



T.C.
KONYA TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ



**NAYLON 6.6 NANOELYAF İLE TAKVİYE
EDİLMİŞ EPOKSİ NANO
KOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ VE DİNAMİK
MEKANİK ANALİZİ (DMA)**

Mustafa Aker KESKİN

YÜKSEK LİSANS

Makine Mühendisliği Anabilim Dalı

Ağustos-2019
KONYA
Her Hakkı Saklıdır

TEZ KABUL VE ONAYI

Mustafa Aker KESKİN tarafından hazırlanan “NAYLON 6.6 NANOELYAF İLE TAKVIYE EDİLMİŞ EPOKSİ NANO KOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ VE DİNAMİK MEKANİK ANALİZİ (DMA)” adlı tez çalışması 20/08/2019 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oy çokluğu ile Konya Teknik Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Makine Mühendisliği Anabilim Dalı’nda YÜKSEK LİSANS olarak kabul edilmiştir.

Jüri Üyeleri

Başkan

Prof. Dr. Ömer Sinan ŞAHİN

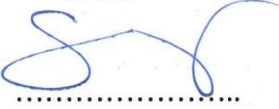


Danışman

Prof. Dr. Ahmet AVCI

Üye

Dr. Öğr. Üye. Gürol ÖNAL

İmza


.....

.....

.....

Yukarıdaki sonucu onaylarım.

Prof. Dr. HAKAN KARABÖRK
Enstitü Müdürü

Bu tez çalışması TÜBİTAK tarafından 213M500 nolu proje ile desteklenmiştir.

TEZ BİLDİRİMİ

Bu tezdeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edildiğini ve tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atıf yapıldığını bildiririm.

DECLARATION PAGE

I hereby declare that all information in this document has been obtained and presented in accordance with academic rules and ethical conduct. I also declare that, as required by these rules and conduct, I have fully cited and referenced all material and results that are not original to this work.



Mustafa Aker KESKİN

20.08.2019

ÖZET

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Naylon 6.6 Nanoelyaf ile Takviye Edilmiş Epoksi Nano Kompozitlerin Üretimi ve Dinamik Mekanik Analizi (DMA)

Mustafa Aker KESKİN

Konya Teknik Üniversitesi
Lisansüstü Eğitim Enstitüsü
Makine Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Ahmet AVCI

2019, 83 Sayfa

Jüri

Prof. Dr. Ömer Sinan ŞAHİN
Prof. Dr. Ahmet AVCI
Dr. Öğr. Üye. Gürol ÖNAL

Bu tez çalışmamda ark deşarj yöntemiyle nano partikül gadolinyum oksit ve öğütme yöntemiyle nano partikül bor karbür üretilmiştir. Elektro eğirme yöntemiyle ise saf N6.6, N6.6. ağırlığına % 0.1 B₄C takviye edilmiş N6.6 nano elyaf, N6.6. ağırlığına % 0.1 Gd₂O₃ takviye edilmiş N6.6 nano elyaf ve N6.6 ağırlığına % 0.05 B₄C, % 0.05 Gd₂O₃ takviye edilmiş nano elyaflar üretilmiştir. Daha sonra farklı takviye edilmiş malzemelerden üretilen N6.6 nano keçeler el yatırma yöntemiyle epoksi üzerine nano keçe üzerine epoksi şekilde 16 kere tekrardan sonra 16 katmanlı nano kompozit malzeme üretilmiştir. Kıyaslama açısından birde saf epoksi malzemesi aynı boyutlarda dökülerek hepsi kurluşmeden geçirilerek deney numuneleri hazır hale gelmiştir. Üretilen nano kompozit malzemelerin karakterizasyonu Fourier dönüşümlü infrared spektrometre (FT-IR), taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelenmiştir. Nano malzemelerin karakterizasyonu için ise geçirimli elektron mikroskobu (TEM), SEM, X-Işınları kırınım cihazı (XRD) ve enerji dağılım spektrometre (EDX) cihazları kullanılmıştır. Ayrıca kırılma yüzeylerinin hasar mekanizmaları ise SEM cihazı kullanılarak incelenmiştir. Nano kompozit malzemelerin mekanik özellikleri ise Selçuk Üniversitesinde çekme testi, Kocaeli Üniversitesinde ise Dinamik Mekanik Analiz yapılarak belirlenmiştir.

Çekme grafiklerine bakıldığında üretilen nano kompozit malzemelerin saf epoksi malzemeye göre elastik modülünde artış gösterdiği kısaca B₄C nano partikül malzemesinin mukavemeti değeri diğer üretilen nano malzemelere kıyasla yüksek olduğu tespit edilmiştir. Dinamik mekanik analiz sonuçlarından sönümleme modülüne bakılarak nano elyaf takviyeli kompozit malzemenin saf epoksi malzemesine göre camsı geçiş sıcaklığı %1.01 oranında artmıştır. Hibrid malzemenin saf N6.6 nano elyaf takviyeli kompozit malzemeye göre %1.02 oranında artma meydana gelmiştir. N.6.6 nano fiberin içerisine takviye edilen nano partikülerinde eklenmesiyle camsı geçiş sıcaklığının daha fazla arttığı görülmektedir.

Anahtar Kelimeler: Elektro-eğirme, dinamik mekanik analiz, bor karbür, gadolinyum oksit, nano elyaflar, nano kompozit

ABSTRACT

MS THESIS

Production and Dynamic Mechanical Analysis of Nylon 6.6 Nanofiber Reinforced Epoxy Nanocomposites

Mustafa Aker KESKİN

**Konya Technical University
Institute of Graduate Studies
The Degree of Master of Science In Mechanical Engineering**

Advisor: Prof.Dr. Ahmet AVCI

2019, 83 Pages

**Jury
Prof. Dr. Ömer Sinan ŞAHİN
Prof. Dr. Ahmet AVCI
Assoc. Prof. Dr. Gürol ÖNAL**

In this thesis, nano particle gadolinium oxide by arc discharge method and nano particle boron carbide by grinding method were produced. Electrospinning is pure N6.6, N6.6. 0.1% by weight of B4C reinforced N6.6 nano fiber, N6.6. 0.1% by weight of Gd2O3 reinforced N6.6 nano fibers and 0.05% by weight of N6.6 B4C, 0.05 % Gd2O3 reinforced nano fibers were produced. Afterwards, N6.6 nano felts produced from different reinforced materials were produced by hand laying method and 16 layers of nano composite material was repeated after epoxy on epoxy 16 times. In comparison, pure epoxy material was poured in the same dimensions and all of them were cured and the test specimens were ready. The characterization of nano-composite materials was investigated by Fourier transform infrared spectrometer (FT-IR) and scanning electron microscopy (SEM). For the characterization of nanomaterials, permeability electron microscopy (TEM), SEM, X-ray diffraction device (XRD) and energy distribution spectrometer (EDX) devices were used. In addition, the damage mechanisms of the fracture surfaces were investigated using SEM.

Mechanical properties of nano-composite materials were determined by tensile test at Selçuk University and Dynamic Mechanical Analysis at Kocaeli University. When the drawing graphs are examined, it is determined that the elastic modulus of the nano composite materials increased in elastic modulus compared to the pure epoxy material. temperature increased by 1.01 %. Compared to pure N6.6 nano fiber reinforced composite material of the hybrid material, there was an increase of 1.02 %. It is seen that the glass transition temperature increases with the addition of N.6.6 nano fiber in the reinforced nano particles.

Keywords: Elektro-spinning, dynamic mechanical analysis, boron carbide, gadolinium oxide, nano fiber, nano composite

TEŞEKKÜRLER

Yüksek Lisans Tez çalışmanın süresince sabırla desteklerini gösteren tez danışmanım Prof. Dr. Ahmet AVCI'ya müteşekkirim.

Çalışmalarım boyunca nanopartikül üretimi yapımında yardımcı olan Tugay ÜSTÜN'e nano elyaf üretimi, nano kompozit üretimi aşamasında yol gösteren Makine Mühendisi Muhammet Ali ŞENYURT'a ve Araştırma Görevlisi Ahmet Caner TATAR'a teşekkürlerimi sunuyorum.

Dinamik Mekanik Analiz için Kocaeli Üniversitesi'nde tüm analizlerden faydalanma imkanı sunan Prof. Dr. Güralp ÖZKOÇ'a şükranlarımı sunarım

Bu süreçte destekleriyle beni yalnız bırakmayan değerli eşim Öznur KESKİN'e teşekkürlerimi sunuyorum.

Ayrıca, bu çalışmanın yapılabilmesi için deney numunelerin temin edilmesi ve incelenmesi gibi konularda maddi destek veren Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü'ne ve bursiyer olarak bulunduğum 213M500 nolu nano bor katkılı kompozitlerin nötron ve gama radyasyon soğuma özelliklerinin araştırılması isimli TÜBİTAK 1001 projesine ve proje yürütücüsü Prof. Dr. Oktay BAYKARA'ya teşekkürü bir borç bilirim.

Mustafa Aker KESKİN
KONYA-2019

İÇİNDEKİLER

ÖZET	iv
ABSTRACT.....	v
TEŞEKKÜRLER.....	vi
İÇİNDEKİLER.....	vii
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	ix
1. GİRİŞ.....	1
2. KAYNAK ARAŞTIRMASI.....	4
3. KURAMSAL TEMELLER.....	10
3.1. Nano Teknoloji Nedir?	10
3.2. Nano Partiküller	10
3.2.1. B ₄ C (Bor Karbür) Nano Partikül.....	12
3.2.2. Gd ₂ O ₃ (Gadolinium Oksit) Nano Partikül.....	13
3.3. Nano Fiberler ve Üretim Yöntemleri.....	14
3.4. Kompozit Malzemeler	17
3.4.1. Kompozit Malzemelerinin Sınıflandırılması.....	18
3.5. Termoset Malzemeler	23
3.6. Termoplastik Malzemeler	25
3.6.1. Naylon 6.6 Termoplastik Malzeme.....	25
3.7. DMA (Dinamik Mekanik Analiz) Prensipleri.....	26
3.7.1. Depolama Modülü (E')	27
3.7.2. Sönümleme Modülü (Tan(d)).....	28
3.7.3. Kayıp Modülü (E'').....	29
3.8. Nano Malzemelerde Kimyasal ve Fiziksel Özellikleri.....	30
3.8.1. Termo Gravimetrik Analiz (TGA)	31
3.8.2. Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR).....	33
3.8.3. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)	34
4. MATERYAL VE YÖNTEM.....	36
4.1. Gd ₂ O ₃ Nano Partikül Üretimi.....	36
4.2. B ₄ C Nano Partikül Üretimi.....	38
4.3. Elektro-eğirme Yöntemiyle Nano Elyaf Üretimi	39
4.3.1 Gd ₂ O ₃ ve B ₄ C Nano Partikül Katkılı Nano Elyaf Üretimi.....	41

4.4. Nano Keçe Takviyeli Nano Kompozit Malzemelerin Üretimi	42
5. ARAŞTIRMA SONUÇLARI ve TARTIŞMA	46
5.1. Gd ₂ O ₃ Nano Partikül Analizleri (SEM, TEM, XRD ve EDX)	46
5.2. B ₄ C Nano Partikül Analizleri (SEM, TEM, XRD ve EDX)	51
5.3. Nano Elyaf Malzemelerin Analizleri (SEM ve TEM).....	53
5.4. Kompozit Malzemelerin Analizleri (FTIR ve TGA).....	57
5.5. Çekme Testleri	58
5.6. Kompozit Malzemelerin SEM Analizi	62
5.6.1. N6.6 Nano Elyaf Takviyeli Kompozit Malzemesinin SEM Analizi.....	62
5.6.2. B ₄ C İlave Edilmiş N6.6 Nano Elyaf Takviyeli Kompozit Malzemesinin SEM Analizi	65
5.6.3. Gd ₂ O ₃ İlave Edilmiş N6.6 Nano Elyaf Takviyeli Kompozit Malzemesinin SEM Analizi.....	68
5.6.4. Gd ₂ O ₃ ve B ₄ C İlave Edilmiş N6.6 Nano Elyaf Takviyeli Kompozit Malzemesinin SEM Analizi	70
5.7. Dinamik Mekanik Analiz Sonuçları (DMA)	72
5.7.1. Depolama Modülü (E')	72
5.7.2. Sönümleme Modülü (Tan(d)).....	74
5.7.3. Kayıp Modülü (E'').....	76
6. SONUÇLAR VE ÖNERİLER	78
6.1. Sonuçlar	78
6.2. Öneriler.....	80
KAYNAKLAR	81
EKLER	Hata! Yer işareti tanımlanmamış.
ÖZGEÇMİŞ	84

SİMGELER VE KISALTMALAR

Simgeler

cm	: Santimetre
°	: Derece
°C	: Derece santigrat
E'	: Depolama Modülü
E''	: Kayıp Modülü
g	: Gram
GPa	: Giga Paskal
N	: Newton
K	: Kelvin
MPa	: Mega Paskal
m	: Metre
m ²	: Metrekare
µm	: Mikrometre
mm	: Milimetre
nm	: Nanometre
%	: Yüzde

Kısaltmalar

Al	: Alüminyum
ASTM	: American Society for Testing and Materials
B ₄ C	: Bor Karbür
DMA	: Dinamik Mekanik Analiz
DSC	: Differential scanning calorimetry (Diferansiyel taramalı kalorimetri)
EP	: Epoksi
FT-IR	: Fourier dönüşümü infrared spektroskopi
Gd ₂ O ₃	: Gadolinyum Oksit
N6.6	: Naylon 6.6
PAA	: Fosforik asit anodizasyon
PA6	: Poliamid 6
SEM	: Scanning Electron Microscope (Taramalı elektron mikroskobu)
Tan(d)	: Sönümleme Modülü
TEM	: Geçirimli Elketron mikroskobu
TGA	: Termogravimetrik analiz
T _g	: Camsı geçiş sıcaklığı

1. GİRİŞ

Nanopartiküller ve nanopartikül eklemeli ürünler ile ilgili arařtırmalar her geen gn artmaktadır. Modern bilim dnyası ve dnyanın nde gelen sanayi kuruluřları nanoteknolojiye yatırım yapmakta ve bilimsel alıřmaların hızlanması iin byk projelere imza atmaktadır. Kullanım sahalarından rneklerini incelediđimiz bu teknolojiye son derece muhtacıız.

Teknolojinin ok hızlı geliřtiđi gnmzde nanomalzeme sahasındaki ilerlemelerin takip edilmesi ve verilerin sanayimiz ierisinde de aktif olarak kullanılması gerekmektedir. Sanayi kuruluřlarının sorumluları ile akademisyenler arasındaki iliřki glendirilerek nanopartikller bařta olmak zere nanomalzemelerin sentezlenmesi ve kullanımı ile ilgili ortak projelerin yapılması bununla beraber geliřen dnyayı takip ederek teknolojik anlamda “geliřmiř lkeler” diye isimlendirdiđimiz lkelerin hızına yetiřmemiz gerekmektedir.

Nanoteknolojinin kullanım alanı olduka geniřtir ve her geen gn geniřlemektedir. Gnmzde fizik, kimya, biyoloji, bilgisayar, malzeme bilimi, elektronik gibi sahalarda kullanılabilmesiyle beraber tıp alanında da olduka farklı arařtırma ve bulgulara imkan sađlamaktadır. Geliřmekte olan ve gelecek vaad eden bir teknolojidir, halihazırda sınırlı sayıda uygulama sahası olmasıyla birlikte gelecekte geniř kullanım alanı bulacađı kaınılmaz bir gerektir.

Kompozit bir rn, ođunlukla birbirinden farklı nitelikleri olan en az iki veya daha fazla malzemenin birleřtirilmesi sonucu ortaya ıkar. İki malzeme, kompozit benzersiz nitelikler vermek amacıyla birlikte alıřır. Bununla beraber kompozit ierisinde bulunan farklı materyaller birbirlerinden ayrılmadıkları veya karıřmadıkları iin rahatlıkla ayırt edilebilirler.

Hem hayvanlarda hem de bitkilerde dođal kompozitler bulunur. Ahřap bir kompozittir - lignin adı verilen daha zayıf bir madde ile bir arada tutulan uzun selloz elyaflarından (polimer) yapılır. Selloz da pamuđun iinde bulunur, ancak onu birbirine bađlamak iin lignin olmadan ok daha zayıftır. İki zayıf madde - lignin ve selloz - birlikte ok daha gcl bir tane oluřturur.

Vcudunuzdaki kemik de bir kompozittir. Hidroksiapatit (esas olarak kalsiyum fosfat) denilen sert fakat kırılğan bir materyalden ve kollajen (protein) olan yumuřak ve esnek bir malzemedен yapılır. Kollajen ayrıca sa ve parmak tırnaklarında da bulunur.

Kendi başına iskelette fazla kullanılmayacaktı, ancak kemiğe vücudu desteklemek için gereken özellikleri vermek için hidroksiapatit ile birleşebilir.

İnsanlar binlerce yıldır kompozitler üretiyorlar. Erken bir örnek çamur tuğlaları. Çamur, bir yapı malzemesi vermek üzere bir tuğla şeklinde kurutulabilir. Ezmeye çalışırsanız güçlüdür (basınç dayanımı iyidir), ancak bükmeye çalışırsanız (kırılma mukavemeti zayıf oldukça kolay kırılır. Eğer germeye çalışırsanız, Straw çok güçlü görünüyor, ancak kolayca çökertebilirsiniz. Çamur ve samanı birbirine karıştırarak, hem sıkılaşmaya, hem de yırtılmaya karşı dayanıklı tuğlalar yapmak ve mükemmel yapı taşları yapmak mümkündür.

Başka bir eski bileşik betondur. Beton, agrega (küçük taşlar veya çakıl), çimento ve kumun bir karışımıdır. Sıkıştırma dayanımı iyidir (ezmeye karşı dayanıklıdır). Daha yakın zamanlarda, betona metal çubuklar veya teller eklenmesinin çekme (bükülme) mukavemetini artırabildiği bulunmuştur. Bu tür çubuk veya tel içeren betonarme beton denir.

İlk modern kompozit malzeme fiberglastı. Günümüzde hala tekne gövdeleri, spor malzemeleri, bina panelleri ve birçok araç gövdesi için kullanılmaktadır. Matris bir plastiktir ve donatı ince iplikler halinde yapılmış ve çoğu zaman bir çeşit kumaşa dokunmuş camdır. Kendi başına cam çok güçlüdür ancak kırılmandır ve keskin bir şekilde bükülürse kırılır. Plastik matris, cam elyafı bir arada tutar ve aynı zamanda üzerlerine etki eden kuvvetleri paylaşarak zarar görmelerini önler.

Bazı ileri kompozitler artık cam yerine karbon elyaf kullanılarak üretilmektedir. Bu malzemeler cam elyafından daha hafif ve daha sağlamdır, ancak üretilmesi daha pahalıdır.

Karbon nanotüpler de yeni kompozitler oluşturmak için başarıyla kullanılmıştır. Bunlar, sıradan karbon fiberlerle yapılan kompozitlerden daha hafif ve daha güçlüdür, ancak yine de son derece yüksektir. Bununla birlikte, daha hafif arabalar ve uçaklar yapmak için fırsatlar sunar (şu an sahip olduğumuzdan daha ağır yakıtlardan daha az yakıt kullanırlar).

Dünyanın en büyük yolcu uçağı olan yeni Airbus A380, tasarımında modern kompozitlerden faydalanıyor. A380'in% 20'sinden fazlası, özellikle karbon fiberlerle takviye edilmiş plastikten, kompozit malzemelerden yapılmıştır. Tasarım, geleneksel fiber alüminyumdan% 25 daha güçlü fakat% 20 daha hafif yeni bir kompozit olan cam elyaf takviyeli alüminyumun ilk büyük ölçekli kullanımınıdır.

Epoksi reçine mühendislik açısından yıllarca katkısı büyük bir malzeme haline gelmiştir. Epoksi esaslı malzemeler olağanüstü mekanik, termal ve elektriksel özellikler sağlamıştır (Jiang ve ark., 2007). Ek bir kullanma özelliklerini (örneğin inorganik dolgu maddeleri) güçlendirmek için faz epoksi reçineleri yaygın bir uygulama haline geldi.

