study on Mechanical Properties and Fire Resistance of Epoxy Nanocomposite Reinforced with

Environmentally Friendly Additive: Nanoclay I.30E,” *J. Chem.*, vol. 2020, 2020, doi: 10.1155/2020/3460645.

Samples, A., “Epoxy / SiO₂ Nanocomposite Prepared by Different Processing Techniques,” pp. 0–3, 2015.

Saber-Samandari, S., A. A. Khatibi, and D. Basic, “An experimental study on clay/epoxy nanocomposites produced in a centrifuge,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 38, no. 1, pp. 102–107, Jan. 2007, doi: 10.1016/j.compositesb.2006.03.010.

Vedernikov, A., A. Safonov, F. Tucci, P. Carlone, and I. Akhatov, “Pultruded materials and structures: A review,” *J. Compos. Mater.*, vol. 54, no. 26, pp. 4081–4117, 2020, doi: 10.1177/0021998320922894.

ASTM D256, Standard Test Methods for Determining the Izod Pendulum Impact Resistance of Plastics, ASTM International, West Conshohocken, PA, U.S.A., (2013).

ASTM D638, Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics, ASTM International, West Conshohocken, PA, U.S.A., (2014).

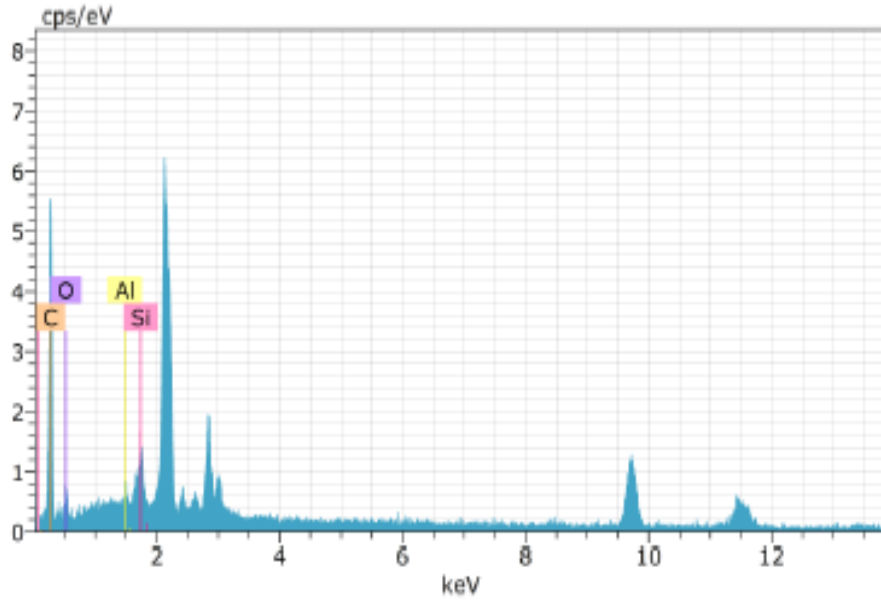
ASTM D790, Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials, ASTM International, West Conshohocken, PA, U.S.A., (2017).

EKLER

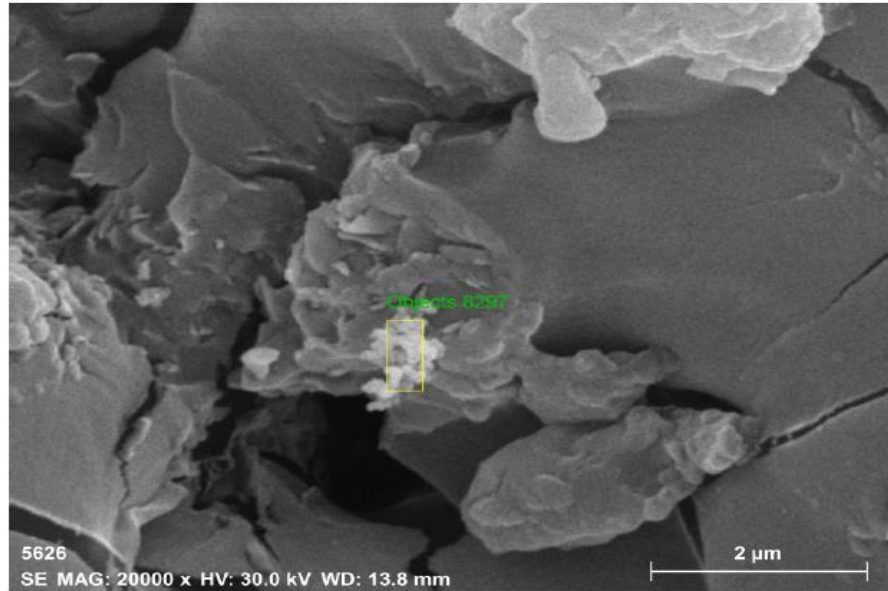
7. EKLER

Ek A

Halloysite EDS(Enerji Dispersiv Spektrum) analizi ile iç yapıda bulunun elementlerin tipi ve miktarı verilmiştir.