Nano takviyeli kompozit malzemelerde ise nano ölçekli malzemeler artık takviye maddesi olarak kabul edilmektedir. Yüksek performanslı kompozit yapılar üretmek için malzeme daha gelişmiş özelliklere sahip olmaktadır. Mekanik, elektrik kimyasal ve fiziksel özelliklerde iyileştirmeler, gelişmeler büyük sonuçlara yol açmıştır. Bu tezde epoksi polimer reçinenin içerisine elektrosipinle üretilen naylon 6-6 nanofiber keçe (mat) tabakalanma yöntemiyle katılarak nanokompozitler üretilmiştir. Naylon 6-6 nanofiber keçe epoksi içerisinde tıpkı cam kumaş elyaf veya karbon kumaş elyaf gibi davranarak epoksinin mukavemetini ve mekanik özelliklerini iyileştirecek, tokluğunu ve kırılma tokluğunu artıracaktır. Epoksinin tek başına kullanım yerlerinden birisi yapı malzemelerinin yüzey kalitesinin iyileştirmesinde ve korozyona karşı direnç sağlanmasında film gibi kaplanarak koruma sağlamakta kullanılmaktadır. Bu kaplamanın darbeye ve aşınmalara karşı direnci azdır. Böyle bir epoksi kaplamanın direncini artırmak için içerisine termoset polimerlerden üretilen elektrosipin nanofiberler katılması uygun olacaktır. Bunun gibi epoksinin kullanıldığı birçok yerde özelliklerini iyileştirmek için polimer nanofiberlerin kullanılması tercih edilen bir konudur.

Bu tezde üretilmiş olan nano kompozitin DMA ile sinüzoidal bir kuvvet altında rijitliği yani depolanma modülü (storage modulus) ve sönümlemesi (sönümleme) ölçülmüştür. Depolanma modülü aynı faz içerisindeki genlik değeriyle ifade edilir. Faz dışındaki genlik değerine kayıp modülü denir. Depolanma modülü malzemenin elastik davranışının bir ölçüsüdür. Kayıp modülünün depolanma modülüne oranına sönümleme denir. Sönümleme tan delta ile ifade edilir. Bu da tekrarlı bir yük altında malzemenin enerji kaybının (energy dissipation) bir ölçüsüdür. Bu nanokompozitlerin ana malzemesi ve takviye malzemesi polimer olduğundan DMA özelliklerinin incelenmesi gayet uygun ve gereklidir.

2. KAYNAK ARAŞTIRMASI

Geleneksel metodlarla elde edilen ürün, cihaz ve makine parçaları hızla gelişen teknoloji ve sanayileşmeyle beraber artan talebe cevap verememektedir. Bu sebeple katma değer payı yüksek, işlevsel ve getirisi fazla olan ileri teknoloji ürünlerin geliştirilmesi üzerine yapılan araştırma-geliştirme (AR-GE) çalışmaları her geçen gün artmaktadır. Başta nanoteknolojinin yaşam alanı bulmasıyla yeni nesil ürünler üretilerek birçok sahada değişen ve gelişen beklentileri karşılamak mümkün hale gelmiştir. Bu ürünlerden biri de kompozitlerdir. (Martone ve ark., 2010).

Kara elmas olarak da bilinen bor karbür (B_4C) üçüncü en sert malzemedir (elmas ve kübik bor nitrid, c-BN yanında). $1300\text{ }^\circ\text{C}$ 'nin üstünde, elmas ve c-BN'den bile daha serttir. İyi kimyasal direnç ve büyük nötron yakalama kesiti ile radyasyondan korunma, aşındırıcı aletler vb. gibi birçok alanda kullanılabilir. Düşük yoğunluğundan (2.52 g/cm^3) dolayı, önemli uygulamalardan biri, esas olarak sıcak presleme ile üretilen yüksek performanslı vücut zırhı karoları içindir. Bor karbür nanoparçacıkları, ise magnezyum diborürün termal ayrışmasından elde edilen borun, vakum içinde 3 saat boyunca $1150\text{ }^\circ\text{C}$ 'de çok duvarlı karbon nanotüplerle, bir reaksiyonu ile yapılmıştır. Nanopartiküllerin boyutu 100 nm 'den daha küçüktür. Çok duvarlı karbon nanotüplerin bambu yapısı, bu tür nanoparçacıkların başarılı bir şekilde sentezlenmesinin anahtarıdır. Elektron mikroskobu görüntüleri ve X ışını kırınım desenleri taranarak iyi kristallenme gösterilmiştir. Her bir nano partikülün tek kristalli doğası, bir transmisyon elektron mikroskobu kullanılarak elde edilen yüksek çözünürlüklü bir kafes görüntüsü ile kanıtlanmıştır (Chen ve ark., 2004).

Nano ölçeğe indirgenmiş malzemeler ani bir şekilde, iki etkiden dolayı mikro ölçekte bulunanlara kıyasla çeşitli özellikler gösterebilir. İlk olarak, yüzey etkilerinin bakış açısından, iç atomlardan daha fazla yüzey atomu ve daha fazla serbest enerji yüzeyi mevcuttur (artan yüzey alanı ve yüzey atomları, partiküllerle ilişkili yüzey enerjisinde bir artışa neden olur). Dahası, maddenin yüzey alanını arttırmanın genellikle kimyasal reaksiyon oranını arttırdığı görülmektedir. İkincisi, hacim etkilerine gelince, daha düşük dalga boyları (daha yüksek frekans ve daha yüksek enerji) optik soğurma spektrumları için atomların kaymasına neden olur ve parçacık malzemedeki manyetik alandan daha küçük olduğunda süper paramanyetizma oluşur. Bir diğer önemli husus, serbest elektron modelinde, ortalama enerji mesafesinin olmasıdır. Nano ölçekli bilim ve teknolojinin temel amacı, kontrollü boyut ve şekilde nanomalzemeleri

sentezlemektir. Nano yapıların şekli, fiziksel ve kimyasal özelliklerinin önemli bir belirleyicisidir, farklı şekiller genellikle farklı yüzey yapıları gösterir ve her zaman farklı aktif düzlemleri ortaya çıkarır. Nano yapı şeklinin özelliklerini kontrol edebileceği açıktır ve Belirli bir uygulamada faydası vardır. Gd_2O_3 nanoparçacıkları, ticari mikro boyuttaki Gd_2O_3 tozlarından basit bir elektrokimyasal yöntemle sentezlendi. Sentezlenen tozlar, X-ışını toz kırınımı (XRD), taramalı elektron mikroskobu (SEM), transmisyon elektron mikroskobu (TEM) ve Fourier dönüşümlü kızılötesi ile karakterize edildi. Solüsyon pH'sının numunenin morfolojik özellikleri üzerindeki etkileri incelendi. Bu çalışmada geliştirilen strateji, Gd_2O_3 nanoparçacıklarının, mikro boyuttaki Gd_2O_3 tozlarından sentezlenmesinde, geleneksel yollarla karşılaştırıldığında önemli avantajlar sunmaktadır (Yousefi ve ark., 2015).

Çapı 500 nm'nin altında olan nano fiberlerde keskin şekilde artan elektrospin poliamid (Naylon-6.6) nano fiberlerin elastik modülü, hem eğilme hem de çekme deformasyon modları ile ölçülmüştür. Nanofiber yüzey enerjisi bükülme ile ölçülen elastik module önemli ölçüde katkıda bulunduğundan, ancak gerdirme ile elde edilen modulde ihmal edilebildiğinden, yüzey enerjisinin modu le katkısı her iki deformasyon tipinden sonra toplanan veri setlerinden hesaplanabilir. Sonuçlar açıkça, nano elyafların elastik modulündeki ani artışın, yüzeysel bir enerji etkisine niteliksel ya da niceliksel olarak atfedilemeyeceğini göstermektedir. Sunulan sonuçlar, yüzey enerjisinin elastik module katkısı ile ilgili önceki iddialarla çelişmektedir. Ek olarak, bu veriler, nano lif işleme sırasında oluşan nano nesnelere içindeki süper moleküler yapıların sınırlandırılmasının, elastik modulde gözlenen modifikasyondan sorumlu olduğunu göstermektedir (Burman ve ark., 2011).

Poliakrilonitril (PAN) nano elyafları, elektrospinleme tekniği ile üretildi ve pimin birleşik kompozitin yük taşıma gücünü artırmak için doğrudan karbon kumaş laminatlar üzerine bırakıldı. İki tip örnek laminatlar ve nano-modifiyeli laminatlar hazırlandı. Modifiye edilmiş bir karbon fiber takviyeli polimer (CFRP) laminat, sekiz katlı bir dokuma karbon fiber kumaşın bütün katmanlarında elektrospin nano elyafların harmanlanmasıyla üretildi. Pimin birleştirilmiş laminatların yük taşıma testi sonuçları, elektrospin PAN nano fiberlerin yük taşıma gücünü% 18,9 artırdığını gösterdi. Ek olarak, her iki laminatın bükülme modülünü ve bükülme dayanımını incelemek için üç nokta bükme testi de yapılmış. Eğilme modülü ve eğilme gücü de sırasıyla% 20.9 ve% 55.91 artışı görülmektedir (Herwan ve ark., 2016).

Etkili bir nötron koruyucu malzeme hazırlamak için sadece nötron değil, aynı zamanda gama absorpsiyonu da dikkate alınmalıdır. Bu araştırmada, polimer nanokompozit bazlı yeni tip bir çok işlevli nötron koruyucu madde tasarlandı ve üretildi. Bu amaçla, yüksek yoğunluklu polietilen (HDPE), eriyik-bileşikleme tekniği kullanılarak ortalama parçacık büyüklüğü 100 nm olan farklı miktarlarda altıgen bor nitrür (h-BN) ve Gd₂O₃ nanoparçacıkları ile birleştirildi. Nanokompozitlerin mekanik, ısıl ve morfolojik özellikleri incelenmiş. Dolgu içeriği arttıkça, değişken nötron soğurma eğrilerine rağmen hem nötron hem de gama akışlarının emilimi arttı görülmüştür. H-BN ve Gd₂O₃ nano partiküllerin eklenmesi, üçlü kalkanların hem nötron hem de gama zayıflatma özellikleri (Σ , cm⁻¹ ve μ/ρ , cm⁻² / g) üzerinde önemli bir etkiye sahipti ve % 200-280 oranında bir artış saptanmıştır (İrim ve ark., 2018).

Bu çalışmada, elektrospin yöntemiyle üretilen farklı sayıda nanofiber naylon 6.6 katmanı ile takviye edilmiş epoksi reçinenin mekanik özellikleri incelenmiştir. Elektrospinleme için ağırlık % 10'luk Naylon 6.6 / formik asit çözeltisi kullanıldı. Lamine kompozit plakaları üretmek için özel kalıplar hazırlandı. Statik gerilme testleri yapıldı ve örnekler temel mekanik özelliklerinin bir yönü olan kopma dayanımı ve kopma uzaması açısından değerlendirildi (Yapıcı ve ark., 2016).

Teknoloji alanları farklı gruplar içinde olsalar da birbirlerinden ayrı düşünülemez. Teknolojilerin birbiriyle ilişkisi çapraz teknoloji etkisi olarak adlandırılmaktadır. Örnek olarak nano malzeme teknolojisi ve kompozit malzeme teknolojisi farklı teknoloji grubu altında olmalarına rağmen, nano malzemeler son zamanlarda kompozit malzeme takviye veya reçine fazı içinde nano-parçacıklar veya nano-tüpler şeklinde kullanılmaktadır (Lin ve ark., 2008) .

Zhou ve ark. (2008), Semikristalin polilaktit (PLA), yüksek gerilme mukavemeti ve modülü sergiler, ancak kopma ve tokluk çok düşüktür. Bu çalışmada, PLA nano boyutlu çökeltilmiş kalsiyum karbonat (NPCC) ve organik olarak modifiye edilmiş montmorillonit (MMT) kili içeren nanokompozitler eriyik ekstrüzyon yoluyla üretilmiştir. Morfolojiler, çekme mekanik özellikleri, dinamik mekanik analiz ve reolojik özellikler, polimereno partikül etkileşimleri, PLA/NPCC ve PLA/MMT nanokompozitlerin sertleştirme mekanizmaları karşılaştırıldı. MMTand NPCC önemli ölçüde deneyler sonucu farklılıklar görüldü. PLA nanokompozitlerin mukavemeti, modülü ve uzaması üzerinde farklı etkiler tespit edildi. Farklı sertleştirme mekanizmaları ilk önce açıklığa kavuşturuldu. Tek eksenli gerilme altında büyük her iki PLA nanokompozitinde de çok miktarda mikro boşluk rastlanmıştır. PLA /NPCC'deki

mikro boşluklar, PLA /MMT, özellikle ağırlık olarak% 2.5 MMT olan nano-kompozitte kayma verimi ile sonuçlanmıştır.

PLA/NPCC ve PLA / MMT nanokompozitler hazırlandı. İkiz vidalı bir ekstruder ve enjeksiyon kullanarak eriyik bileşik ile test numunelerini hazırlandı. Enjeksiyon kalıplamada PLA örnekler tamamen amorf yapıda tespit edilmiştir. Araya eklenen PLA sayesinde MMT'nin görüldüğü ve her ikisinin de iyi dispersiyonları olduğu ortaya çıktı. Dolgu maddesi olarak konsantrasyonunda nanopartiküller ağırlık olarak %5 tir. Konsanstrasyonun artması ile topaklanmalar meydana geldi.

Mikromekanik deformasyonun kanıtı SEM ve TEM görüntülerinde NPCC, çarpma sırasını kitlesel crazing ile arttırdı tüm gösterge uzunluğundan nedeniyle matris sonunda başarısız oldu. Düşük konsantrasyonda MMT (örneğin, ağırlık olarak% 2.5), kopma-koparma kaymasını büyük ölçüde arttırdı. Polimerde büyük ölçekli kayma deformasyonu bulundu. MMT yığınları arasındaki bağlar, bu tür plastikler PLA / CaCO₃ nanokompozitlerinde kayma deformasyonu görülmedi. MMT, mikro boşluklar arasında yer alan yığınları birleştirerek büyük ölçekli kayma verimi sağlamıştır. Daha yüksek MMT konsantrasyonlarında, topaklanma olduğundan kayma mukavemeti azalmıştır (Zhou ve ark., 2008).

Biyomateryaller, otomobil, spor, tıp, sivil ve tekstil endüstrisi gibi her türlü uygulama alanında kullanılmak üzere araştırma birliği arasındaki arayışı artmıştır. Doğal elyaf takviyeli polimer kompozitlerin uygulama yelpazesi, yapısal ve tribolojik uygulamaları olan mühendisliğin her alanında global olarak yayılmaktadır. Bu çalışma bölgesel olarak temin edilebilir ucuz bitki bazlı doğal elyaf takviyeli polimer kompozitlerin tribolojik performansını araştırmaktadır. Bu çalışmada, doğal elyaf takviyeli polimer kompozitleri (NFRP) ve bunların hibrit kompozitlerini (jüt / kenevir / epoksi, kenevir / keten / epoksi ve jüt / kenevir / keten / epoksi) elle yerleştirme tekniği kullanılarak üretilmiştir. Geliştirilen biyo-kompozitlerin tribolojik performansları, uygulanan yük (10-50 N), kayma hızı (1-5 m /s) ve kayma gibi farklı proses parametrelerinde sürtünme özellikleri ve kuru temas koşullarında kayma aşınması açısından değerlendirilmiştir. Mesafe (1000-2000 m'dir). Aşınma analizinin deneysel sonuçları, doğal elyafların epoksi polimer matrisine takviyesi ile geliştirilen NFRP kompozitlerinin saf epoksi polimerine kıyasla aşınma davranışını önemli ölçüde arttırdığını doğruladı. Tüm geliştirilen kompozitler arasında, jüt / epoksi kompozit en yüksek sürtünme katsayısına, sürtünme kuvvetine ve spesifik aşınma oranına ulaşmıştır. Geliştirilen kompozitlerin viskoelastik davranışlarını değerlendirmek için dinamik

mekanik analiz (DMA) da uygulanmıştır. Aşınma testinden sonra numunelerin yüzey morfolojisi, geliştirilen kompozitin olası aşınma mekanizmasını araştırmak ve önermek için taramalı elektron mikroskobu incelenmiştir (Chaudhary ve ark., 2018).

Hem grafen oksit (GO) hem de bisfenol-A fonksiyonelleştirilmiş GO (DGEBA-f-GO) tabakalarının eteri ile doldurulmuş epoksi kompozitler, farklı oranlarda hazırlanmıştır. Yüzey modifikasyonu, morfoloji, dispersiyon/eksfoliyasyon ve tabakaların arayüzey etkileşimi ile kompozitlerin mukabil mekanik ve termal özellikleri arasındaki korelasyonlar sistematik olarak incelenmiştir. DGEBA katmanının yüzey işlevselliğinin, GO levhaların epoksi matrisindeki uyumluluğunu ve dağılımını etkili bir şekilde geliştirdiği bulunmuştur. Çekme deneyi, DGEBA-f-GO/epoksi kompozitlerin, düzgün epoksi veya GO/epoksi kompozitlerden daha yüksek gerilme modülü ve kuvvetine sahip olduğunu göstermiştir. Ağırlıkça %0.25 DGEBA-f -GO olan epoksi kompozit için gerilme modülü ve mukavemeti, sırasıyla 3.15 ± 0.11 'den 3.56 ± 0.08 GPa'ya (% 13) ve 52.98 ± 5.82 'den 92.94 ± 5.03 MPa'a (% 75) yükselmiştir. Ayrıca, yüzey işlevselleşmesi durumunda, gelişmiş yarı statik kırılma tokluğu (KIC) ölçülmüştür. Ağırlığı %0.25 oranında GO ve DGEBA-GO, epoksi kompozitlerinin KIC değerlerinde sırasıyla %26 ve %41 iyileştirmeler saptanmıştır. Kırılma yüzey analizi DGEBA-GO ve matris arasında daha iyi bir arayüzey etkileşimi olduğunu gösterdi. Ayrıca, DGEBA-GO /epoksi kompozitlerin artan cam geçiş sıcaklığı ve termal stabilitesi, GO/epoksi kompozitlerinkilerle karşılaştırıldığında dinamik mekanik özellikler ve termo-gravimetrik analizlerde de gözlenmiş olup iyileşmeler saptanmıştır (Wan ve ark., 2014).

Kimyasal olarak işlevselleştirilmiş pul pul dökülmüş grafit dolgulu epoksi kompozitler, ağırlıkça% 2 ila% 20 deney numuneleri hazırlamıştır. Geniş açılı X ışını kırınımı dolguda bir eşkenar dörtgen karbon yapı ortaya çıkarmıştır. Epoksi ve grafit dolgu maddesi arasındaki gelişmiş etkileşim, kimyasal olarak işlevselleştirilmiş grafit/epoksi kompozitler için kauçuk modülündeki bir gelişme ile kanıtlanmıştır. Nanoparçacık dolgulu epoksi kompozitlerin termal ve elektriksel özellikleri ölçülmüştür. Kimyasal olarak işlevselleştirilmiş grafitin elektriksel özelliği saf epoksi kompozitlerde daha düşük çıkmıştır. Bununla birlikte, kimyasal olarak işlevselleştirilmiş grafit/epoksi kompozitin termal iletkenliği, ağırlıkça %20 yük seviyesinde saf epoksi reçinesi üzerinde 28 kat artmıştır (Ganguli ve ark., 2008).

Ağırlıkça %-2.5-5 grafitle güçlendirilmiş bisfenol A'nın (DGEBA) anhidritle muamele edilmiş diglisidil eteri imal edilmiştir. Bu kompozitlerin yapısal, mekanik,

viskoelastik ve termal özellikleri çalışılmış ve karşılaştırılmıştır. XRD çalışmaları, kompozitlerin işlenmesinin saf grafitin orijinal aralığını değiştirmedini göstermiştir. Kompozitlerin çekme özelliği ölçümleri, grafit trombositlerin konsantrasyonunun artmasıyla daha yüksek elastik modül ve çekme dayanımı göstermiştir. Kompozitlerin depolama modülü ve cam geçiş sıcaklıkları (Tg) da artan trombosit konsantrasyonu ile birlikte artmıştır, ancak, termal genişleme katsayısı grafit trombositlerin eklenmesi ile azalmıştır (Yasmin ve Daniel, 2004).

Ağırlık olarak %3 ve %5 grafit nanoplateletlere (GnPs) sahip olan epoksi kompozitleri, bir sonikasyon işlemi ve ardından üç merdaneli öğütmeyi takiben bir epoksi reçinesi içinde dağıtılmış GnP büyüklükleri ~5 ve <1 µm ile imal edilmiştir. Kompozitlerin morfolojisi, mekanik ve termal özellikleri incelenmiştir. Bu nanokompozitlerin gerilme ve eğilme özellikleri ölçümleri, küçük GnPs boyutlarının artan konsantrasyonu (< 1µ m, GnP-C750) ile daha yüksek modül ve kuvvet göstermiştir. Daha büyük GnPs boyutlarının (~5 µm, GnP-5) birleştirilmesi, gerilme ve bükülme modülünü önemli ölçüde arttırmıştır ancak sonuçta ortaya çıkan kompozitlerin mukavemetini düşürmüştür. 35 °C'de, GnP-5/epoksi kompozitlerin dinamik mekanik analiz sonuçlarıyla depolama modülü, artan trombosit konsantrasyonu ile birlikte artmıştır. Daha küçük GnP-C750, depolama modülünü ağırlıkça %3 yükleme sırasında %5, ancak ağırlıkça %5 yükleme oranında sadece %2 artma meydana gelmiştir. Kompozitlerin camsı geçiş sıcaklıkları, GnP partikül ebadına bakmaksızın artan trombosit konsantrasyonu ile artmıştır (Wang ve ark., 2015).

3. KURAMSAL TEMELLER

3.1. Nano Teknoloji Nedir?

Nanoteknoloji, hangi atomların kullanıldığına bağlı olarak 3 ila 6 atom arasında çok küçük bir ünite olan nano ölçekte yapılan çalışmadır. Bir nanometre, metrenin milyarda biridir. Perspektif içine koymak için, bir kağıt yaprağı kabaca 100.000 nanometre kalınlığında, insan saçı yaklaşık 80.000 nanometre çapındadır ve parmak tırnaklarınız saniyede bir nanometre çıkarır. Bunu görebilmek için (1981'de icat edilmiş) bir tarama sonda mikroskobu kullanmanız gerekir.

Nanoteknoloji ilk kez Nobel ödüllü fizikçi Richard Feynman tarafından şu anki ünlü dersi sırasında Cal Cal'daki Amerikan Fiziksel Toplantı Topluluğunda "Altta bolca yer var" diyerek dile getirdi. Nano ölçekli makineler inşa etmenin mümkün olabileceğini belirterek "Atomları istediğimiz şekilde düzenleyelim" ifadesini kullandı.

Nano ürünlerin ve nano kompozit malzemelerin fosil yakıt endüstrilerinin verimliliğini arttırma işlevi vardır. Nano kompozitlerin sık olarak kullanılması ile daha yüksek verimliliğe sahip motorların ve çevre dostu ulaşım sistemlerinin kurulması mümkündür. Bununla beraber temiz içme ve kullanma suyu sağlanmasında nano teknoloji büyük hizmetler sunacaktır. Tıp ve sağlık alanlarında uygulanacak teknolojilerin geliştirilmesiyle biyoteknoloji ilaç ve tarım sektörleri bu teknolojiyi kullanacaktır. Yeni ilaçlar ile gübreler daha verimli ve hastalıklara mukavemetli bitkilerle hayvanlar birçok üniversite ve özel sektör kuruluşlarının araştırma sahalarının içerisinde bulunmaktadır.

3.2. Nano Partiküller

Nanoteknoloji, modern temel bilimin bir beynidir. Profesyonel olarak uzman kimyagerler, fizikçiler, matematikçiler, malzeme bilimcileri, doktorlar, bilgisayar bilimcileri, mühendisler ve benzerlerinin çabalarını birleştiren çok karmaşık bir profesyonel alandır. Günümüzde nanoparçacık araştırması, biyomedikal, optik ve elektronik alanlardaki geniş potansiyel uygulamasından dolayı yoğun bir şekilde araştırılmaktadır. Nanopartiküller, mikro boyutta malzemeler ve moleküler (atomik) yapılar arasında dar bir köprüdür. Mikro boyuttaki malzemeler sabit fiziksel özelliklere sahiptir, çünkü bunlar uzayda ayrı ayrı yönlendirilmiş rasgele taneler içeren tanecik

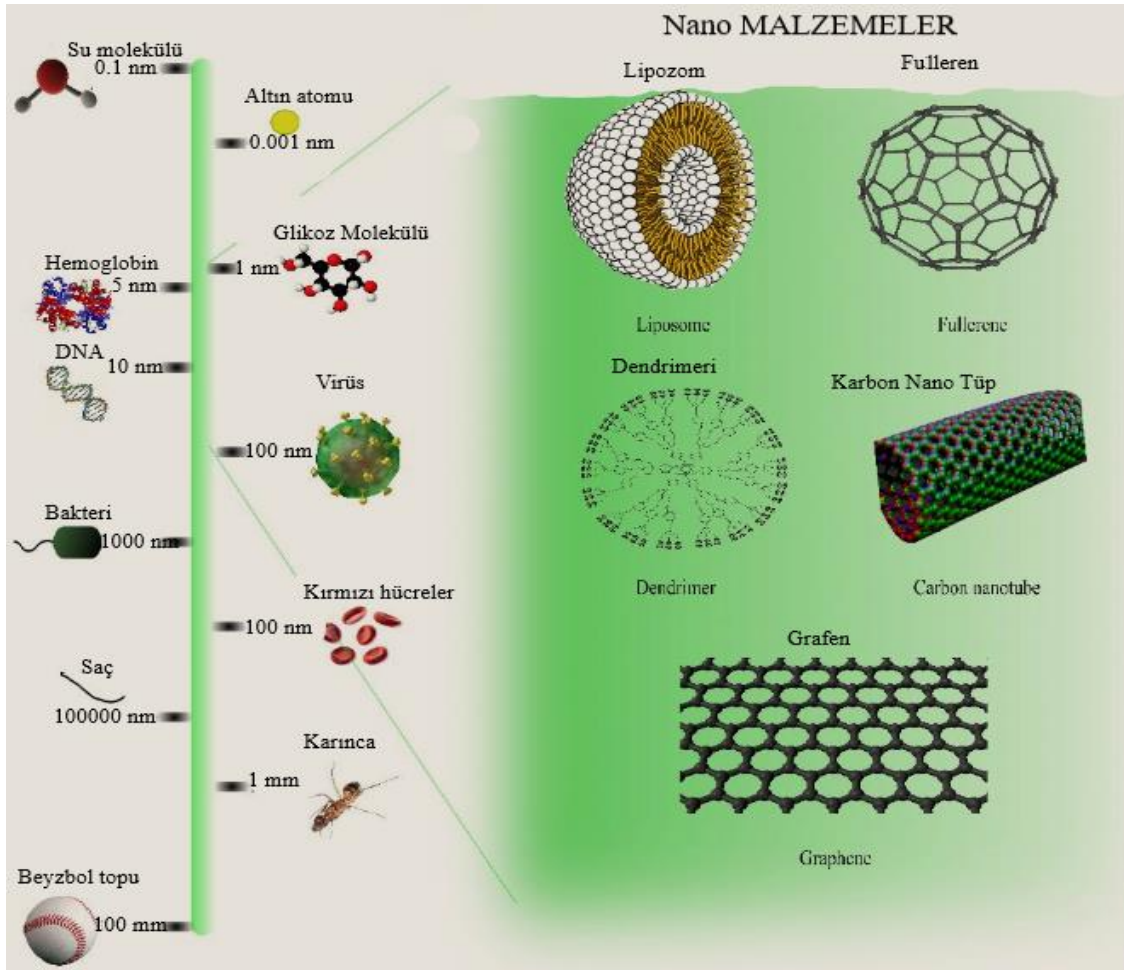
yapılarına sahiptir ve tanecik sınırları boyunca birbirleriyle temas halindedirler, ancak nanomalzemeler tek bir taneden kristal bir kafes içinde yönlendirilmiş tüm atomlarla oluşturulur. Nanomalzemeleri mikro boyuttaki malzemelerden ayıran temel özellikleri;

- Yüzey atomlarının büyük kısmıdır
- Yüksek yüzey enerjisi
- Hacimsel sınırlama
- Karşılık gelen mikro boyuttaki malzemelerde bulunmayan kusurlu sayıları azaltma (Pradhan, 2013).

Nanomalzemelerin kullanımı, aşağıdaki avantajları sağlar: Birincisi, nanomalzemeler çok küçük parçacıklardan oluştuğu için, süper minyatürleşmenin başarılmasını teşvik eder ve nanoelektronikler için yararlı olabilecek nano yapılar birbirine çok yakın bir şekilde paketlenir. İkincisi, küçük boyutlarından dolayı, nanomalzemelerin içinde oldukları ve çevreleri arasındaki etkileşimi artıran geniş ve özel yüzey alanları vardır (Pradhan, 2013).

Geçtiğimiz on yıl boyunca, metaller, yarı iletkenler ve metal oksitler gibi nanoparçacıklar bilgi, enerji, çevre ve tıbbi teknolojiler alanındaki çok çeşitli uygulamalar için nanoteknoloji alanında esas olarak boyut, kompozisyon ve yapı tarafından belirlenen benzersiz veya geliştirilmiş özellikleri nedeniyle önemli bir araştırma ilgisi olmuştur. Nanoparçacık sentezi, tipleri, karakterizasyonu ve nanoteknoloji ile ilgili en gelişmiş uygulamalara odaklanmaktadır (Heera ve Shanmugam, 2015).

Nanoparçacıklar antik çağlardan beri seramik ve tıpta kullanılmaktadır. Nanopartikülün sentezlenmesi için farklı ideal yöntemler vardır. Nanoparçacık sentezi için nötr pH, düşük maliyet ve çevre dostu olması 1. tercihtir. Bitkilerin ürettiği nanopartiküller daha kararlıdır ve diğer organizmalarda olduğundan daha hızlıdır (Iravani ve Zolfaghari, 2013). Önümüzdeki günlerde düşük maliyetli ve az bakım gerektiren ya da hiç bakım gerektirmediği için farklı yöntemlerle geliştirilmiştir (Ahmad ve Sharma, 2012). Nanopartiküller temel olarak organik nanopartiküller ve inorganik nanopartiküller olmak üzere iki gruba ayrılırlar. Organik nanoparçacıklar karbon nanoparçacık ve inorganik nanoparçacıklar manyetik nanoparçacık ve yarı iletken nanoparçacıktır (Pradhan, 2013). Şekil 3.1. 'de nano boyutun diğer boyutlar ile karşılaştırması yapılmıştır.

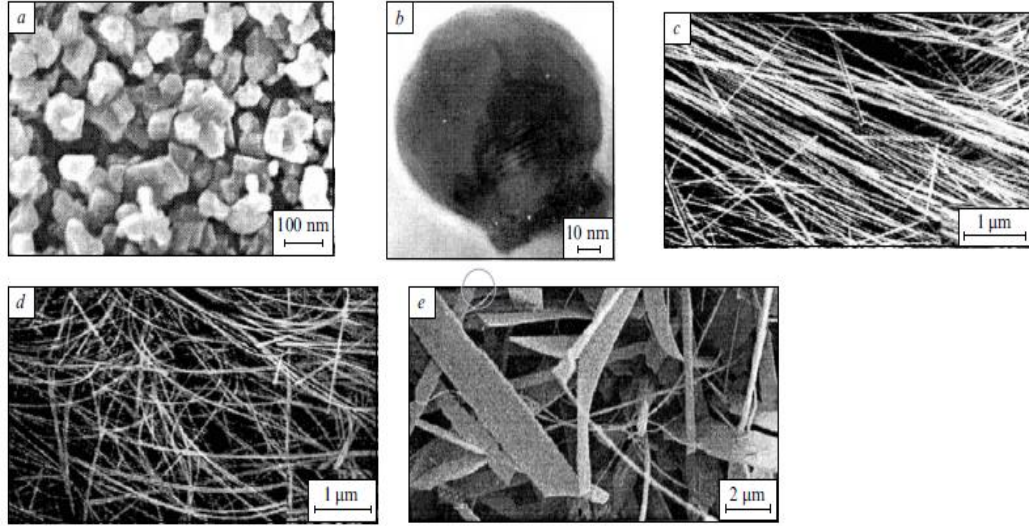


Şekil 3.1. Nano Partikül Malzemeleri wikipedat

3.2.1. B₄C (Bor Karbür) Nano Partikül

Bor karbürü uzun süredir kimyagerlerin fizikçilerin, malzeme bilimcilerin ve diğer mühendislik alanlarında çalışan uzmanların düşük yoğunluklu, lehim sertliği, elastik özellikleri yüksek erime noktası ve kimyasal iyileşmesi ve ayrıca spesifik nükleer ve elektriksel özellikleri nedeniyle dikkatleri üzerinde toplamıştır. Son birkaç yılda, bor karbür esaslı zırh termoelektrik, yarı iletken, biyolojik ve radyasyona karşı dayanıklılık oluşturma çabaları nedeniyle malzemeler üzerinde çalışmalar hızla artmıştır. Yapısal parametrelerin değiştirilmesinin ve yaygın dökme kristal malzemelerden mikro ve nanokristal malzemelere geçmenin fizikokimyasal, mekanik özelliklerini ve performansını nasıl değiştirdiğini araştırmak ilgi çekici hale gelmiştir. Bor karbür ve ilgili kompozitler malzemelerin bileşeni olduğu için inşaat malzemesi olarak kullanılırlar, mekanik özellikleri aktif olarak incelenir. Sertlik eğilme mukavemetli çatlak direnci ve elastik özelliklerin yanı sıra üretim yöntemleri ve bor

karbür filmler ve dökme numuneler için yapısal veriler hakkındaki bilgilerin çoğunu derlemektedir (Andrievski, 2012). Bu tezde nano B_4C ball-milling yöntemiyle üretilmiştir. Şekil 3.2. 'de B_4C bazı nano malzemelerin SEM görüntüleri gösterilmektedir.



Şekil 3.2. B_4C Nano partiküllerin SEM görüntüleri (a ve b), nano teller (c), nano tutam ve (d) nano tabakalar (e) (Andrievski, 2012)

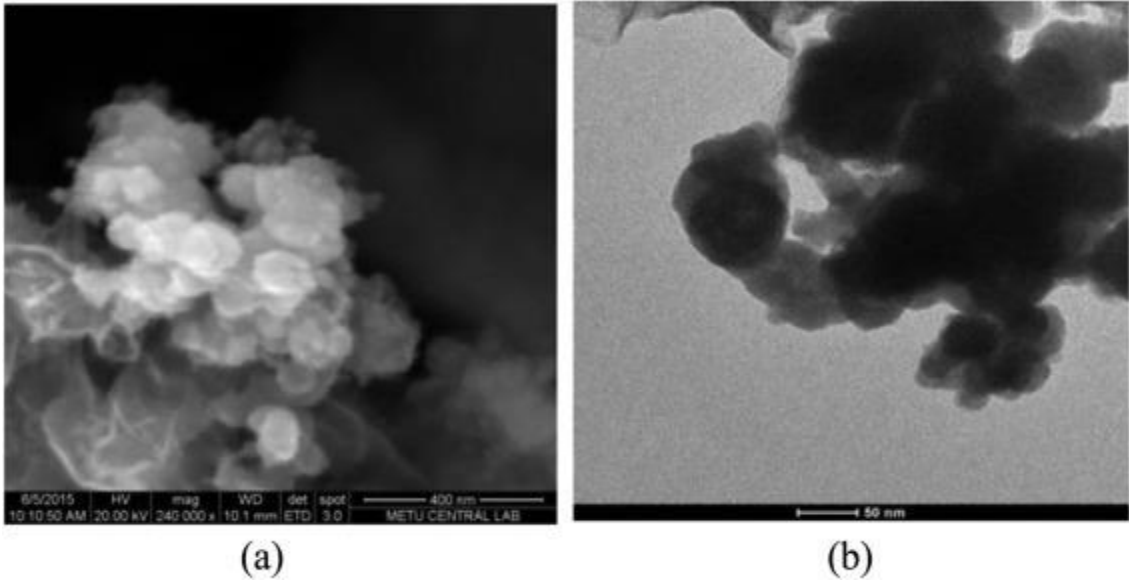
3.2.2. Gd_2O_3 (Gadolinium Oksit) Nano Partikül

Uygulama sayısında <100 nm çapa sahip nanomalzemeleri bugün dünya da ilaç üretimi, biyoloji, fizik, kimya, kozmetik, optik bileşenler, polimer bilimi, makine mühendisliği ve toksikoloji alanlarında kullanımı hızlı bir şekilde artmaktadır. Gadolinium bir blok F, Periyot 6 elementi iken, oksijen bir blok P, periyot 2 elementidir. Gadolinium, monazit ve bastnasit minerallerinden elde edilir. Gadolinium oksit inorganik bir bileşiktir. Gadolinium oksit nano parçacıkları beyaz toz halinde görünür.

Gadolinium oksit nano partikülleri, birkaç yöntem kullanılarak üretilir. Yaygın olarak kullanılan, gadolinium iyonlarının hidroksit ile reaksiyonu yoluyla hidroksitin çökertilmesidir, bunu okside termal dehidrasyon izler. Bu tezde Gd_2O_3 nano partikül ark deşarj yöntemiyle üretilmiştir. Ark deşarj yöntemi ilerleyen konularda detaylı olarak anlatılacaktır. Nanopartiküller daha büyük polikristalite topaklanmanın oluşumunu önlemek için koruyucu bir materyal ile kaplanır. Şekil 3.3. 'de üretilen nanomalzemelerin SEM ve TEM görüntüleri gösterilmektedir.

Gadolinium oksit nano partiküllerinin temel uygulamaları aşağıdaki gibidir:

- ✓ Floresan malzemeler, ışıltama ve elektrolüminesan cihazlar
- ✓ Özel optik cam ve plazma ekran panelleri
- ✓ Elektrik endüstrisinde
- ✓ Katkı maddeleri, katalizörler ve katkı maddeleri olarak
- ✓ Katot ışınlı tüplerde, ferroelektrik bellek ve saha emisyon göstergeleri
- ✓ Yüksek çözünürlüklü x-ışını tıbbi görüntüleme
- ✓ Nötron dönüştürücü
- ✓ Katı oksit yakıt hücresi
- ✓ UV dedektörleri.



Şekil 3.3. a) SEM (ölçek çubuğu: 400 nm ve b) TEM (ölçek çubuğu: 50 nm) Gd_2O_3 nano partiküllerinin görüntüsünü deiyonize su içinde ark deşarjı üretilmiştir (İrim ve ark., 2018).

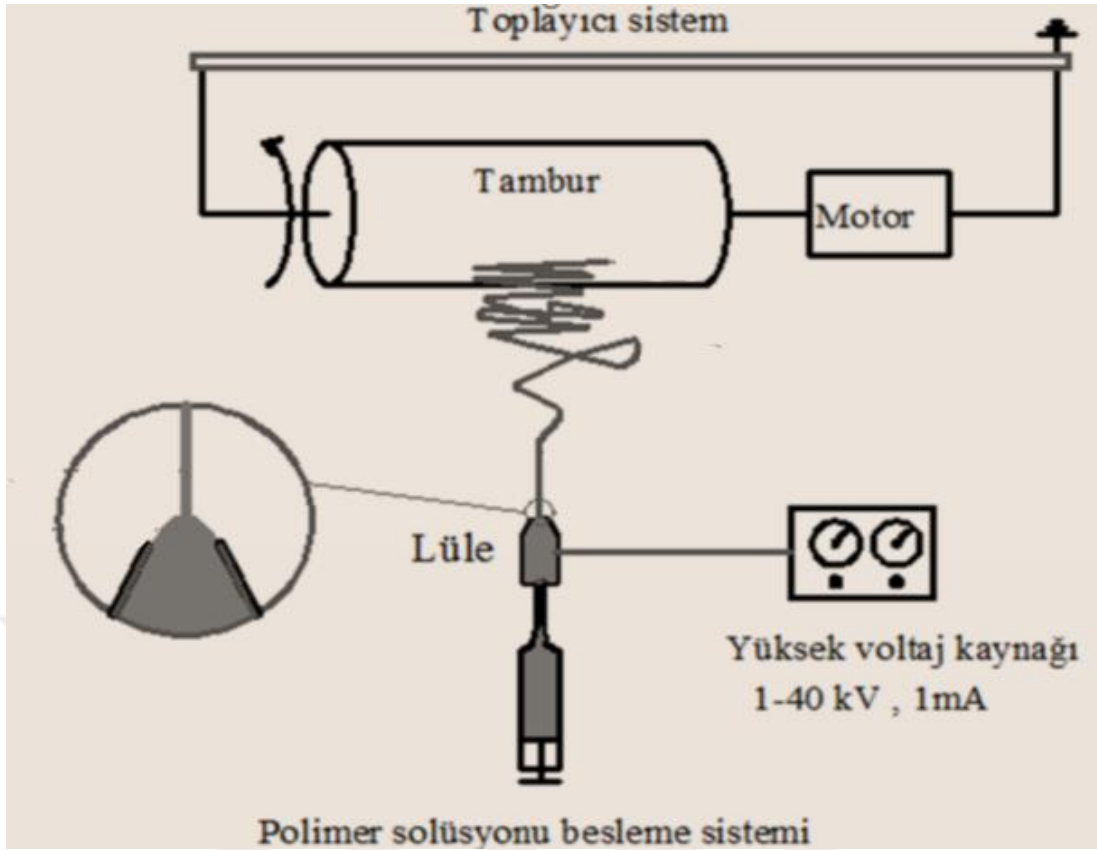
3.3. Nano Fiberler ve Üretim Yöntemleri

Elektro-eğirme metodu, çözelti haline getirilen polimerlerden nanofiber üretmek için geliştirilmiş bir yöntemdir. Yüksek voltaj ile oluşturulan elektrik alanı içerisinde polimer çözeltileri kontrollü bir şekilde nanofiber haline getirilmektedir. Şekil 3.4. 'de elektrospin cihazının fotoğrafı gösterilmektedir.