Şekil A.1 HNT EDS iç yapı analizi



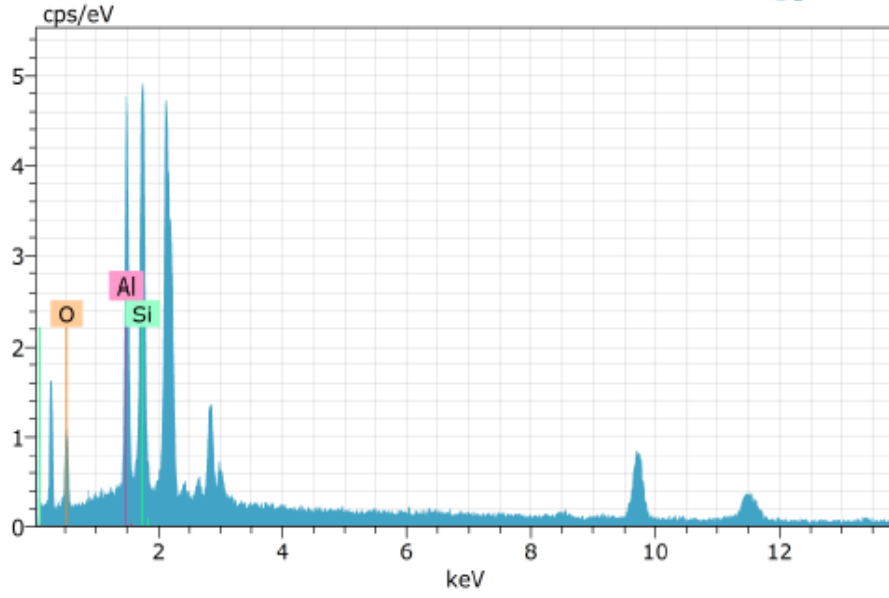
Şekil A.2 HNT EDS analizi yapılan bölge

Tablo A.1 HNT iç yapıda bulunan element miktarları

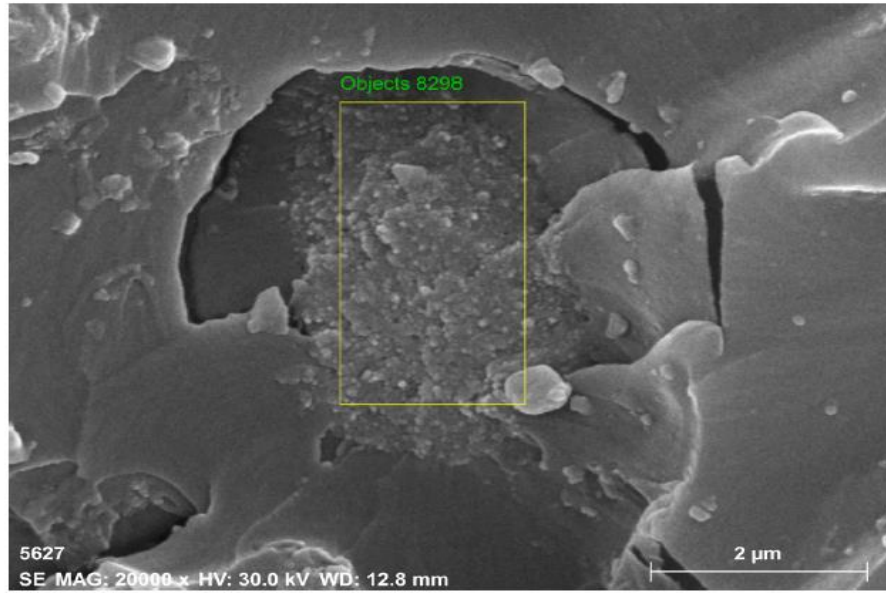
Spectrum		Objects 8297			
El	AN	Series	Norm. C [wt.%]	Atom. C [wt.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
C	6	K-series	72.98	78.94	10.80
O	8	K-series	24.48	19.88	5.43
Si	14	K-series	2.12	0.98	0.14
Al	13	K-series	0.42	0.20	0.06
Total			100.00	100.00	

Ek B

Nanokil EDS(Enerji Dispersiv Spektrum) analizi ile iç yapıda bulunun elementlerin tipi ve miktarı verilmiştir.