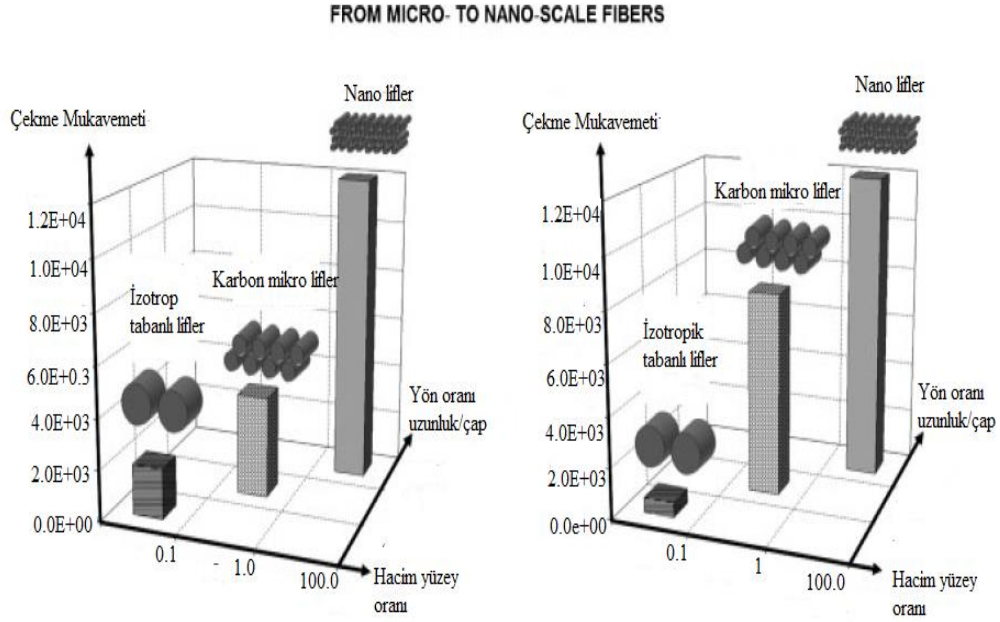
Şekil 3.4. Naylon 6.6 Nano Fiber Üretimi

Elektrospinning, kısmen Reneker grubunun faaliyetleri tarafından başlatılan 1990'larda önemli bir akademik ilgi görmüştür. Elektrospinning işleminde, çeşitli enine kesit şekillerine ve uzunlukları boyunca değişiklik gösteren lifler üretilir. Bu özellikler nano-kompozitlerde dokuma olmayan bir kumaş olarak nano-kompozitlerdeki yapay kan damarları ya da yara örtü malzemeleri gibi çeşitli uygulamalarda ve birçok başka uygulamada kullanılmaktadır (Doshi ve Reneker, 1995). Şekil 3.5. 'de elektrospinning düzeneği şematik olarak gösterilmektedir.



Şekil 3.5. Elektro-eğirme işleminin aşamalarının şematik şekli (Şenyurt, 2017)

Geleneksel fiber takviyeli kompozit malzemelerde ise kullanılan takviye edici liflerin her biri, belli bir mekanik performansa hizmet edecek şekilde farklı konfigürasyonlarda ve mimarilerde kullanılmıştır. Matris içerisindeki fiber konstrüksiyonların basit tanımlanmasında, iki farklı yapıdan bahsetmek mümkündür; bunlardan biri kısa yönlendirilmiş lifler, diğeri ise uzun, tek yönlü lif katmanları ile temsil edilir. Kısa lifler ile takviye edilmiş kompozitler, izotropik mekanik özellikleri görüntülemek üzere tasarlanırken, ortotropik ve kuvvetli bir takviye etkisi istenildiğinde uzun tek yönlü lifler kullanılır. FRP kompozitler genellikle birincil amaç mevcut malzemelere göre üstün mekanik özellikler elde etme ve (daha yüksek modül ve yüksek mukavemet) gelişmiş yapısal uygulamalar için tasarlanmıştır. Gerçekten de, daha iyi mekanik özellikler sağlamanın yanı sıra, fiber bileşen ayrıca düz polimer matrisin optik ve termal özellikleri gibi iletkenlik ve dielektrik sabiti gibi diğeri fonksiyonel özelliklerini de değiştirme imkanı sağlayabilmektedir. Şekil 3.6. 'da fiberlerin mikro boyuttan nano boyuta düşerken mukavemetinin arttığı gösterilmektedir.



Şekil 3.6. Mikro boyuttan nano boyuttaki fiberlerin çekme mukavemeti karşılaştırılması (Zucchelli ve ark., 2011).

3.4. Kompozit Malzemeler

Kompozit malzemeler (kompozitler), farklı özelliklere sahip iki veya daha fazla malzeme kaynaştırıldığında farklı bir ürün ortaya koymak için yapılır. Bileşen maddelerin her birinin fiziksel ve kimyasal özellikleri, yeni malzemede farklı kalmaktadır. Bu bileşen maddeler, tek tek bileşen maddelerle karşılaştırıldığında gelişmiş özelliklere sahip olan bir bileşik malzeme üretmek için sinerjik olarak çalışır.

Modern toplumda, kompozitler yaygındır. 1930'ların sonunda geliştirilen fiberglas, bilinen bir modern kompozittir. Bir kumaşa dokunmuş, daha sonra plastik veya reçine ile birleştirilen ince cam elyaflarından oluşur. Cam, malzemeyi güçlü kılar ve plastik onu az ya da çok esnek yapar. Fiberglas, sörf tahtaları, yüzme havuzları ve spa'lar, tekne gövdeleri ve çok çeşitli dış otomobil parçaları yapmak için kullanılır.

Kompozit oluşturan farklı malzemeler, matris veya takviye işlevi görür. Matris, farklı özelliklere sahip bir malzeme kümesini veya donatıyı çevreler ve birbirine bağlar. Kompozit yapmak için her bir malzeme türünden en az birine ihtiyaç vardır. Cam elyafında, ince cam elyafı takviye edicidir ve matris plastik veya bir reçinedir. Diğer yaygın kompozitler arasında kontrplak (ahşap kaplama levhaları ve tutkal), beton (gevşek taşlar ve çimento) ve karbon elyaf kompozitler (karbon elyafı ve polimer reçinesi) bulunur.

Giderek, arařtırmacılar, kompozit yapımında kullanmak için biyolojik olarak parçalanabilen malzemeleri arařtırmıyorlar. Bazıları bitki artıklarının (kivi veya kuru üzüm gibi) nasıl kullanılabileceğini arařtırmaktadır. Bu yeni biyo-kompozitler çevre üzerinde plastik ve kauçuk gibi malzemelerden daha az etkiye sahiptir, çünkü bitki malzemeleri sürdürülebilir bir kaynaktan gelmektedir. ve son ürün bozulmak üzere tasarlanmıştır. Bunun gibi arařtırma gelişmeleri, petrol bazlı plastik ürünlere güvenmek zorunda olmadığımız bir gelecek olabileceği anlamına geliyor.

3.4.1. Kompozit Malzemelerinin Sınıflandırılması

Kompozit ürünlerin içeriğinde fazla sayıda malzeme olmasından dolayı net bir ayırım yapılamamasına rağmen matris ve takviye bileşenlerine göre sınıflandırma yapılabilir.

3.4.1.1. Matris Malzemelerin Sınıflandırılması

Matris ürünler kompozitlerin işlevselliğine ve üretim fonksiyonlarına göre metal, seramik ve polimer maddelerden meydana gelebilir.

Metal matrisli kompozitler;

- Metal
- Metal alařımı
- Seramik

gibi başlıca malzemelerden oluşur. Metal matrisli malzemeler eklenen malzemenin cinsine göre daha iyi özellikte ortaya çıkabilir. Seramiklerin yüksek young modülü ile metallerin plastik şekil deęiřtirme özellikleri birleşerek aşınmaya mukavemetli ve gerilme kuvveti yüksek malzemeler ortaya çıkabilir. Seramik matrisli kompozit malzemeler ve seramik malzemeler yüksek sıcaklığa elverişli ve ağır olmadıkları için oldukça fonksiyoneldir. Seramik esaslı kompozit malzemeler genellikle yüksek sıcaklıkta çalışması gereken parçalar için kullanılırlar. Sert ve kırılmaya meyilli özellikte olmalarından mütevellit çok düşük süneklik ve tokluğa sahiptirler ayrıca termal şoklara karşı dayanıksızdırlar. Bundan dolayı genellikle liflerle takviye edilirler. Buna karşılık çok yüksek elastiklik modülüne ve çok yüksek çalışma sıcaklık aralığına sahiptirler. Seramik kompozitler, yüksek sıcaklıklara karşı çok iyi dayanım göstermekle birlikte rijit ve gevrek bir yapıya sahiptirler (Seydibeyoęlu, 2012).

Polimer matrisli kompozitler, genellikle petrokimya temelli malzemelerdir ve çağımızda en sık kullanılan malzemelerdir. Polimerik kompozitler korozyona dirençli, uzun süreli kullanıma uygun, işlenmesi kolay, şekillendirilebilen, birim kütle başına yük kapasitesi yüksek malzemelerdir (Vasiliev ve Morozov, 2001). Polimer matrisli kompozitler, termoset ve termoplastik matrisli kompozitler olmak üzere ikiye ayrılır.

A. Termoset matrisler;

Çoğunlukla lif takviyeli kompozit yapımında kullanılır ve sıvı halde bulunurlar, katılaştırıcı eklenmesiyle önce jel haline gelir ve sonra da katılırlar. Termoset reçineler izotropik malzemelerdir. Lif takviyeli kompozit yapımında genellikle viskozitelerinin düşük olması tercih edilir. Poliamidler, plastikler arasında olan, şekil verilebilen, ısı direnci en yüksek polimerlerdir (Ribeiro ve ark., 2015).

B. Termoplastik matrisler;

Çoğunlukla sünek ve ısıyla eriyebilir, sıcaklığı düşürüldüğünde ise eski haline gelebilirler. Bu da eski haline gelmesine olanak sağlar. Termoplastiklerin kristal yapıları amorf veya yarı kristalin yapıda olabilir. Amorf olan termoplastiklerde moleküller gelişigüzel düzenlenmiş bir yapıdadır.

3.4.1.1.1. Polimer Matrisli Kompozit Malzemeler

Takviyenin kırılma tokluğunu arttırmak için öncelikle kullanıldığı seramik bir matris kompozitinin aksine, bir polimer matris kompozitindeki (PMC) nispeten zayıf matrise takviye kuvvet verir. Kompozit, yapının hizmete maruz kaldığı mekanik yüklerin işlevi tarafından destekleneceği şekilde tasarlanmıştır. İşlevi matris, elyafları birbirine bağlamak ve aralarındaki yükleri aktarmaktır. Seramik matriks kompozitlerde olduğu gibi polimer matrisli kompozit malzemeler parçacıklardan, elyaflardan veya kumaşlardan oluşabilir.

3.4.1.1.2. Metal Matrisli Kompozitler

Çoğu kompozit malzeme gibi metal matrisli kompozitler, daha yüksek mukavemet sertliği ve ağırlık tasarrufu gibi geleneksel monolitik malzemelere göre önemli ölçüde geliştirilmiş özellikler sunar. Metal matrise fiber takviyesi en etkili ve güçlendirici parçacık takviyeli malzemeleri sağlarken, maliyet etkinliği izotropik

özellikleri kullanılarak işlenebilme kabiliyetleri bakımından diğer malzemelere göre daha caziptir (Chawla ve Shen, 2001).

3.4.1.1.3. Seramik Matrisli Kompozitler

Seramik malzemeler genel olarak kırılımandır ve kırılma mekaniğine göre, güç, kusur büyüklüğüne ve kırılma tokluğuna bağlıdır. Güçlü seramikler üretmek için genel yaklaşımlar, maksimum işleme kusurlarının boyutunu azaltmak veya kırılma tokluğunu arttırmaktır. Bununla birlikte, ilk yaklaşım seramiklerin mikro yapısının doğası ile sınırlıdır, çünkü bir tahıl sınırının kendisi kırılma kırılmadan sorumlu bir kusur olabilir ve kullanımda ortaya çıkan yüzey kusurları da seramiklerin gücünü azaltabilir. Yüksek kırılma tokluğuna sahip sertleştirilmiş seramikler geliştirmek için büyük çaba harcanmıştır.

Seramiklerin kırılma tokluğu, ikincil fazların çatlak yayılmasının önündeki engeller olarak seçilmek üzere seçildiğinde, ikincil fazların matris malzemelerine sokulmasıyla geliştirilir. Örneğin bir seramik matris içine sokulan bıyıklar çatlak ilerlemesini geciktirebilir, çünkü çatlak düzlemini kaplayan bir bıyıktaki gerilmeler çatlak çekme eğilimindedir. "Çatlak köprüleme" olarak bilinen bu fenomen, çatlakın daha da ilerlemesi için gereken ilave stres nedeniyle yüksek kırılma tokluğuna yol açar. Dahası, sürekli fiber kompozitler, kapsamlı fiber köprülemesinden kaynaklanan yarı-sünek kırılma davranışı sergiler.

3.4.1.2. Takviye Elamanına Göre Kompozit Malzemeler

Kompozit malzemeler en az iki malzemenin fiziksel olarak (kimyasal bir bağ yapmadan) birleştirilmesiyle oluşan yeni malzemelerdir. Matris malzemesi ise takviye malzemesini bir araya tutan maddeye verilen addır. Kompozit malzemeler matris malzemesinin içine konulan takviye elemanına göre sınıflandırılır. Bunlar başlıca fiber takviyeli, partikül takviyeli, dolgu ve tabakalı kompozit malzemeler olarak sınıflandırılır.

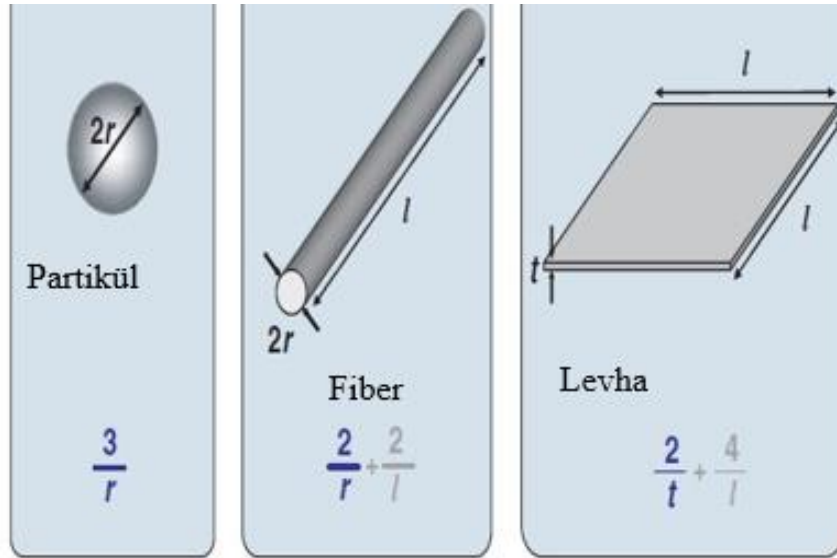
3.4.1.2.1. Fiber Takviyeli Kompozit Malzemeler

Nano fiber takviyeli kompozit fiber takviyesinin konfigürasyonu ile mekanik performansları büyük ölçüde etkilediği kabul edilmektedir. Fiber takviyeli kompozitler, fiber yönü kontrol edilerek elde edilebilir ve tek yönlü veya çok yönlü fiberler ile tekstil kumaşları (dokuma, örgülü veya örme kumaşlar) içeren kompozit yapı örnekleri mevcuttur. Elektro-eğirme teknolojisinde ipliklerin yanı sıra uygun bir fiber konfigürasyonu ile dokunmamış kumaşların yapılmasını mümkün kılmıştır. Özellikle iplikler sürekli üretebildiğinden, onları tekstil kumaşlarına dokuma imkanı verir. Kompozit malzemeye uygulanan gerilme fiber doğrultusunda ise kompozit malzemenin dayanım değeri yüksek, fiber doğrultusu dışına çıkıldıkça kompozit malzemenin dayanım değeri düşük olmaktadır. Çeşitli şekillerdeki fiberler aynı malzemenin katı haldeki yapısına göre daha rijit ve daha güçlüdür.

3.4.1.2.2. Partikül Takviyeli Kompozit Malzemeler

Mikropartiküllerden nano partikülere geçiş, fiziksel özelliklerde çarpıcı değişiklikler sağlar. Nano ölçekli malzemeler belirli bir hacim için geniş bir yüzey alanına sahiptir. Bir çok önemli kimyasal ve fiziksel etkileşim yüzeyler ve yüzey özellikleri tarafından yönetildiğinden, nano yapı bir malzeme aynı bileşiminin daha büyük boyutlu bir malzemesinden büyük ölçüde farklı özelliklere sahip olabilir. Parçacıklar ve elyaflar söz konusu olduğunda, birim hacim başına yüzey alanı, malzemenin çapıyla ters orantılıdır, bu nedenle çap ne kadar küçükse birim başına yüzey alanı o kadar büyüktür (Luo ve Daniel, 2003). Şekil 3.7. 'de ortak parçacık geometrileri ve bunların yüzey alanı/hacim, özellikle nano malzemeler için, denklemde partikül tarafından hakimdir.

Fiber (2/1 ve 4/1), partiküle kıyasla çok küçük bir etkiye (genellikle ihmal edilir) sahiptir. Bu nedenle, mantıksal olarak, partikül çapındaki, katman kalınlığındaki veya mikrometreden nanometre aralığındaki lifli metaryel çapındaki bir değişiklik, yüzey alanı-hacim oranı büyük oranda etkileyecektir (Thostenson ve ark., 2005).



Şekil 3.7. Yaygın parçacık takviyeleri/geometrileri ve bunların yüzey alanı-hacim oranları

Son olarak nano kompozit arařtırmalarının elektronik ve bilgisayar, veri depolama, iletiřim, havacılık ve spor malzemeleri, saęlık, tıp, enerji, çevre, ulařtırma ve ulusal savunma uygulamaları gibi alanları kapsayan son derece geniř olduęunu kabul etmek önemlidir (Hussain ve ark., 2006). Bu incelemenin odak noktası En yaygın polimer nanokompozitler için iřleme, üretim, karakterizasyon, malzeme özellikleri, zorluklar ve potansiyel uygulamalardaki bilgi durumunu vurgulayın (řu anda nano ölçekli malzemeleri kullanan birçok ürün otomotiv, tekstil ve kozmetik uygulamaları gibi mevcut olan nano malzemeler için en büyük etkinin en az on yıl uzakta olacağı tahmin edilmektedir (Hussain ve ark., 2006). Karşılařtırmalar, özellikle bu malzemelere ilgi duyulduęundan beri, geleneksel kompozitler ile de yapılmaktadır.

3.4.1.2.3. Dolgu Kompozit Malzemeler

Kompozit özelliklerini deęiřtirmek için plastik bileřenlere dolgu malzemesi ekleyerek gelirler. Özellikleri arttırırlar ve aęırlığı azaltırlar, çünkü sadece alanı dolduran dolgu malzemeleridirler.

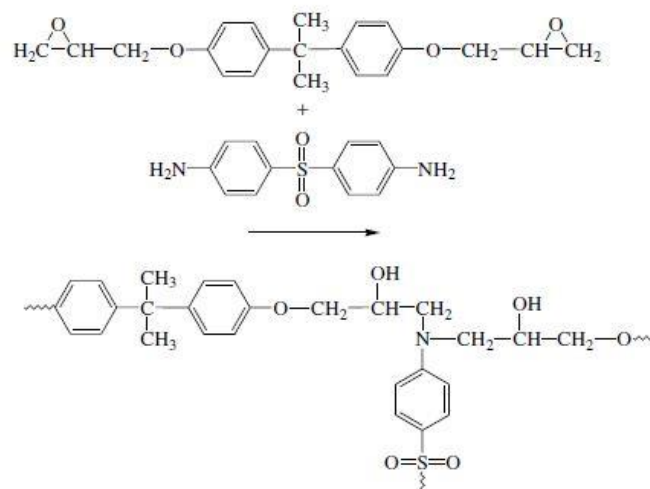
3.4.1.2.4. Tabakalı Kompozit Malzemeler

Katmanlı kompozitler, matris özellikleri, lif oryantasyonu ve matrisin nispi hacim fraksiyonu nedeniyle homojen olmadığı için “iřlenmesi zor” malzemelerdir.

Aşındırıcı su jeti ile kesmenin, bu tür malzemeleri işlemek için geleneksel işleme ile karşılaştırıldığında uygulanabilir bir teknik olduğu kanıtlanmıştır. Bu makale, iki tip kompozitin işlenmesi için aşındırıcı su jeti (AWJ) tekniği ile üretilen önemli bir kesme performansı ölçüsü olan kerf konik açısı üzerine bir araştırma sunmaktadır: epoksi önceden emprenye edilmiş grafit dokuma kumaş ve cam epoksi. Traversin değişmesinde kapsamlı faktoring deney tasarımı yapılmıştır. hız, aşındırıcı akış hızı, uzak durma mesafesi ve su basıncı. Boyutsal tekniği kullanarak ve enerji tasarrufu yaklaşımını benimseyen kerf konik açısı, tahmin edici bir model biçiminde işletme parametreleriyle ilişkilendirilmiştir.

3.5. Termoset Malzemeler

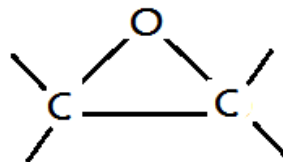
Termoset reçineleri (veya termosetler), istenen nihai özellikleri uyarlamak için yüksek esneklikleri nedeniyle, yüksek modüller, güç, dayanıklılık ve yüksek çapraz bağlama yoğunluğu ile sağlanan termal ve kimyasal dirençlerden dolayı endüstride önemli bir rol oynar (Guillemot ve ark., 2008) .Bununla birlikte, yüksek çapraz bağlama yoğunlukları nedeniyle, termoset reçineleri, doğası gereği düşük darbe direncine sahiptir ve sertleştikten polimerizasyondan sonra yeniden şekillendirilemez (Comas-Cardona ve ark., 2007). Şekil 3.8. 'de epoksi yapıştırıcının kürleşme esnasında yaptığı bağ gösterilmektedir.



Şekil 3.8. Epoksi yapıştırıcıların kürleşme esnasında çapraz bağlanması (Packham, 2006)

Sivil altyapı ve ulaşım gibi daha yüksek performanslı endüstriyel uygulamalara genişletmek için sürekli veya doğranmış elyaflar (cam, karbon, aramid veya doğal elyaflar) gibi çeşitli dolgu maddeleri kompozit malzemeler oluşturmak için sıklıkla reçineye eklenir (Deleglise ve ark., 2005). Bu termoset bazlı kompozitler şu anda teknik olarak manuel döşeme ve püskürtme kullanılarak hazırlanmaktadır. El ile yatırma işlemi, tek taraflı ve açık bir kalıp üzerine elyaflı bir kumaş yerleştirmeyi ve daha sonra reçineyi kalıbın üzerine kumaş boyunca manuel bir rulo ile yaymayı içerir. İkincisinde, polimer ve doğranmış cam elyafları (birkaç cm sırasına göre), tek taraflı bir kalıp üzerinde hava şekle getirilmesiyle, bir termoset reçinenin kullanımı daha iyi empenye ve bir dereceye kadar dolgular sırasında dolgular ile daha iyi reaktivite sağlar. Şaşırtıcı bir şekilde, termosetler en eski polimerik malzemeler arasında olmasına rağmen, bunların sürekli gelişimi, termoplastikler açısından göz ardı edilir (Raquez ve ark., 2010).

Yıllar boyunca bilindiği gibi epoksi reçineleri termoset reçine öncülerinden en az bir epoksi işlevi içerdiği malzemelerdir. Bu epoksi fonksiyonları devre kartından yapısal karbon fiber kompozitlerinden elektronik bileşen kapsüllemelerinden ve yapışkanlardan değişen çok yönlü malzemelere yol açan hidroksil gibi çeşitli fonksiyonlara oldukça reaktiftir (Aouf ve ark., 2013).



Şekil 3.9. Epoksit halkası

Günümüzde dünya epoksi üretimi neredeyse %90' Bisfenol A (2,2-bis (4'-hidroksifenilin) propam ve epiklorohidrin arasındaki reaksiyona dayanmaktadır bu da bisfenolün diglisidil eteri üretmektedir. Epoksi malzemeler birçok komponentlerin yapıştirilmasında yaygın olarak kullanılırlar. Birbirine benzer olan ya da olmayan parçaların yapıştirilmasında kullanılan çok yönlü bir yapışkandır. Böylece alüminyum ve alaşımları, titanyum ve alaşımları, düşük ve yüksek karbon çelikleri, nikel, bakır, fiber takviyeli plastikler (termoplastik ve termoset matrisli kompozitlerin her ikisi de), cam, beton ve ahşaplar gibi tabakaların hepsinde kullanılmaktadır. Bu da demek oluyor ki havacılık, otomotiv, inşaatlar, elektrik ve elektronik, mobilya, aşındırıcılar (taşlar,

zımparalar) gibi geniş bir alanda kullanılabilir. Şekil 3.9. 'da bir epoksit halkasının bağ yapısı gösterilmektedir.

3.6. Termoplastik Malzemeler

Termoplastikler ısıtıldıklarında yumuşayan, küflenmeye izin veren ve soğutulduklarında tekrar katılaştıran plastik polimerlerdir. Eşsiz kimyasal özellikleri nedeniyle, termoplastik malzemeler, malzemenin fiziksel özelliklerini olumsuz yönde etkilemeden tekrar kullanılabilir ve geri dönüştürülebilir. Bu termoplastiklerin enjeksiyonlu kalıplama için ideal bir malzeme olmasını sağlar.

Termoplastik malzemeler, malzemenin türüne bağlı olarak tüketim ürünlerinden tıbbi ekipmanlara kadar çok çeşitli uygulamalar için kullanılır. Emtia termoplastiklerinin işlenmesi en kolay olanıdır ve yüksek hacimli ürünler üretmek için kullanılır. Bu malzemeler ambalaj, giysi, yiyecek ve içecek gibi uygulamalar için en iyisidir. Buna karşılık, tasarlanmış ve özelleşmiş termoplastikler özelliklerini geliştirmek için harmanlanmıştır. Askeri, havacılık ve tıp endüstrisi gibi daha ağır uygulamalar için kullanılırlar.

Her bir özel termoplastik eldeki uygulama için doğru malzemenin seçilmesini kritik hale getirerek farklı nitelikler, avantajlar ve dezavantajlar sergiler. Uygulama gereksinimlerini daha iyi karşılayan spesifik özellikler sağlamak için ek dolgu maddeleri ve katkı maddeleri de kullanılabilir.

Termoplastikler termoset malzemelerden çok farklıdır. Her ikisi de enjeksiyon kalıplama işleminde kullanılır, ancak termosetler yalnızca bir kez ısıtılabilir ve kalıplanabilir. Orijinal şekillerine geri döndürülemezler veya eritilemezler. Bu, onları yüksek ısı uygulamaları için mükemmel kılar, ancak termoset plastikleri termoplastik malzemelerden daha az yönlü hale getirir.

3.6.1. Naylon 6.6 Termoplastik Malzeme

Piyasada satılan birçok naylon çeşidi vardır. Naylonun bu çok yönlülüğü onu en sık kullanılan mühendislik termoplastiklerinden biri yapar. Ticari naylonlar arasında naylon 6, naylon 4.6, naylon 6.6, naylon 6.10, naylon 6.12, naylon 11 ve naylon 12 bulunur. Onu üretmek için kullanılan asit monomerleri, karbon atomlarının oranı, naylon tiplerine kendine has özellikler verir.

Naylon 6.6, çok yönlü mühendislik termoplastiklerinden biridir. Termoplastik malzemeler büyük pazar alanlarında popülerdir. Mükemmel mukavemet, süneklik ve ısı direnci nedeniyle, naylon 6.6 metal değiştirme uygulamaları için vazgeçilmez bir adaydır. Naylon 6.6 çok geniş bir işlem penceresiyle işlenmeye elverişlidir. Bu, karmaşık, ince duvarlı bileşenlerden büyük kalın duvarlı muhafazalara kadar her şey için kullanılabilir.

Naylon 6.6, dolgu maddeleri, elyaflar, iç yağlayıcılar ve darbe düzenleyicileri ile planlama konusunda Fiber takviyelerin planıyla, naylon 6.6'nın fiziksel gücü, baz reçinenin beş katı kadar geliştirilebilir. Naylon 6.6'nın sertliği 10 kata kadar iyileştirilebilir. Darbe değiştiricileri ile naylon 6.6 sünekliği, polikarbonat ile karşılaştırılabilir. Dahili yağlayıcıların kullanımı, naylon 6.6'da zaten mükemmel aşınma ayarları ve sürtünme teknolojisini geliştirir. Çok yönlü olması yani yüksek fiziksel dayanım, süneklik ve ısı iletkenliği nedenleriyle geniş kullanım alanına sahiptir.

3.7. DMA (Dinamik Mekanik Analiz) Prensipleri

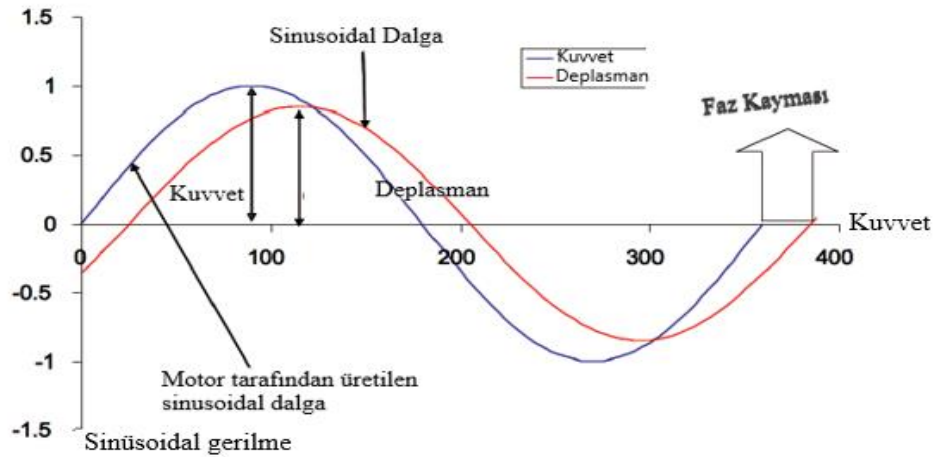
Polimer gibi bazı malzemelerde hem elastik hem de viskoz davranış gösterirler ve bu tür malzemelere viskoelastik malzeme denir. Viskoelastik malzeme bir amorf polimer, düşük sıcaklıkta cam gibi, ara sıcaklıklarda (camsı geçiş sıcaklığının üstünde) kauçuk gibi daha yüksek sıcaklıklarda viskoz akışkan gibi davranır. Düşük şekil değiştirme miktarlarında, düşük sıcaklıklarda mekanik davranışı elastik olup Hooke Yasasına ($\sigma = E \cdot \epsilon$) uydundur. Çok yüksek sıcaklık değerlerinde ise polimer bu iki uç mekanik özelliklerin bileşkesi olan kauçuğa benzer bir katı davranışı gösterir ve buna viskoelastik malzeme denir.

Dinamik Mekanik Analiz (DMA), plastik ve polimer kompozit malzemelerin davranışını incelemek için en güçlü araçlardan biridir. DMA malzemelerin üzerine belirlenen bir frekansta artıp azalan bir yük motoru kullanarak, malzemenin viskoelastik özelliklerini ölçer. Bu yüzden DMA malzemelerin viskoelastik özelliklerini belirlemek için en önemli deney yöntemlerinden biridir. Bu deney düzeneğinde belirli bir frekansta yük, malzemeye belirli bir sıcaklık bandında etki etmektedir. Kullanılan ölçme teknikleri ile çok çeşitli frekanslarda çalışılmaktadır. DMA deneyi sonrasında bir çok faydalı veri ve grafikler elde edilmektedir. Esas olarak depolama modülü (E' storage modulu), kayıp modülü (E'' loss modul) ve sönümlenme modülü ($\tan(\delta)$) değerleri bulunmak istenmektedir. Geniş sıcaklık aralığında çalışma olanağı malzemenin bir

diğer önemli özelliđi camsı geiş sıcaklıđı (T_g) bulunmasını sađlamaktadır. Camsı geiş sıcaklıđı molekül zincirlerinin ısı etkisiyle artan enerjisini kinetik enerji olarak harcar, kendini az enerjili bir duruma getirir. Ancak öyle bir sıcaklık deđerine ulaşır ki bu hareketlilik tüm zincirlere yayılır. Bu sıcaklıđa camsı geiş sıcaklıđı denir. Zincire ısı verilince genleşir çünkü sıcaklık artıkça çekim kuvveti azalır öyle bir sıcaklık olur ki tüm zincirler harekete geçer.

Bu anlatımlardan yola çıkarak dinamik mekanik analiz mukavemeti ve sönümlemeyi ölçer bunlar modul ve $\tan(d)$ olarak bildirilir. Sinüzoidal bir kuvvet uyguladığımız için, modülü bir faz içi bileşen, depolama modülü ve faz dışı bir bileşen ise kayıp modülü olarak ifade edebiliriz. Şekil 3.10 'da gösterildiđi gibi. Depolama modülü numunenin elastik davranışının ölçüsüdür. Kayıp modulünün depolama modulüne oranı sönümleme modülü ($\tan(d)$)'yı verir. Sönümleme modülü bir malzemenin enerji dağılımının bir ölçüsüdür.

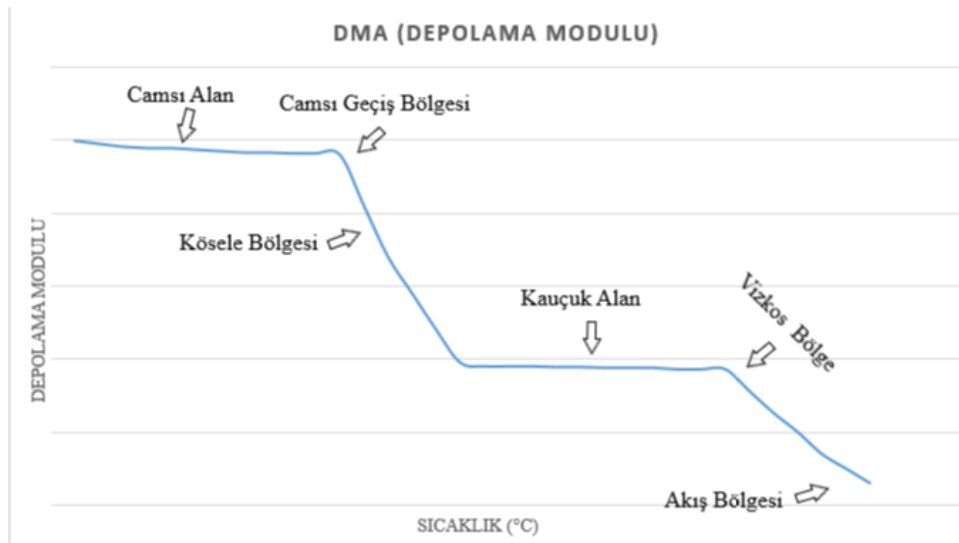
Kısacası DMA sertliđi ve sönümü ölçer, bunlar modul ve $\tan(d)$ olarak rapor edilir. Sinüzoidal bir kuvvet uyguladığımız için, modülü bir faz içi bileşen, depolama modülü ve faz dışı bir bileşen, kayıp modülü olarak ifade edebiliriz. Depolama modülü, E 'veya G', numunenin elastik davranışının ölçüsüdür. Kaybın depoya oranı $\tan(d)$ ve genellikle sönümleme olarak adlandırılır. Bir malzemenin enerji dağılımının bir ölçüsüdür.



Şekil 3.10. Uygulanan sinüzoidal dalganın ortaya çıkan faz ve gecikmesi ve deformasyonu

3.7.1. Depolama Modülü (E')

Camsı alanda malzeme sert yani kaya gibidir. Numunede bükülmeler ve gerilmeler meydana gelmektedir. $\tan(d)$ 0.01'in altındadır. T_g değeri camsı geçiş sıcaklığının altındadır. Depolama modülü azaldıkça $\tan(d)$ değeri yükselir ve numune yavaş yavaş yumuşamaya başlar. $\tan(d)$ değeri tepe yüksekliği 0.1 ile 1.2 arasındadır. Kösele bölgesinde numune sert ve esnektir. Bağlar arasında hareket oluşmaya başlamaktadır. $\tan(d)$ 1,0'in altındadır. Bu değer camsı geçiş sıcaklığının üstünde bir değer olduğunu göstermektedir. Kauçuk bölgede ise numune macun gibidir. Bağlar arasındaki zincirler yavaş yavaş kayma gösterir. $\tan(d)$ 1,0'a yakındır. Bu da camsı geçiş sıcaklığının üstünde bir değerdir. Viskoz bölgede ise malzeme akışkan hale geçmektedir. Ana zincirlerde hareketlilik artmaktadır. Sıcaklık camsı geçiş sıcaklığının çok üstündedir. Akış bölgesinde ise malzeme tamamen akış bölgesindedir. $\tan(d)$ 1,0'dan daha yüksek değerindedir. Zincirlerin arasındaki bağlar kaymalar meydana gelmektedir (Şekil 3.11.).

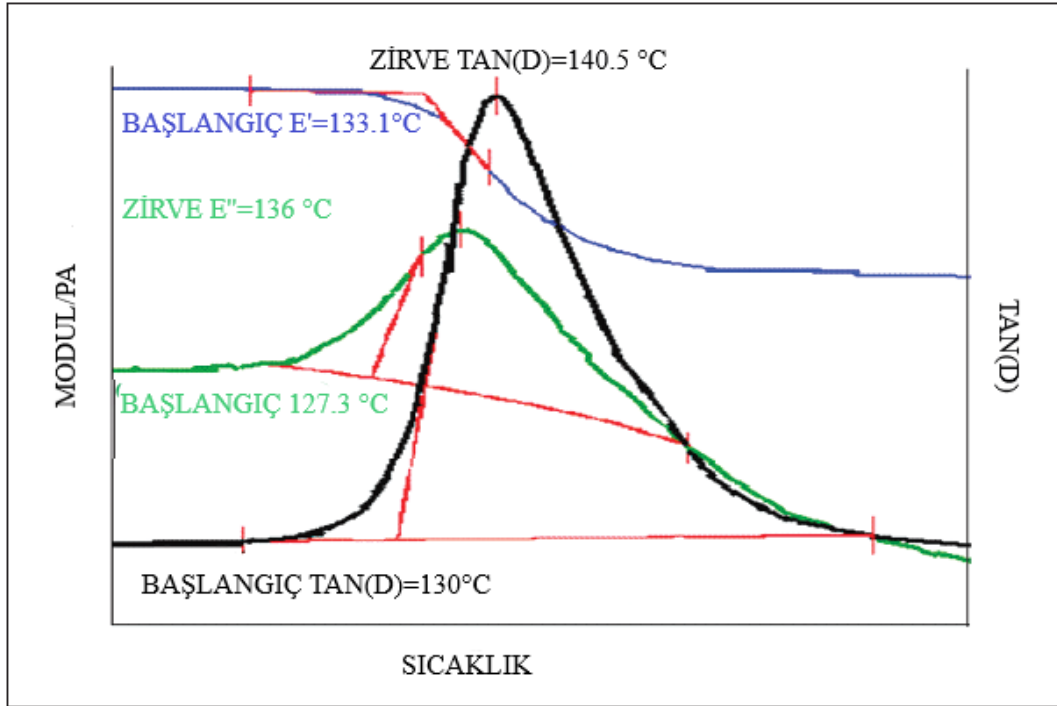


Şekil 3.11. Uygulanan sinüzoidal kuvvetin deformasyon ile ilişkisi, ortaya çıkan faz gecikmesi ve deformasyonu ile gösterilmiştir.

3.7.2. Sönümlenme Modülü ($\tan(d)$)

$\tan(d)$, E'' 'nin E' 'ne oranıdır ve sönümlenme katsayısını vermektedir. Kompozit malzeme içindeki sönümlenme dolgu malzemeleri ile matris arasındaki kaymalar, çatlaklar ve delaminasyon yüzeyleri arasındaki sürtünme kuvvetlerinden kaynaklanmaktadır. $\tan(d)$ 'nin ilk pik yaptığı sıcaklık camsı geçiş sıcaklığını

göstermektedir. Cam geçiş sıcaklığı, bilim adamlarının belirli standartlara göre bir sıcaklık olarak tek bir sıcaklığı kabul etmeyi kabul ettiği bir davranış biçimidir. Farklı endüstriler, aynı veri kümesinden 15 °C'ye kadar değişebilen farklı noktalar kullanıyorlar. DSC, TMA ve DMA farklı deneyler yapılarak farklı sonuçlar bulunduğu için sayılar biraz değişebilmektedir. Bir DSC'den DMA'daki verilerde 25 derecelik bir fark olduğunu görebilirsiniz. Şekil 3.12 'deki gibi storage, tan(d), ve depoama modullerinde 3 farklı camsı geçiş sıcaklığıyla karşılanmaktadır.