Şekil B.1 NanoKil EDS iç yapı analizi



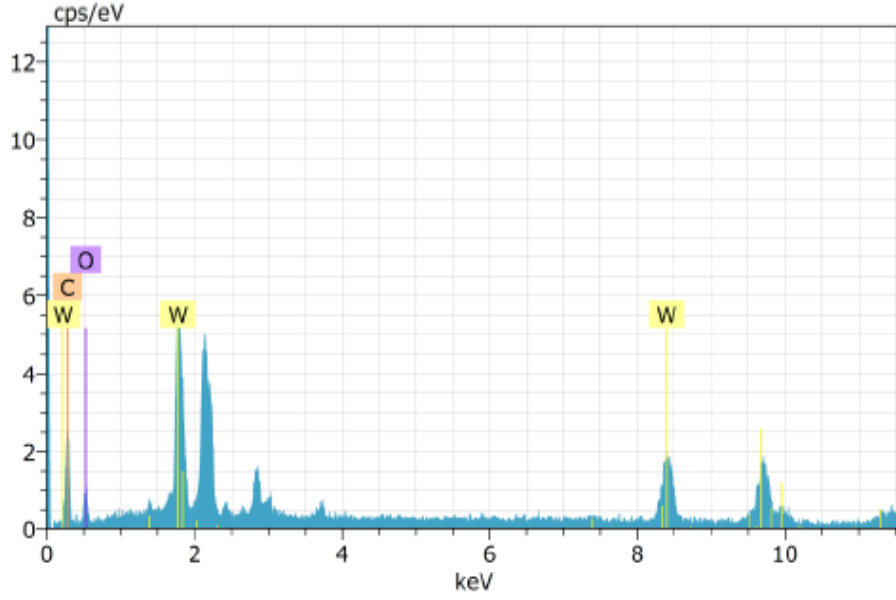
Şekil B.2 NanoKil EDS analizi yapılan bölge

Tablo B.1 HNT iç yapıda bulunan element miktarları

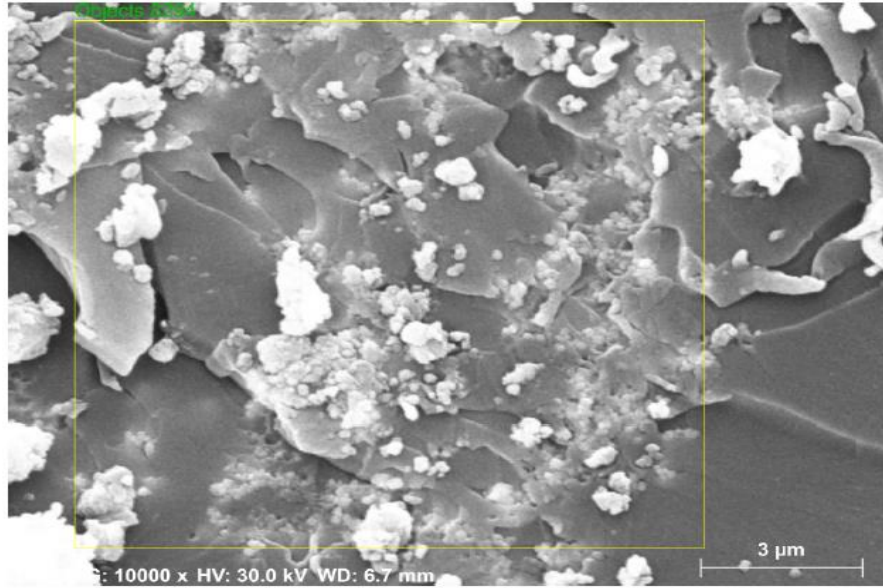
Spectrum		Objects 8298			
El	AN	Series	Norm. C [wt.%]	Atom. C [wt.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
O	8	K-series	36.90	50.28	0.82
Si	14	K-series	39.50	30.66	0.25
Al	13	K-series	23.59	19.06	0.18
Total			100.00	100.00	

Ek C

Tungsten Karbür(WC) EDS(Enerji Dispersiv Spektrum) analizi ile iç yapıda bulunun elementlerin tipi ve miktarı verilmiştir.



Şekil C.1 WC EDS iç yapı analizi



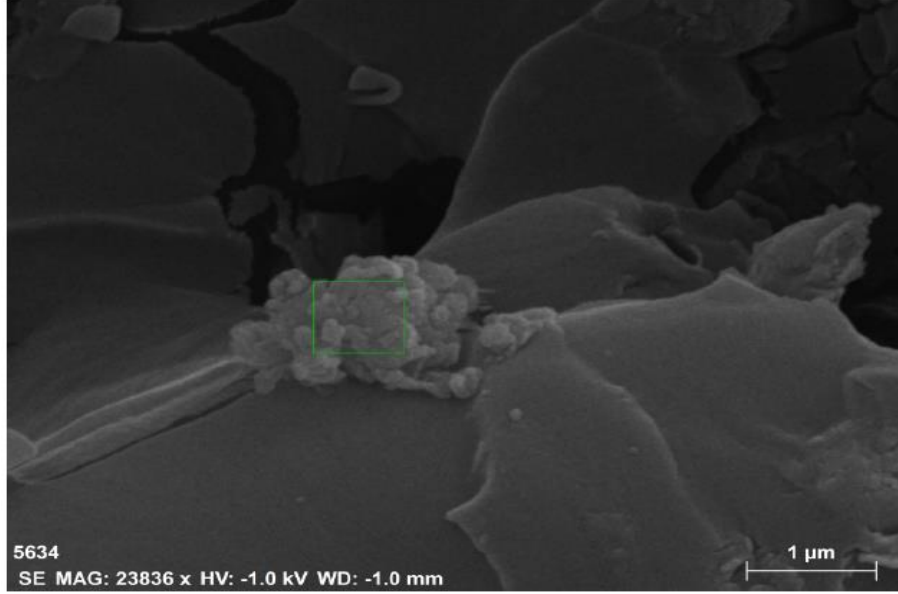
Şekil C.2 NanoKil EDS analizi yapılan bölge