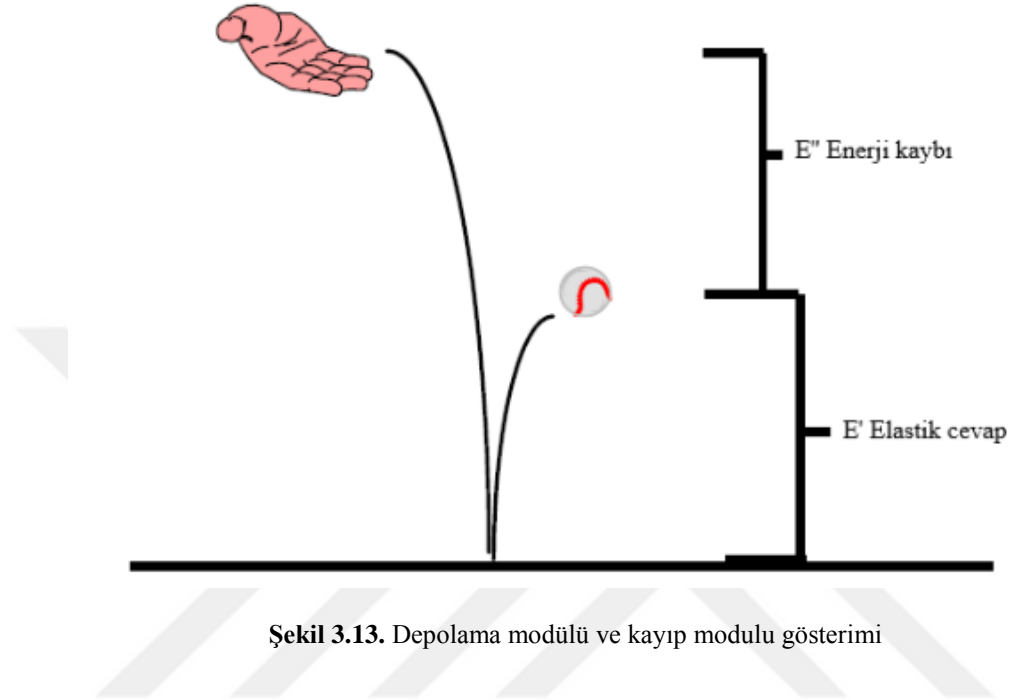


Şekil 3.12. Dinamik Mekanik Analiz modüllerinin camsı geçiş sıcaklığı tayini

3.7.3. Kayıp Modülü (E'')

E'' , viskoelastik malzemenin viskoz bileşenini simgelemektedir. E'' 'nin artması dolgu malzemeleri ile matris arasında etkileşimin azaldığını ve sürtünme etkileri ile kaybın arttığını göstermektedir. E'' sıcaklığın etkisi ile camsı geçiş bölgesine kadar artmış daha sonra sıcaklığın artması ile sürekli olarak azalmıştır. E'' 'den elde edilen camsı geçiş sıcaklıkları E' ile $\tan(d)$, arasındadır ve plastik malzemelerin camsı geçiş bölgesindeki fiziksel değişimler için daha iyi sonuçlar vermektedir. E'' 'nin ilk pik yaptığı sıcaklık camsı geçiş sıcaklığıdır. Dinamik kayıp modülü, malzemelerin viskoz bir tepkisidir ve ona uygulanan bir enerjiyi kaybetme eğilimi gösteren malzemelerdir. Dinamik kayıp modülü genellikle iç sürtünme ile ilişkilidir ve farklı tür moleküler

hareketlere, geçişlere, gevşeme işlemlerine, morfolojiye ve diğer yapısal heterojenitlere karşı hassastır. Böylece topun sıçramasına izin verildiğinde bazı enerjilerin dağılmasıyla sonuçlanır. Şekil 3.13 Ve diğer malzemede kalan diğer enerjiyi ise depolayarak gelecek için tasarruf sağlar (Saba ve ark., 2016).



3.8. Nano Malzemelerde Kimyasal ve Fiziksel Özellikleri

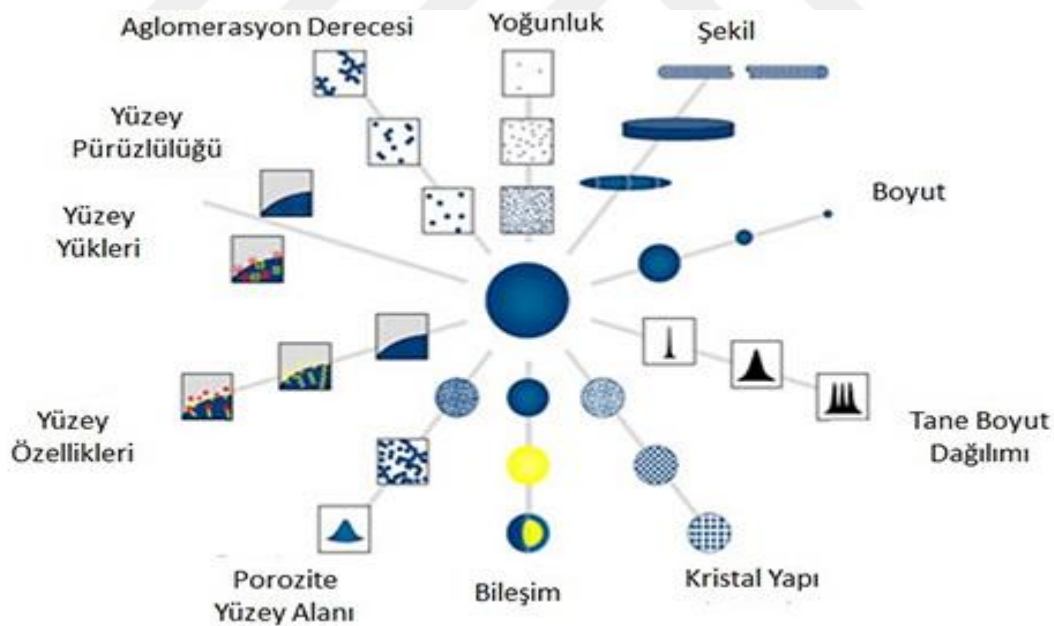
Nanoteknoloji, farklı disiplinlerde muazzam uygulamalara sahip bilimin önde gelen alanlarından biri olarak ortaya çıkmıştır. Nanomalzemeler giderek artan bir şekilde günlük tüketici ürünlerinin bir parçası haline geldiğinden, yaşam üzerindeki etkilerini değerlendirmek zorunludur. Nanoparçacıkların ve mühendislik amaçlı nanomalzemelerin fiziko kimyasal özellikleri boyut, şekil, kimyasal bileşim, fizyokimyasal stabilite, kristal yapı, yüzey alanı, yüzey enerjisi ve yüzey pürüzlülüğü genellikle bu nanomalzemelerin fiziksel ve kimyasal özelliklerini etkiler.

Nano malzemeler hemen hemen her yerde kullanılmaktadır. Nano malzemeler enerji, elektronik, sağlık, savunma sanayi, tekstil, seramik, cam, çevre, gıda v.b. alanlarda söz sahibidir. Nano malzemeler birçok farklı metot ile karakterize edilmektedir. Araştırmacıları tarafından nano malzemelerin karakterizasyon işlemleri 5 ana özellik açısından ele alınmaktadır. Her bir özellik yetkinliğimiz dahilinde farklı karakterizasyon cihazları ile her biri konusunda tarafından gerçekleştirilmektedir. Çizelge 3.1. 'de nano malzemelerin özellikleri ve inceleme metodları gösterilmektedir.

Çizelge 3.1. Nano malzemelerin özellikleri ve inceleme metodları

ÖZELLİK	KULLANILAN METOT
Tane boyut ve şekil	Taramalı elektron mikroskobu (SEM)
Yüzey alanı ve por çap ve hacim dağılımı	Brunauer, Emmet ve Teller metodu (BET)
Kimyasal saflık	X ışınları floresans spektroskopisi (XRF) Atomik adsorpsiyon spektroskopisi (AAS) İndüktif olarak eşleştirilmiş kapiler plazma spektrometresi (ICP-OES)
Kristal yapı	X ışınları kırınım metodu (XRD)

Şekil 3.14. 'de nano malzemelerin incelenen karakterizasyonları gösterilmektedir.



Şekil 3.14. Nano Malzemelerin karakterizasyonu

3.8.1. Termo Gravimetrik Analiz (TGA)

Thermogravimetric Analyzer (TGA) malzeme karakterizasyonu için kullanılan temel bir laboratuvar aracıdır. TGA, çeşitli çevre, gıda, ilaç ve petrokimya

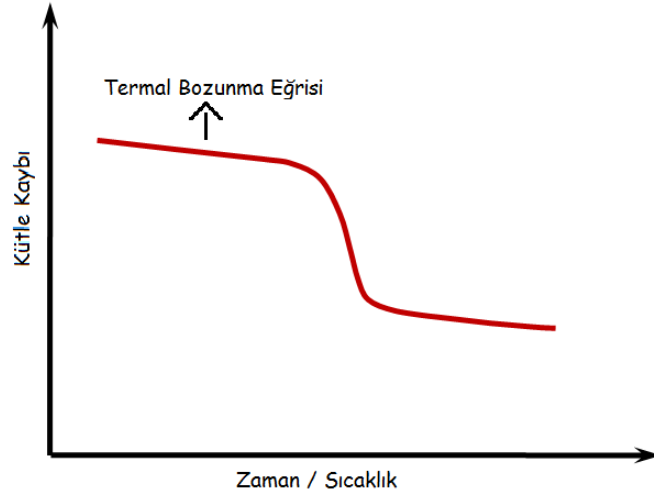
uygulamalarında kullanılan malzemeleri karakterize etmek için bir teknik olarak kullanılır. Termogravimetrik analiz numunesi kontrol edilebilen bir atmosferde kontrol edilebilen bir sıcaklık programına tabi tutulduğunda, madde kütlesinin sıcaklığın yada zamanın bir fonksiyonu olarak incelendiği bir yöntemdir. Termo gravimetrik analiz, numunesi kontrollü bir sıcaklık programına tabi tutulduğunda, madde kütlesinin sıcaklığın yada zamanın bir fonksiyonu olarak incelendiği bir yöntemdir. Diğer bir tanımla bir malzemenin ısıtılmasının ardından ağırlığının yükseldiği veya azaldığı bir tekniktir. Kısaca TGA bir fırının ısıtıldığında veya soğutulduğunda bir numunenin ağırlığını ölçer.

Şekil 3.15. 'de Selçuk Üniversitesinde bulunan TGA analiz cihazının resmi görülmektedir. Yapılan bu çalışmada nanomalzemelerin TGA analizleri bu cihaz ile gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.15. Selçuk Üniversitesi TGA cihazı

Şekil 3.16. 'da görüldüğü gibi değişen sıcaklığa veya zamana karşı, kütle veya kütle yüzdesinin grafiğe geçirilmesiyle elde edilen eğridir. Bu yöntemde çalışılan maddenin mutlaka ısı olarak kütle değişimine uğraması gerekir. Bu değişiklik kütle kaybı (örneğin suyun uzaklaşması) olabileceği gibi kütle artışı da (örneğin metalden → metal oksit oluşumu, O₂'li ortam) olabilir. Yapılan ısı işlem sonucunda yapısında değişiklik olan her maddenin tayinini yapmak da mümkün olmayabilir. Çünkü made ısıl etki ile ikiye parçalanıyor da olabilir.



Şekil 3.16. Termal Bozunma Eğrisi

3.8.2. Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR)

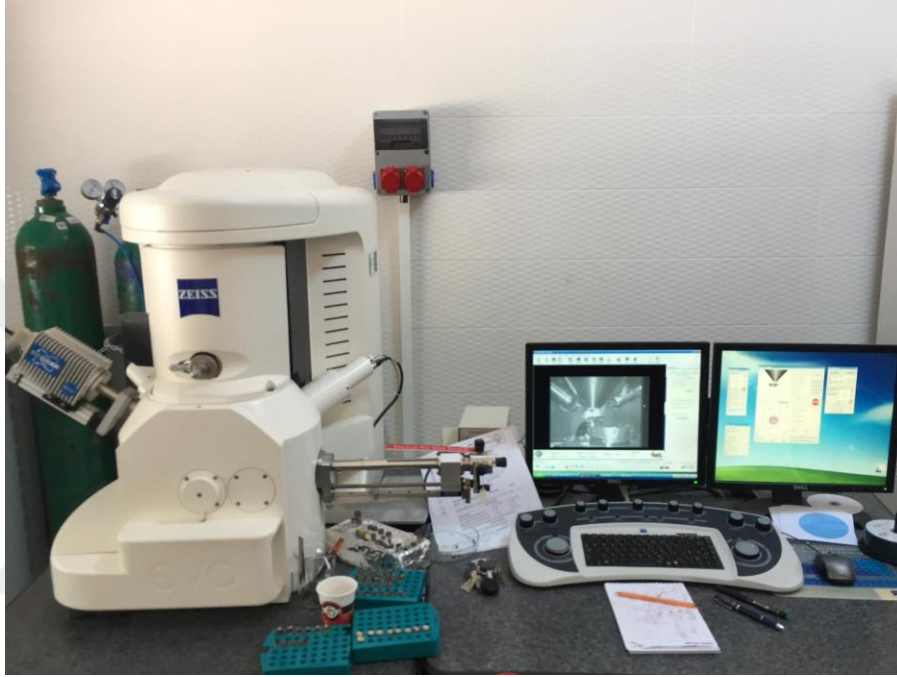
Fourier Dönüşüm Kızılötesi (FTIR) spektroskopisi incelenmek istenen örnek makromolekülleri fonksiyonel gruplarının titresimlerinden kaynaklanan yapısal, kompozisyonel ve fonksiyonel bilgilerin elde edilmesini sağlayan bir tekniktir. Bu spektroskopik teknik, boyama, isaretleme gibi ek maddelerin kullanımını içeren uzun örnek hazırlama prosedurlerine gerek duyulmadan, örneğe zarar ermeden hızlı, hassas ve etkin sonuçların göreceli olarak daha ucuz bir biçimde elde edilmesi sağlaması bakımından diğer tekniklerle karşılaştırıldığında daha avantajlıdır. FTIR spektroskopisi, elde edilen parmakizi benzeri bilgiler ışığında moleküllerin fonksiyonel gruplarının tespit edilmesi ve dolayısıyla farklı doku yapılarının ayırt edilmesine olanak sağlamaktır. Bu teknik kullanılarak, doku ve hücrelerde lipit, protein, DNA, RNA gibi biyomoleküllerdeki fiziksel, örneğin yapısal, değişimlerin izlenmesi mümkün olabilmektedir.

Bu bilgiler, öncelikle doğru bant tanımlamalarının yapılması, sonrasında ise ilgililenen bantların bant pozisyonu, sinyal siddeti/alanı ve bant genişliği değerlerinin hesaplanması ile elde edilebilir.

İlişkili fonksiyone grupların ve yapıların doğasını belirlemek için kullanılan ışığın kızılötesi yoğunluğunun dalga boyunu ve nanopartiküller ile biyolojik ekstraktların özelliklerini ölçümü yapılmaktadır (Heera ve Shanmugam, 2015).

3.8.3. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

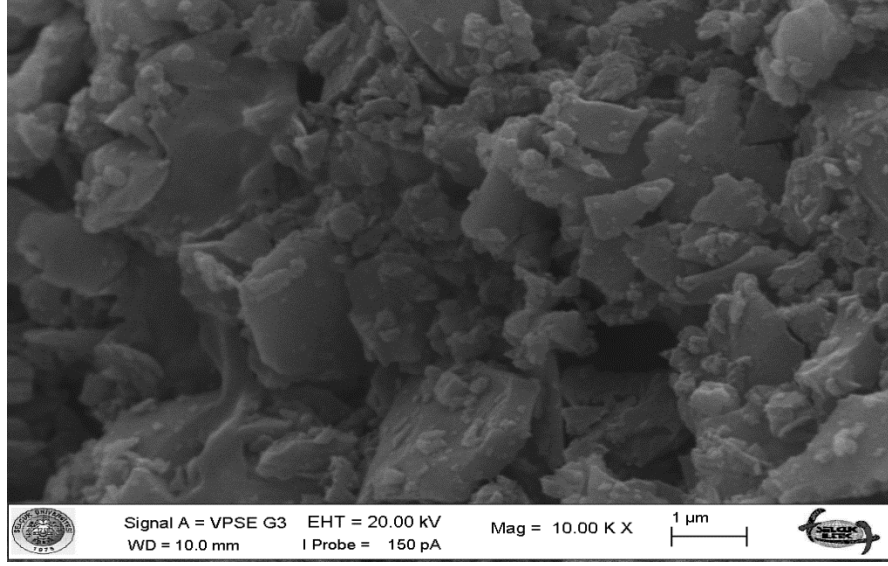
Şekil 3.18. 'de Selçuk Üniversitesinde bulunan SEM cihazının resmi görülmektedir. Yapılan bu çalışmada nano malzemelerin SEM analizleri bu cihazla gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.17. Selçuk Üniversitesi SEM cihazı

İlk ticari taramalı elektron mikroskobu 1965'de kullanılmaya başlanmıştır. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), katı malzemelerin yüzeyinde belirli sinyaller oluşturmak için yüksek enerjili elektronlardan oluşan odaklanmış bir kiriş demeti kullanır. Elektron- numune etkileşimlerinden üretilen sinyaller, doku, kimyasal bileşim ve numuneyi oluşturan kristal yapı ve oryantasyon da dahil olmak üzere numunenin çeşitli bilgilerini verir. Çoğu uygulamada, örnek yüzeyin seçilen bir alanı üzerinden veriler toplanır ve bu özelliklerde mekansal varyasyonları gösteren 2 boyutlu bir görüntü oluşturulur. Genişliği yaklaşık 1 cm ile 5 mikron arasında olan alanlar, klasik SEM teknikleri (20X ile yaklaşık 30.000X aralığında büyütme, 50 ile 100 nm'lik mekansal çözünürlük) kullanarak bir tarama modunda görüntülenebilir. SEM, bir başka açıdan numune üzerindeki seçilen noktasal yerleri analiz etmek için de kullanılabilir; Bu yaklaşım, kimyasal bileşimleri, kristal yapıyı ve kristal yönelimleri niteliksel veya

yanı niceliksel olarak belirlemekte özellikle yararlıdır. Şekil 3.18. 'da B_4C nano partikülün SEM görüntüsü gösterilmektedir.



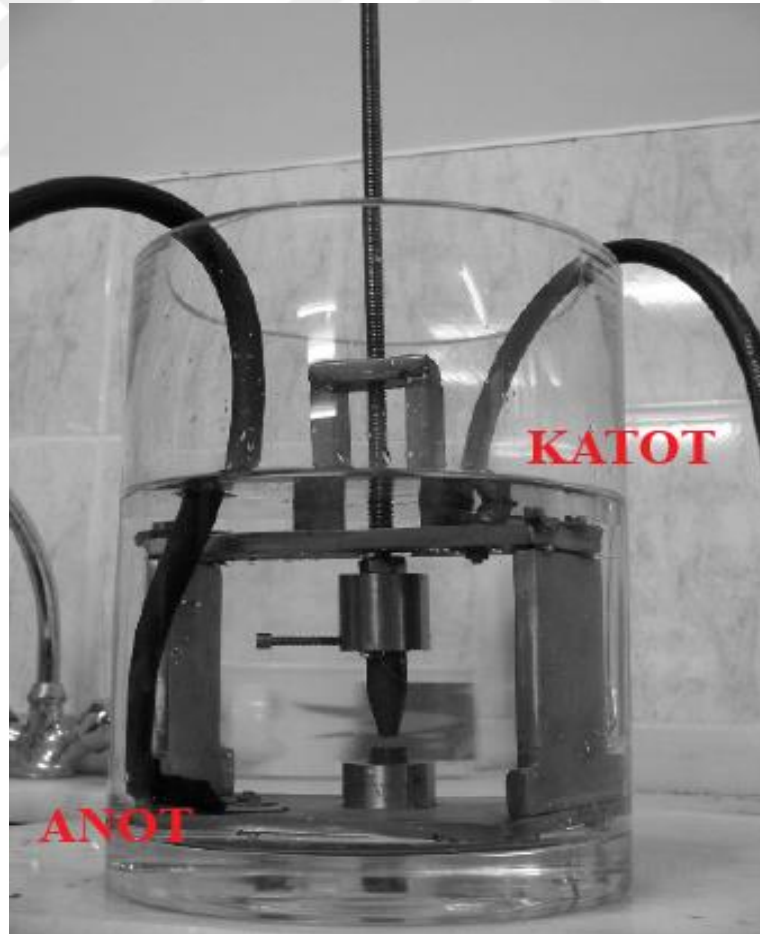
Şekil 3.18. Bor Karbür SEM Görüntüsü

4. MATERYAL VE YÖNTEM

4.1. Gd₂O₃ Nano Partikül Üretimi

Gd₂O₃ nano partikül üretimi ark-deşarj yöntemi kullanılarak yapılmıştır. Bu yöntemde, biri anot biri de katot olmak üzere hazırlanmış iki metal çubuk arasında ark oluşacak şekilde bir mesafe oluşturularak uygulanan doğru akım sonucu nano parçacık sentezlemesi sağlanır. Stabil arkın oluşma mesafesi 1mm veya daha az olmaktadır. Ark esnasında metal çubuktan parçalanarak nano parçacıklar saf su içerisine dağılır. Sıvı içerisinde dağılmış halde bulunan parçacıklar ayrı bir kaba süzülerek ayrıştırılır.