Tablo C.1 WC iç yapıda bulunan element miktarları

Spectrum		Objects 8298			
El	AN	Series	Norm. C [wt.%]	Atom. C [wt.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
W	74	L-series	47.70	6.00	0.86
C	6	K-series	38.34	73.81	4.77
O	8	K-series	13.96	20.19	2.16
Total			100.00	100.00	

Ek D

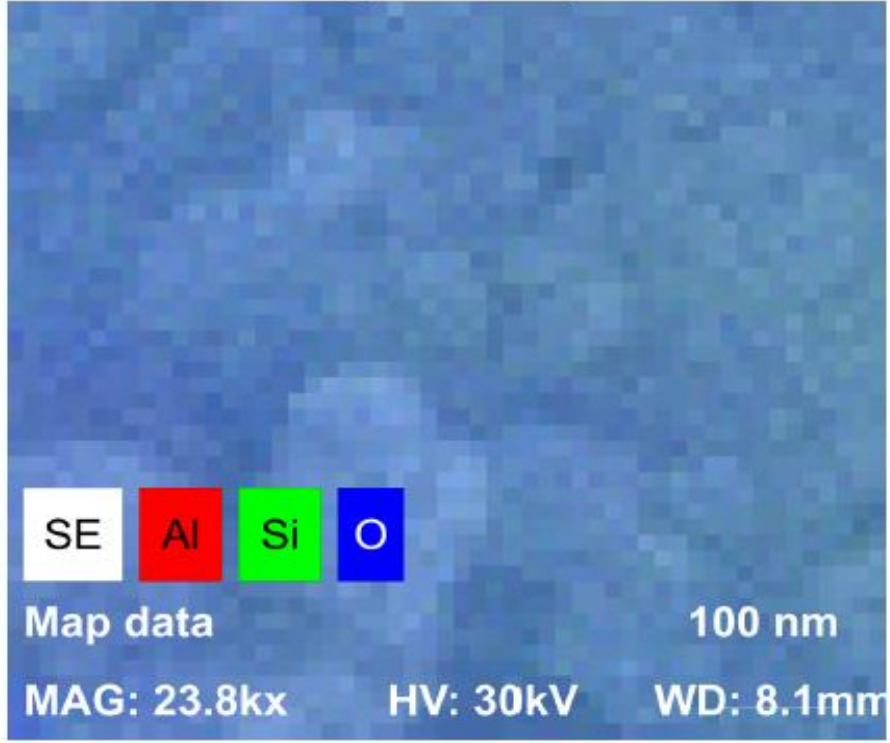
Halloysite katkılı numunenin yüzeyinde seçilen belli bir alanda haritalama metodu ile iç yapıdaki elementlerin yoğunluğa göre dağılımını gösteren analiz verilmiştir.



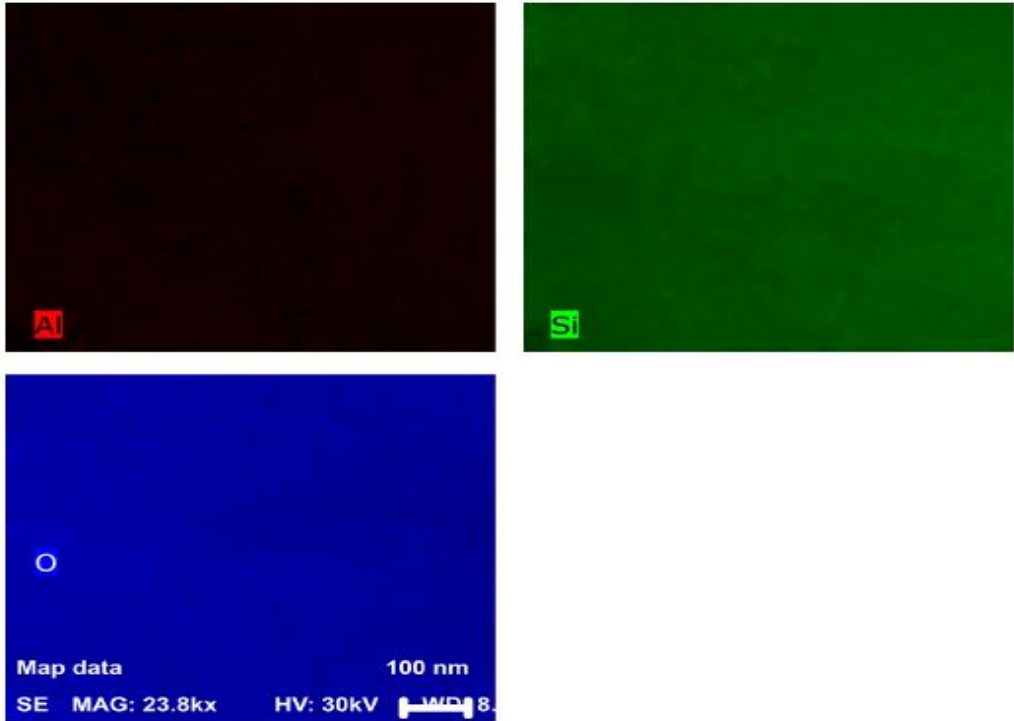
Şekil D.1 HNT haritalama analizi yapılan bölge

Tablo D.1 HNT iç yapıda bulunan element miktarları

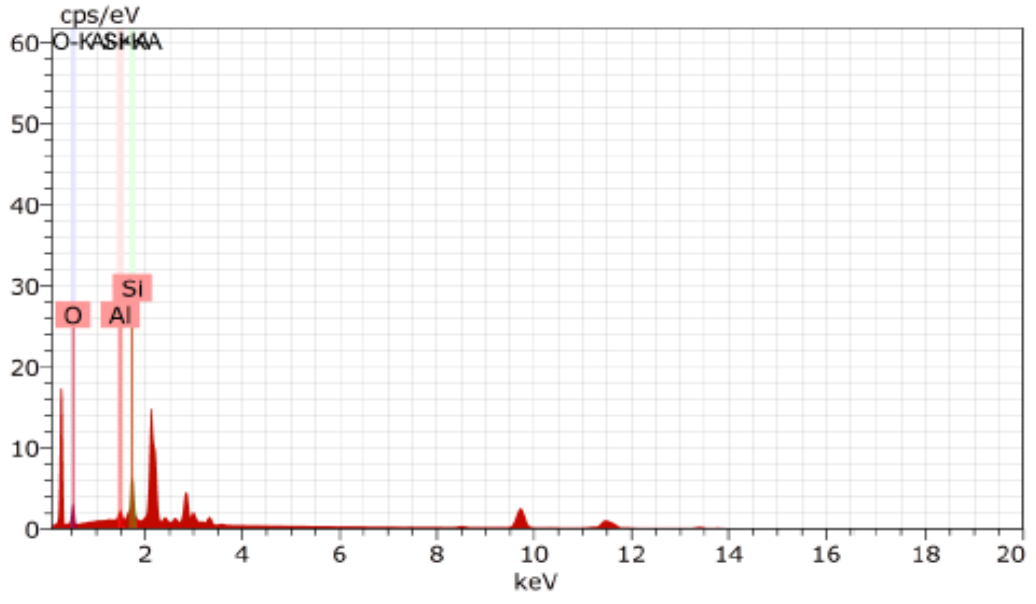
El	AN	Series	Norm. C [wt.%]	Atom. C [wt.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
Al	13	K-series	8.53	6.03	0.07
Si	14	K-series	29.37	19.94	0.12
O	8	K-series	62.10	74.03	1.13
Total			100.00	100.00	



Şekil D.2 HNT SEM haritalama metodu ile element dağılımı



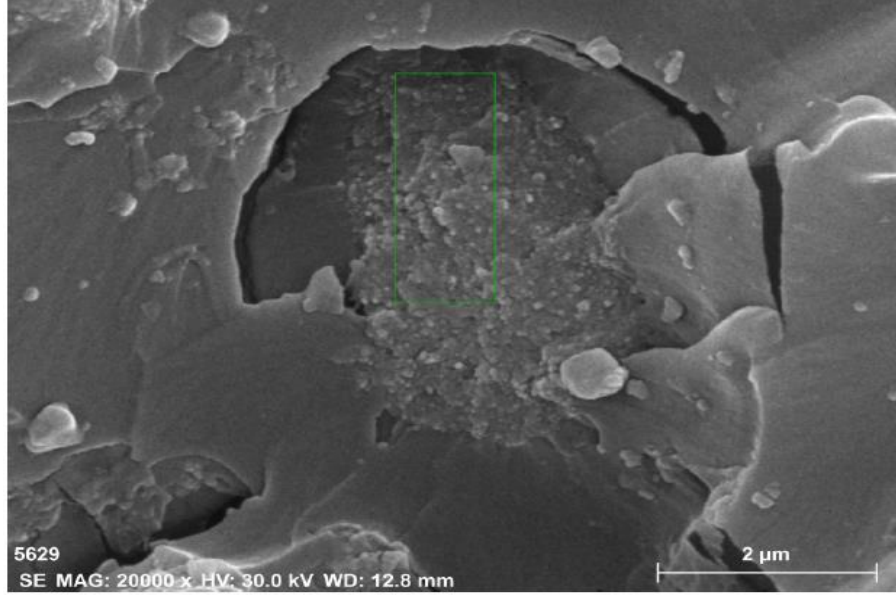
Şekil D.3 HNT SEM haritalama metodu ile ayrılmış element dağılımı