Şekil 4.1. 'de gösterilen ark deşarj ünitesinde biri anoda diğeri katoda bağlı olan iki metal çubuğun sentezlenmesi şematize edilmiştir. Verilen doğru akımın şiddetine göre step motor sayesinde gözle takip edilmesi zor bir hareketle metal çubuğun ilerlemesiyle nanoparçacık üretimi yapılacaktır. İki metal arasında oluşan arktan dolayı parçalanarak nano malzemeler de-iyonize su ya da sıvı azot içerisine dağılacaktır. Üretim tamamlandıktan sonra sıvı içerisinden süzülerek ayrıştırılacaktır.



Şekil 4.1. Ark Deşarj Yöntemi

Şekil 4.2. 'de görüldüğü üzere Tubitak araştırma projesi 213M500 nolu projeden alınan mikro boyutta Gd_2O_3 ortası tornada açılmış grafit çubuğunun içine yerleştirilerek ark-deşarj düzeneği kurulmuştur. Kurulan düzenek daha sonra 5 lt'lik beherin içine konulmuştur. Anot ve katot kutupları yerleştirilip beherin içerisine sıvı azot dökülmüştür. Şekil 4.1. 'de de görüldüğü gibi sonsuz vida yardımıyla ark meydana gelmektedir. Ark yaklaşık 2 dakika sürüp işlem tamamlandıktan sonra düzenek beherin içerisinde çıkartılıp azotun buharlaşması beklenmiştir. Mikro boyutta olan Gd_2O_3 nano boyuta indirgenmiştir.



Şekil 4.2. Ark Deşarj Yöntemi

4.2. B₄C Nano Partikül Üretimi

Bor karbür, düşük yoğunluklu, uygun sertlik ve elastik özellikleri, yüksek erime noktası ve kimyasal etkisizliği, ayrıca özel nükleer ve elektrik özellikleri nedeniyle kimyagerlerin, fizikçilerin, malzeme bilimcilerin ve diğer uzmanların dikkatini çekmiştir. Son birkaç yılda, bor karbür esaslı zırh, termoelektrik, yarı iletken, biyolojik ve radyasyona karşı dayanıklılık oluşturma çabaları nedeniyle ilgi artmıştır. Yapısal parametrelerin değiştirilmesinin ve yaygın dökme kristal malzemelerden mikro ve nano kristal malzemelere geçmenin kimyasal ve mekanik özelliklerini ve performanslarını nasıl değiştirdiğini düşünmek ilgi çekicidir (Andrievski, 2012).

Mikro boyuttan nano boyutta B₄C üretimi çeşitli yöntemlerle sağlanmaktadır. Bunlar başlıcaları kimyasal buhar yoğunlaştırıcı, hidrojen redüksiyonu yöntemi, asal gaz yoğunlaştırma yöntemi, alev sentezi yöntemi, mekanik aşındırma yöntemi, ultrasonik sprey ve ark deşarj yöntemidir. Bu tez çalışmamda nano B₄C üretimi için mekanik aşındırma yöntemlerinden biri olan aşındırma öğütücüler metodunu kullandım. Ark deşarj yöntemiyle bor karbür üretmek zahmetli, büyük kütlelerde üretmek zaman alıcı, istenilen sonucu almak ve optimum akımı ayarlayamakta oldukça zordur. Ball milling cihazının alınmasıyla, daha kolay ve istenilen miktar/küttelede üretim yapılmasının önü açılmıştır. Ball milling cihazında tungsten karbid hazne ve tungsten karbidde yapılmış bilyalar mevcuttur. Şekil 4.3. 'de görüldüğü 9 mm çapında 10 adet bilyaları ve mikro boyutta B₄C'leri haznenin içine yerleştirilip 500 rpm devirde 12 saat döndürüldükten sonra haznedeki partiküller beherin içerisine konulmuştur. Öğütülerek mikro boyuttan nano boyutta çevrilen partiküller analiz yapılmasından sonra kullanıma hazır halde beherin içerisinde bekletilmiştir.



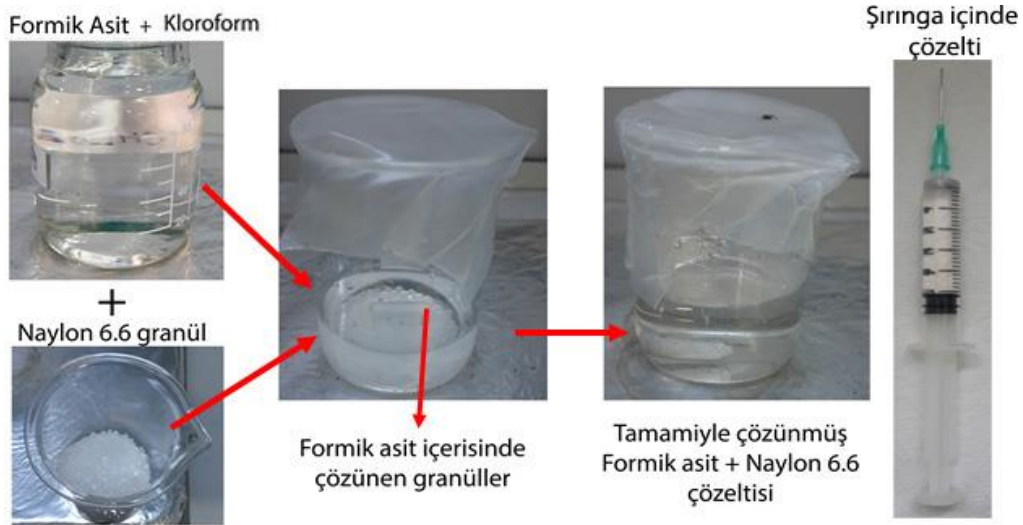
Bilyalı Öğütme Sistemi



Şekil 4.3. Nano boyutta B₄C üretimi

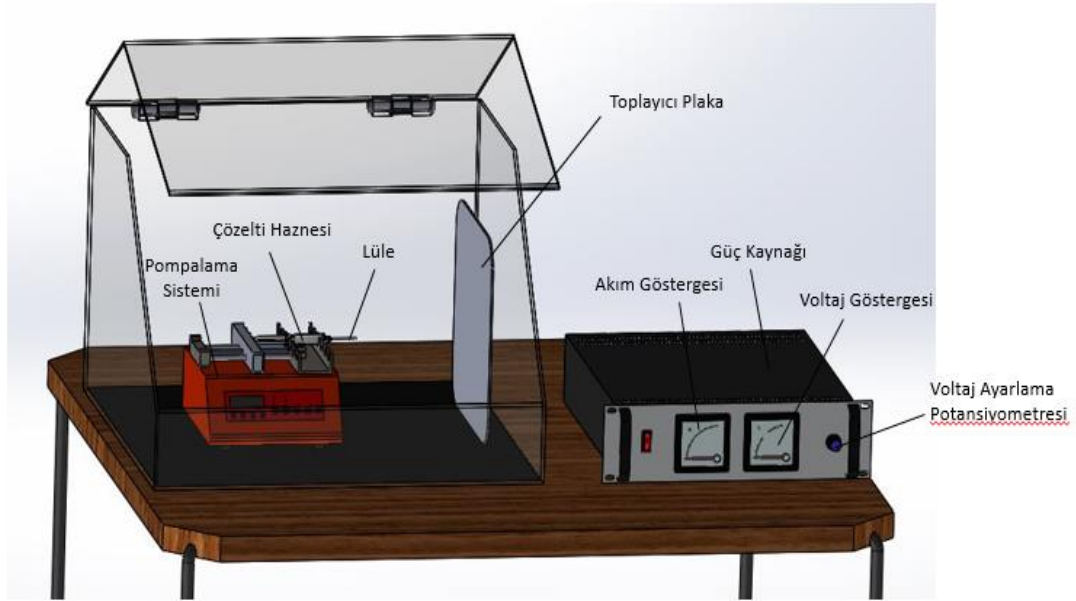
4.3. Elektro-eğirme Yöntemiyle Nano Elyaf Üretimi

Laboratuvarımızda bulunan elektrospin cihazı kullanılarak naylon 6.6 nano elyafların üretimi gerçekleştirilmiştir. Naylon 6.6 polimerinin uygun bir konsantrasyon ile DMF içerisinde çözülmüştür. Konsantrasyon oranının yüksek olması fiber çaplarının büyük olmasına neden olurken, düşük olması ise boncuklu bir yapının oluşmasına neden olmaktadır. N6.6 çözeltisi üretmek için partikül olarak bulunan 6 g N6.6, 42 ml formik asit ile 18 ml kloroform içerisinde koyularak N6.6'nın asit içerisinde manyetik karıştırıcı vasıtasıyla tamamen çözünmesi beklenmiştir. (Şekil 4.4.). N6.6 formik asit ve kloroform içerisinde tamamiyle çözüldükten sonra ortaya çıkan çözelti N6.6 çözeltisi nano elyaf üretmek için hazır hale gelmiştir. Bu yüzden sürekli ve homojen fiberler elde etmek için ideal polimer konsantrasyonun belirlenmesi de gerekmektedir. Naylon 6.6 çözeltisi elektro-eğirme cihazında bulunan pompaya yerleştirilmiştir (Şekil 4.5.). Perküzyon pompası 1 ml/s hıza ve şırınga ucutambur mesafesi 10 cm olacak şekilde ayarlanmıştır. Yüksek gerilimi sağlayan güç kaynağından da 22 kV değerine ayarlanarak üretime gerçekleştirilmiştir.



Şekil 4.4. Naylon 6.6 (N6.6) +Formik asit çözeltisi hazırlama işlemi (Senyurt 2017)

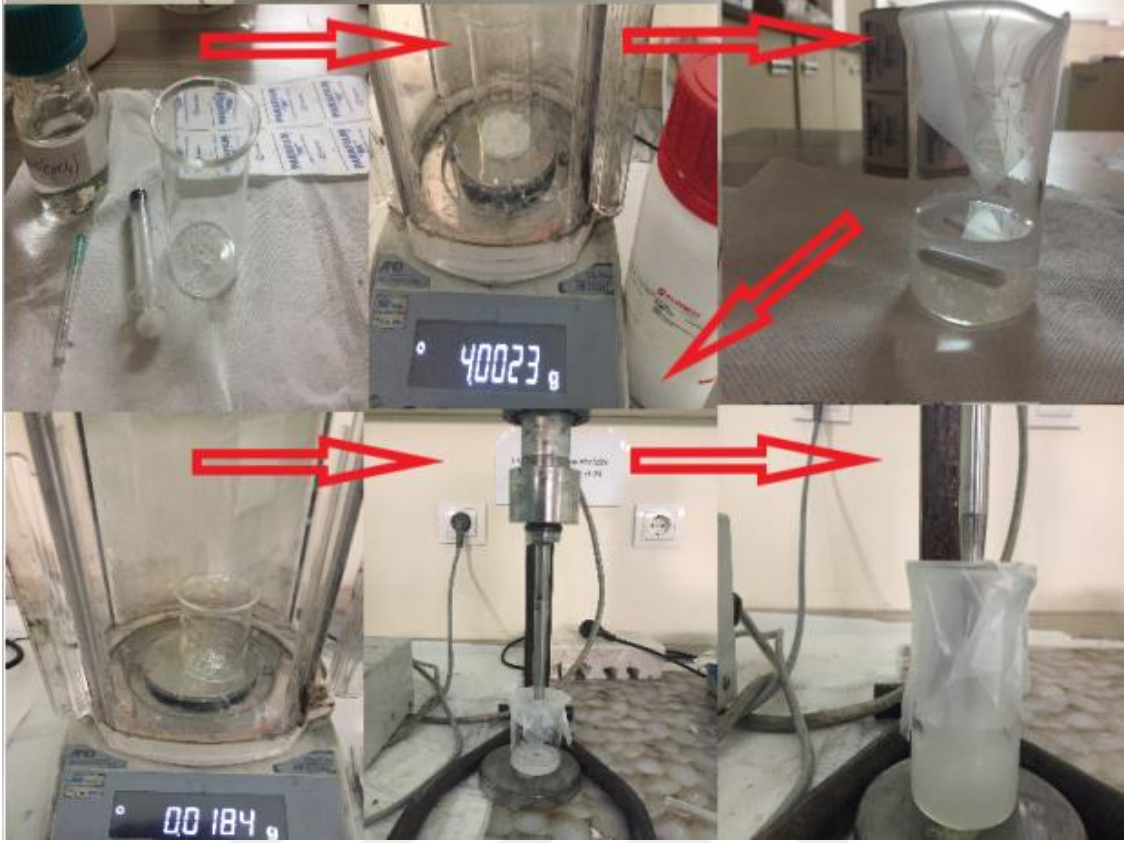
Hazırlanan polimer solüsyonları iğne ucu 0.5 mm olan 10 ml temiz plastik şırınga içerisine alındıktan sonra, otomatik pompa üzerine yerleştirilmiştir. Bu şırınganın ucundan 15 cm uzaklıkta nano fiberlerin toplanacağı alüminyum folyo sarılı kollektör konumlandırılmıştır. Yüksek geriliminin bir ucu şırınga iğnesinin ucuna bağlanırken diğer ucu yani topraklanmış olan kısmı kollektöre bağlanmıştır. Yüksek gerilim cihazının voltaj değeri 20 ile 30 kV arasında değişecek şekilde ayarlanmıştır. Sistem çalışmaya başladıktan sonra iğne ucundan çıkan solüsyon elektrostatik kuvvet ve damlacığın uzaması esnasında içindeki çözücünün uçmasıyla birlikte uzayarak kollektöre toplanarak nano elyaf üretimi başarıyla sonuçlanmıştır.



Şekil 4.5. Elektro-eğirme yöntemiyle naylon 6.6 üretimi (Şenyurt, 2017)

4.3.1 Gd₂O₃ ve B₄C Nano Partikül Katkılı Nano Elyaf Üretimi

Üretilen Gd₂O₃ nano partiküller N6.6 ağırlığının % 0.1 Gd₂O₃'ler tartılarak 60 ml formik asitin (18 ml' i kloroform) içerisine eklenmiştir. Kloroformun konulmasının temel sebebi Gd₂O₃'lerin partiküllerini formik asitli N6.6 çözeltisine eklenmeden önce partikülleri dağıtma işlemi yaparak homojenleştirme işlemi gerçekleştirilmiştir. Şekil 4.6. 'da görüldüğü üzere kloroforma eklenen Gd₂O₃ çözeltisi ultrasonik karıştırıcıda 10 dk karıştırıldıktan sonra N6.6. çözeltisine eklenerek karışım problu sonikatörde 50 kHz frekansta 1 saat boyunca karıştırılmıştır. Problu sonikatörün çalışmasından ötürü açığa çıkan ısı ile çözeltinin sıcaklığı artmaktadır. Sıcaklığı düşürmek için çözeltinin altına buz yerleştirilmiştir. Hazırlanan çözelti elektro-eğirme cihazına yerleştirilerek nano elyaf üretim işlemi gerçekleştirilmiştir. Aynı şekilde nano B₄C takviyeli N6.6 nano elyaf üretimi yapılmıştır. N6.6'nın ağırlığınca % 0.05 Gd₂O₃ ve % 0.05 B₄C kloroformla karıştırılarak hibrid diye adlandırdığımız nano elyaf üretilmiştir.



Şekil 4.6. Elektro-eğirme yöntemiyle B₄C ve Gd₂O₃ katkılı naylon 6.6 üretimi

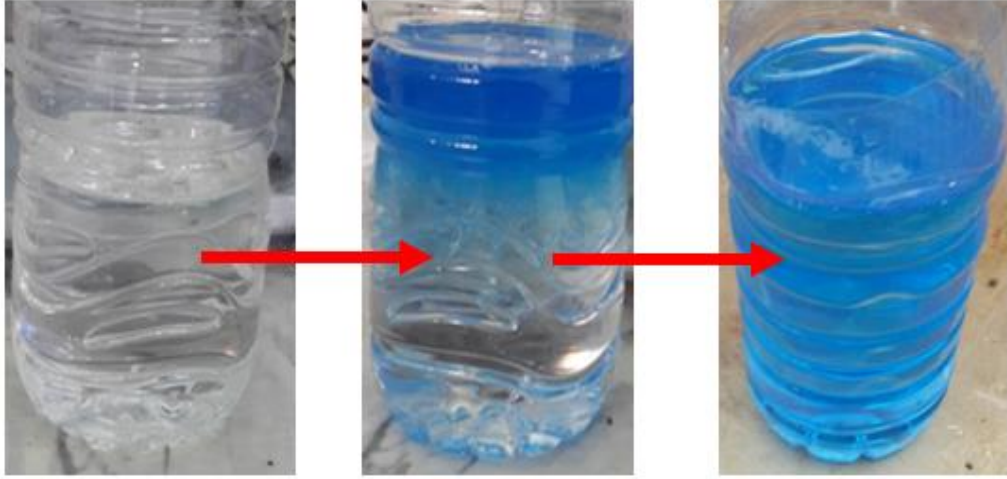
4.4. Nano Keçe Takviyeli Nano Kompozit Malzemelerin Üretimi

Bu tez çalışmasında çekme ve dinamik mekanik analizde kullanılmak üzere üretilmesi hedeflenen kompozit malzemenin ölçüleri ve miktarı testler göz önünde bulundurularak belirlenmiştir. Kompozit malzemeler el yatırma yöntemiyle üretilmiştir. Kompozit malzeme üretiminde kullanılan makas, ayırma kumaşı, vakum infüzyon poşeti, sızdırmazlık macunu, Labkon firmasından temin edilmiştir. Üretimde kompozit malzemelerinin üretildiği ve sertleştirme işleminin gerçekleştiği Selçuk Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Makine Mühendisliği Bölümü Kompozit Malzeme Üretim Laboratuvarında bulunan LCD kontrol panelli vakum infüzyon tezgahı kullanılmıştır (Şekil 4.7.).



Şekil 4.7. LCD Panel Kontrollü Vakum İnfüzyon Tezgahı

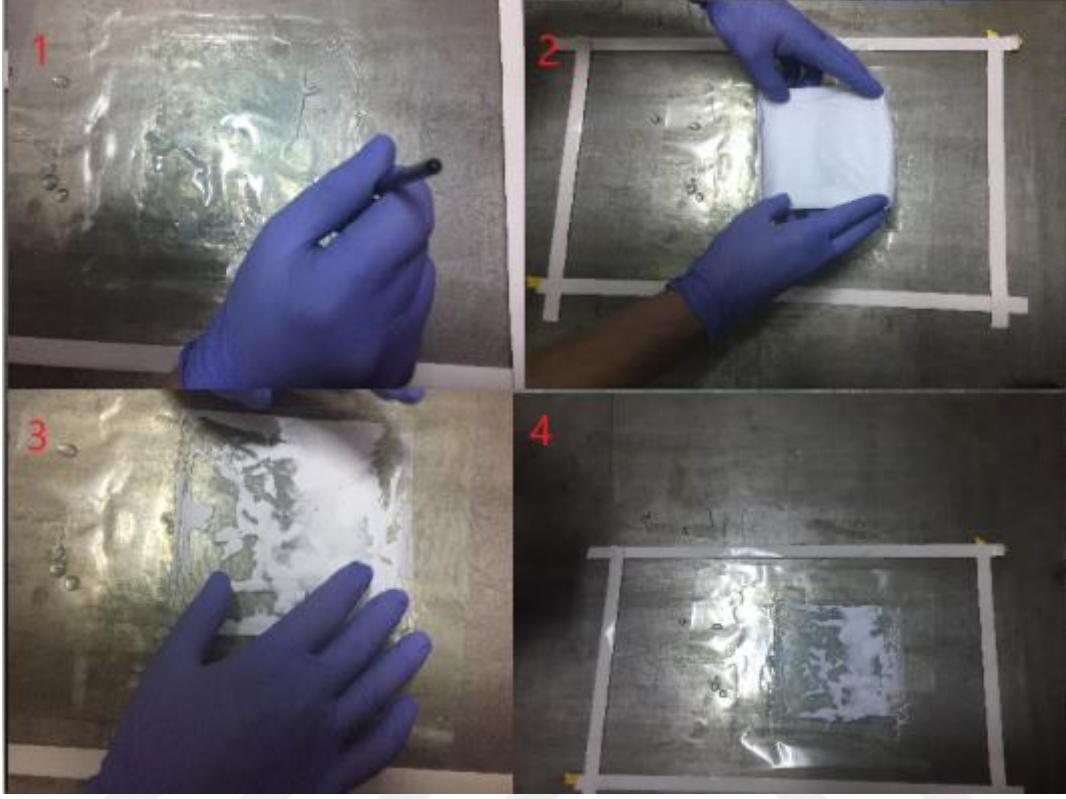
Nano kompozit üretimi için gerekli malzemeleri kullanıma hazır hale getirebilmek için mevcut laboratuvarlarımız kullanılmıştır. İlk öncelikle epoksi reçineyi yani MGS L160'ı kürleşticiyle karıştırılmıştır. MGS L160'ın % 25 oranında kürleştirici olarak H160 malzemesiyle karıştırarak kullanıma hazır hale getirilmiştir (Şekil 4.8.).