Şekil D.4 HNT SEM haritalama metodu iç yapı analizi

Ek E

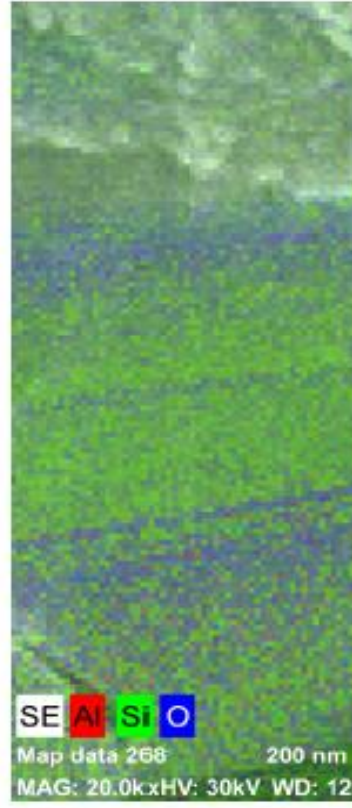
Nanokil katkılı numunenin yüzeyinde seçilen belli bir alanda haritalama metodu ile iç yapıdaki elementlerin yoğunluğa göre dağılımını gösteren analiz verilmiştir.



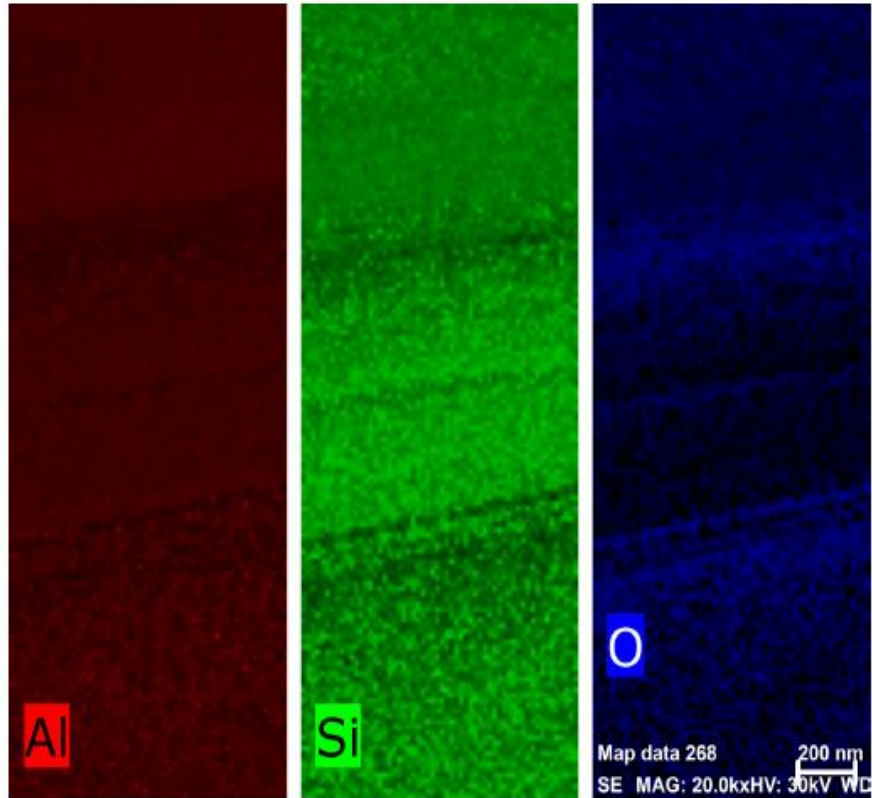
Şekil E.1 Nanokil haritalama analizi yapılan bölge

Tablo E.1 NanoKil iç yapıda bulunan element miktarları

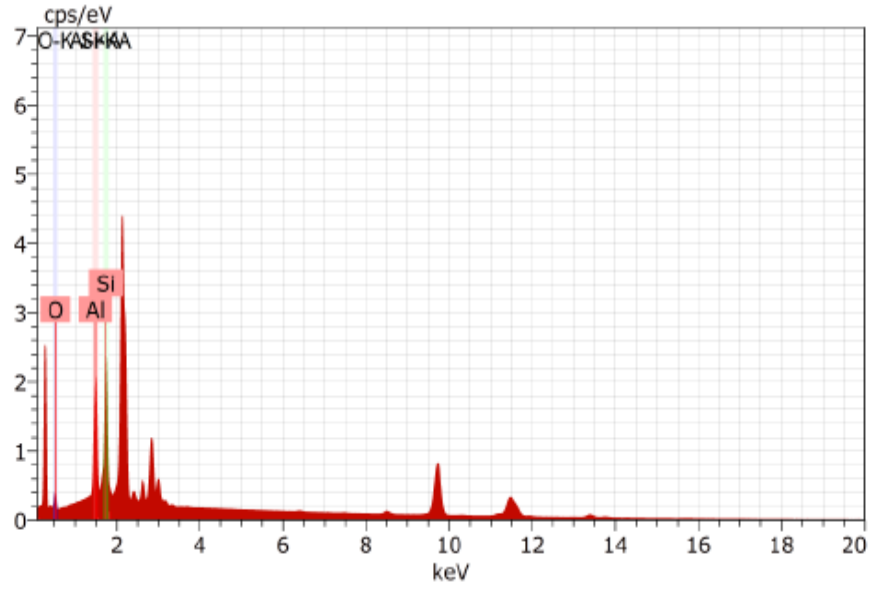
El	AN	Series	Norm. C [wt.%]	Atom. C [wt.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
Al	13	K-series	25.67	21.50	0.27
Si	14	K-series	43.63	35.12	0.39
O	8	K-series	30.70	43.37	2.55
Total			100.00	100.00	



Şekil E.2 NanoKil SEM haritalama metodu ile element dağılımı



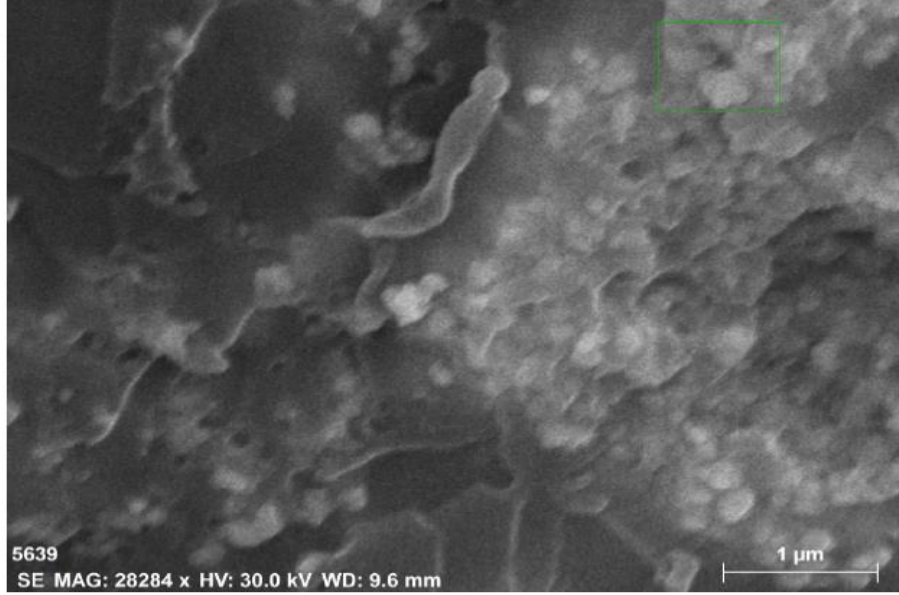
Şekil E.3 NanoKil SEM haritalama metodu ile ayrılmış element dağılımı



Şekil E.4 NanoKil SEM haritalama metodu iç yapı analizi

Ek F

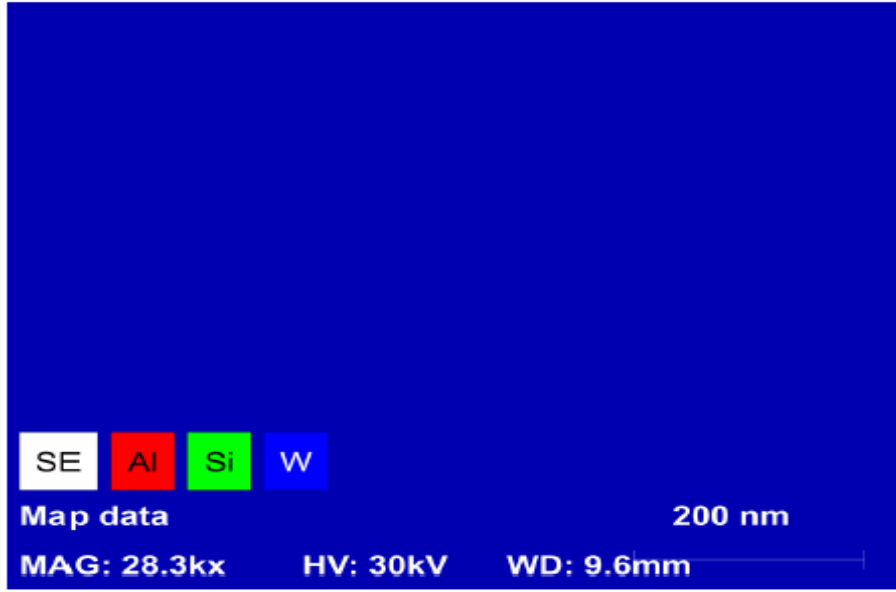
Tungsten Karbür(WC) katkılı numunenin yüzeyinde seçilen belli bir alanda haritalama metodu ile iç yapıdaki elementlerin yoğunluğa göre dağılımını gösteren analiz verilmiştir.



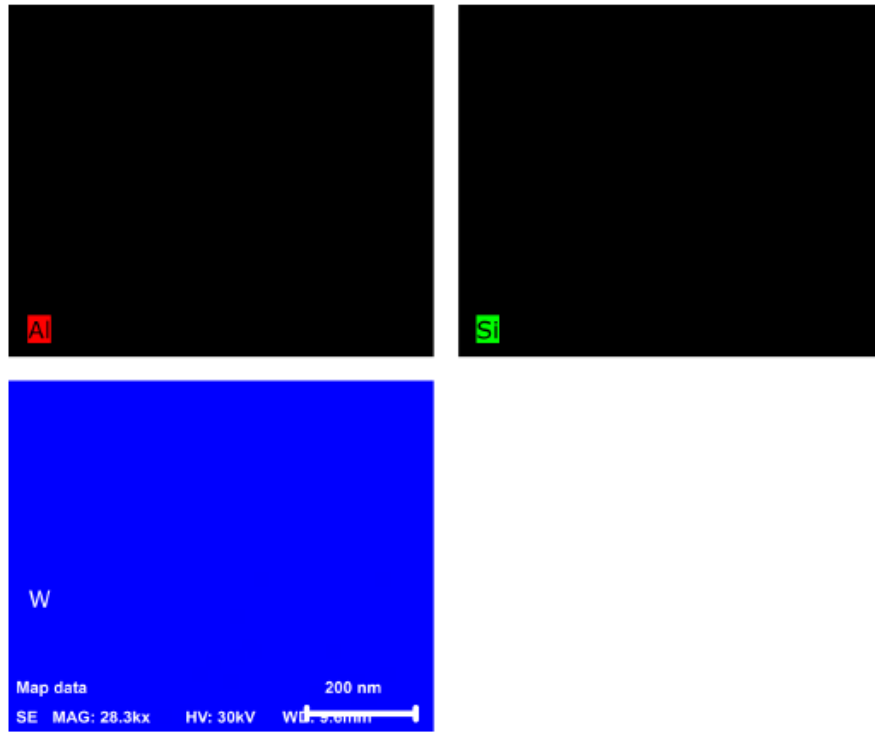
Şekil F.1 Nanokil haritalama analizi yapılan bölge

Tablo F.1 NanoKil iç yapıda bulunan element miktarları

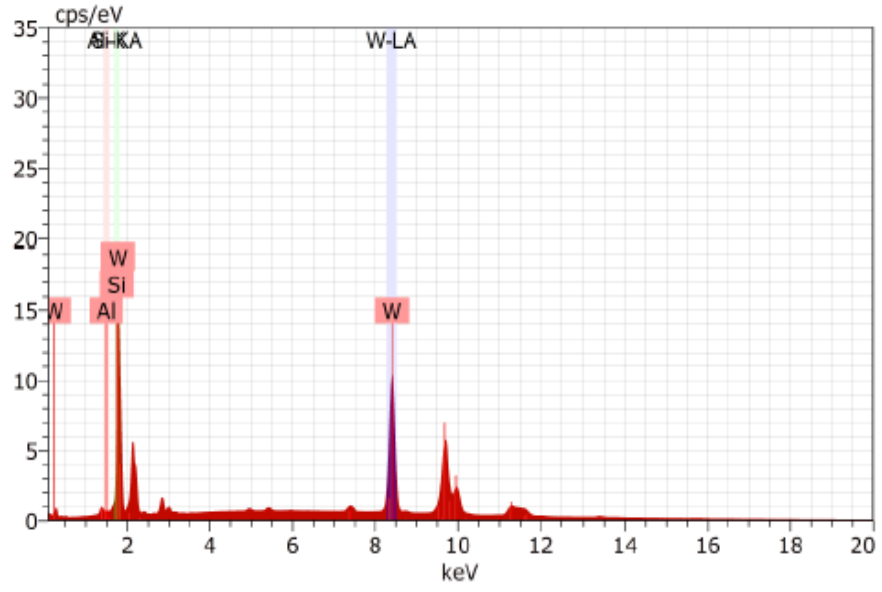
El	AN	Series	Norm. C [wt.%]	Atom. C [wt.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
Al	13	K-series	0.00	0.00	0.00
Si	14	K-series	0.00	0.00	0.00
WC	74	L-series	100.00	100.00	3.05
Total			100.00	100.00	



Şekil F.2 WC SEM haritalama metodu ile element dağılımı



Şekil F.3 WC SEM haritalama metodu ile ayrılmış element dağılımı



Şekil F.4 WC SEM haritalama metodu iç yapı analizi