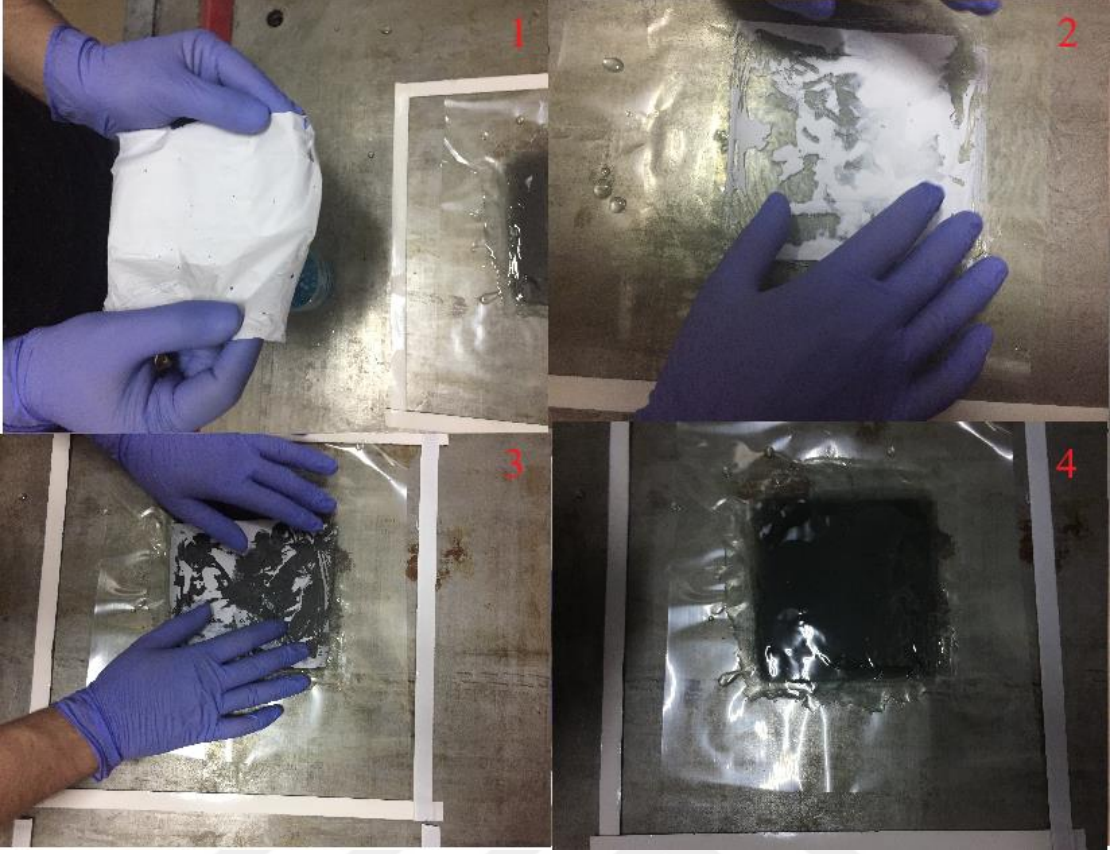
Şekil 4.8. Epoksi ve kürleşticilerin hazırlanması

Daha sonra 10 X 10 cm karelik alana hazırlanan epoksi reçine sürülmüştür. Epoksi reçine üzerine ürettiğimiz saf N6.6 nano elyaf yerleştirilmiştir. Yerleştirilen nano elyaf üzerine tekrar epoksi reçine sürülerek bu işlem 16 kez tekrarlanarak 16 tabakalı nano kompozit malzeme üretilmiştir (Şekil 4.9. ve 4.10.) Bu işlemler bütün kompozit malzemelere uygulayarak N6.6 nano, N6.6 içerisine ilave edilmiş bor karbür,

N6.6 ierisine ilave edilmiř gadolinyum oksit, N6.6 ierisine bor karbür ve gadolinyum oksit nano kee takviyeli kompozit malzemelerin üretimi gerekleşmiřtir. Ayrıca saf epoksi üreterek 5 adet farklı plakalar üretilmiřtir.



řekil 4.9. N6.6 nano elyaf takviyeli nano kompozit malzeme üretimi

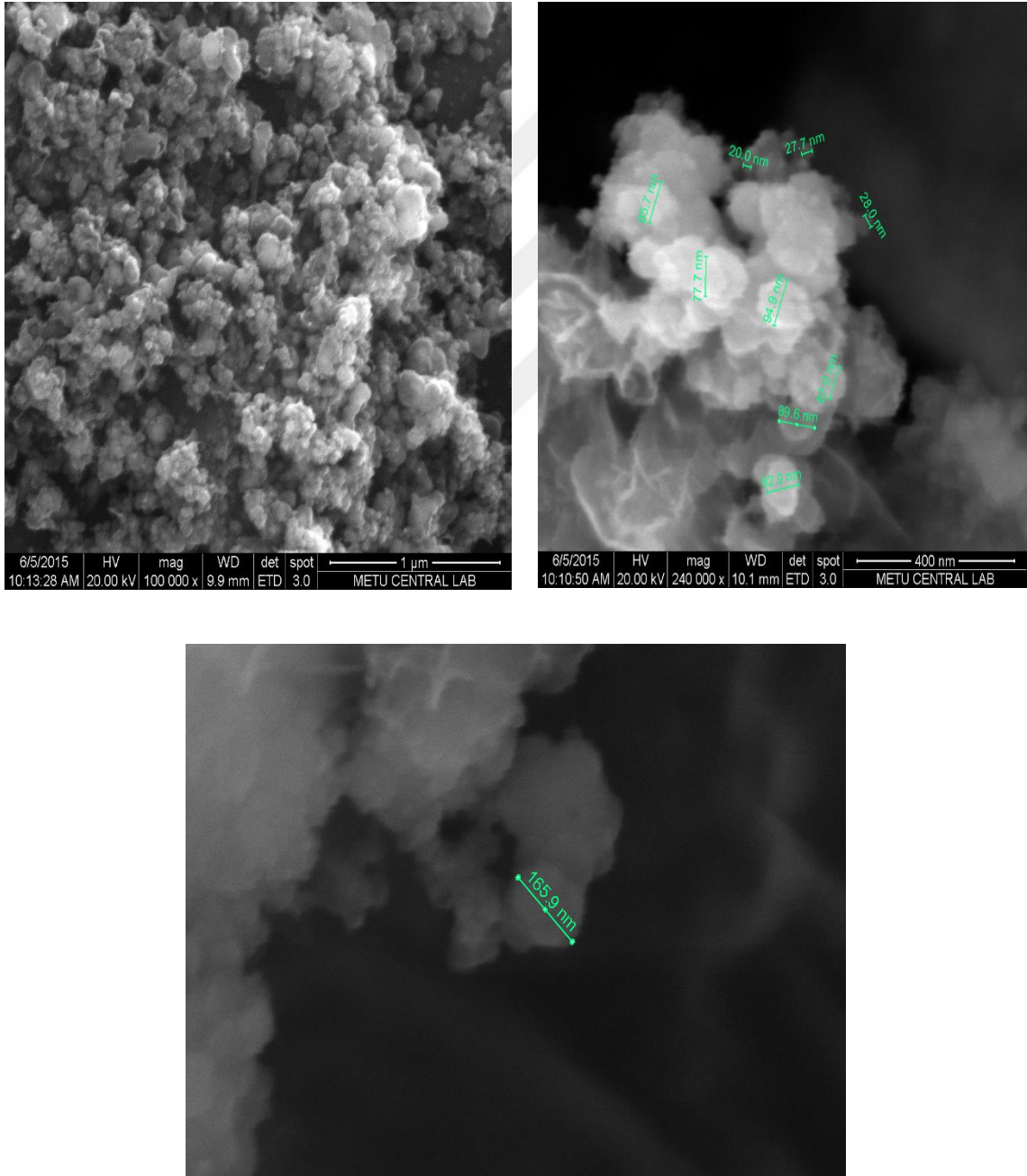


Şekil 4.10. B₄C ilave edilmiş N6.6 nano elyaf takviyeli nano kompozit malzeme üretimi

5. ARAŞTIRMA SONUÇLARI ve TARTIŞMA

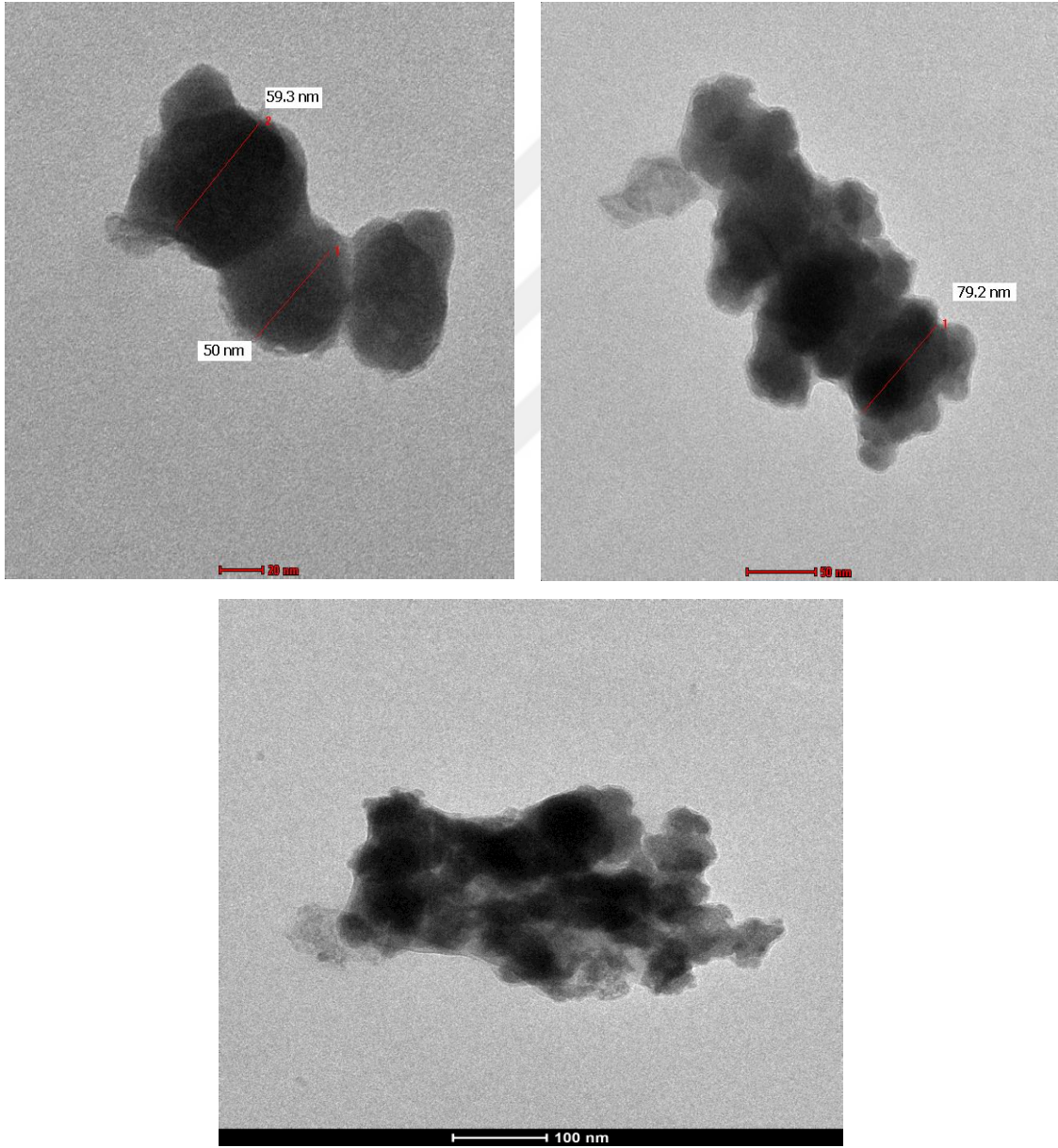
5.1. Gd₂O₃ Nano Partikül Analizleri (SEM, TEM, XRD ve EDX)

Üretilen Gd₂O₃ nano partiküller daha sonra SEM, TEM, XRD ve EDX görüntüleri alınarak fiziksel ve kimyasal özellikleri incelenmiştir. Üretilen Gd₂O₃ 'lerin SEM analizleri Selçuk Üniversitesi İleri Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi (İLTEK) 'nde mevcut olan ZEISS Evo LS 10 cihazı ile 20 kV gerilimde 10⁻⁶ bar vakum altında elde edilmiştir.



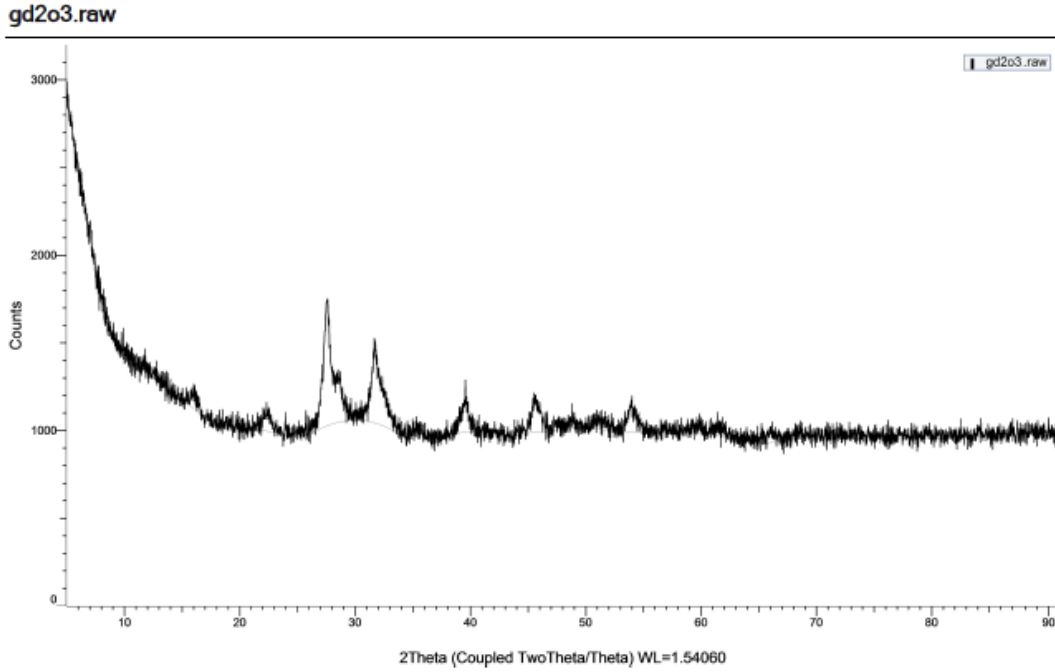
Şekil 5.1. Üretilen Gd₂O₃ SEM görüntüleri

Gadolinium oksit nano tozu farklı floresan, ışıltama ve elektrikli cihazlarda kullanılır. Lektrolüminesan cihazlarda, katod ışını tüpü, saha emisyon göstergeleri, ferroelektrik bellek, plazma gösterge panelleri, ultraviyole detektörleri ve yüksek çözünürlüklü x-ışını tıbbi görüntüleme de kullanılır. Şekil 5.1. de Gd_2O_3 nano partiküllerin farklı büyütme SEM görüntüleri gösterilmektedir. Bu görüntülerdeki Gd_2O_3 'lerden on tanesi ölçülerek ortalama boyutları yazılmıştır. Gd_2O_3 lerin ortalama boyutları 80 nm civarındadır. Ark deşaj yöntemiyle üretilen Gd_2O_3 nano patiküller daha sonra naylon 6,6 nano elyaflara katılarak deney numunelerine hazır edilmiştir.



Şekil 5.2. Üretilen Gd_2O_3 TEM görüntüleri

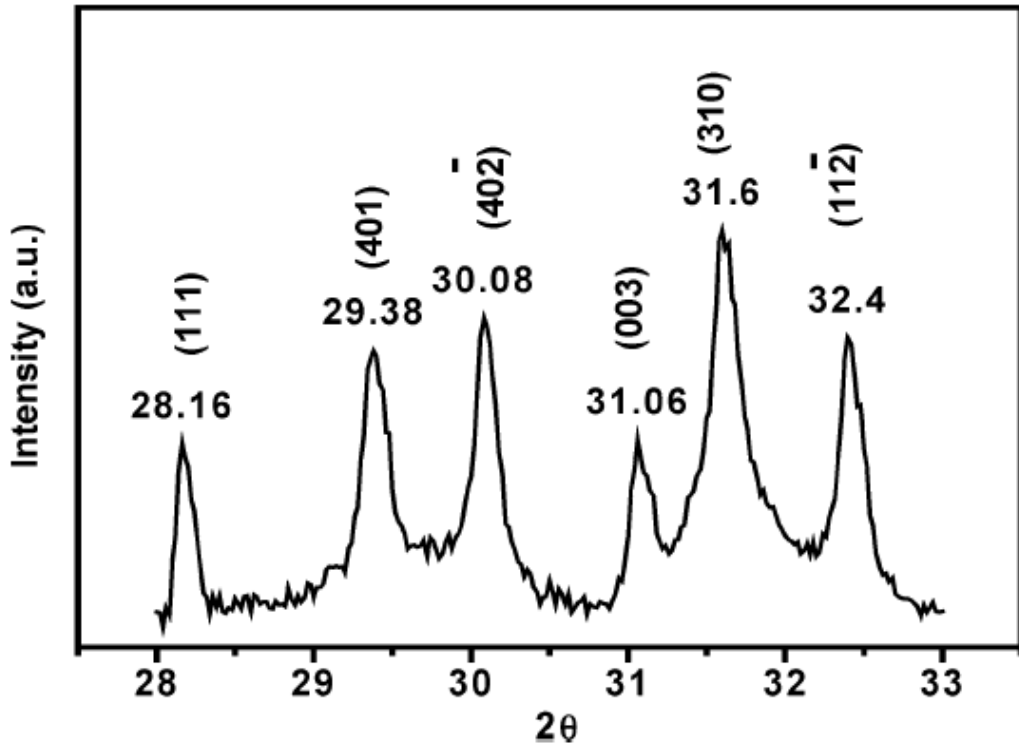
Sıvı azot içinde 50 A uygulanarak oluşturulan arkdeşarj ile üretilen nano boyuttaki Gd_2O_3 'in TEM görüntüleri Şekil 5.2'de görülmektedir. TEM görüntülerinde Gd_2O_3 nano partiküllerin çeşitli şekillerde olduğunu görmekteyiz. Bazıları küresel, bazıları küt kalın çubuklar şeklinde olup, düzensiz dağılan Gd_2O_3 küresel bir yapıya sahiptir. Nano boyuttaki partiküllerin boyutu ve şekli üretim sırasında ki ark akımına bağlı olarak değişmektedir.



Şekil 5.3. Üretilen Gd_2O_3 XRD görüntüleri

X-Işını Kırınım yöntemi (XRD), her bir kristalin fazın kendine özgü atomik dizilimlerine bağlı olarak, X-ışınlarını karakteristik bir düzen içerisinde kırması esasına dayanır. X-Işını Kırınım analiz yöntemi, analiz esnasında malzemeye herhangi bir tahripte bulunmaz ve çok az miktarda bulunan malzemelerin bile analizlerinin gerçekleştirilmesini sağlar. Çalışma prensibi olarak örneğe X-Işını göndererek kırılma ve dağılma verileri toplaması söylenebilir. Kristal yapısına göre ışını farklı açılarda ve şiddette kıran örnekler çok hassas biçimde analizlenebilmektedir. Fourier Transform devriminden sonra XRD makineleri de bayağı profesyonellişmiş önceleri her açığı ayrı ayrı analizleyip toplu değer sunan makineler şimdi geniş açıları çok dar zamanda ve uygun çıktı ile verebilmektedir. XRD'yi çok kullanışlı yapan şey kristal yapılarında parmak izi hassaslığında veri toplayabilmesi ve güvenilir olmasında yatmaktadır. X-ışınlarının kristallerden difraksiyonu X-Işınları kristalin üzerine geldiğinde elektronlar

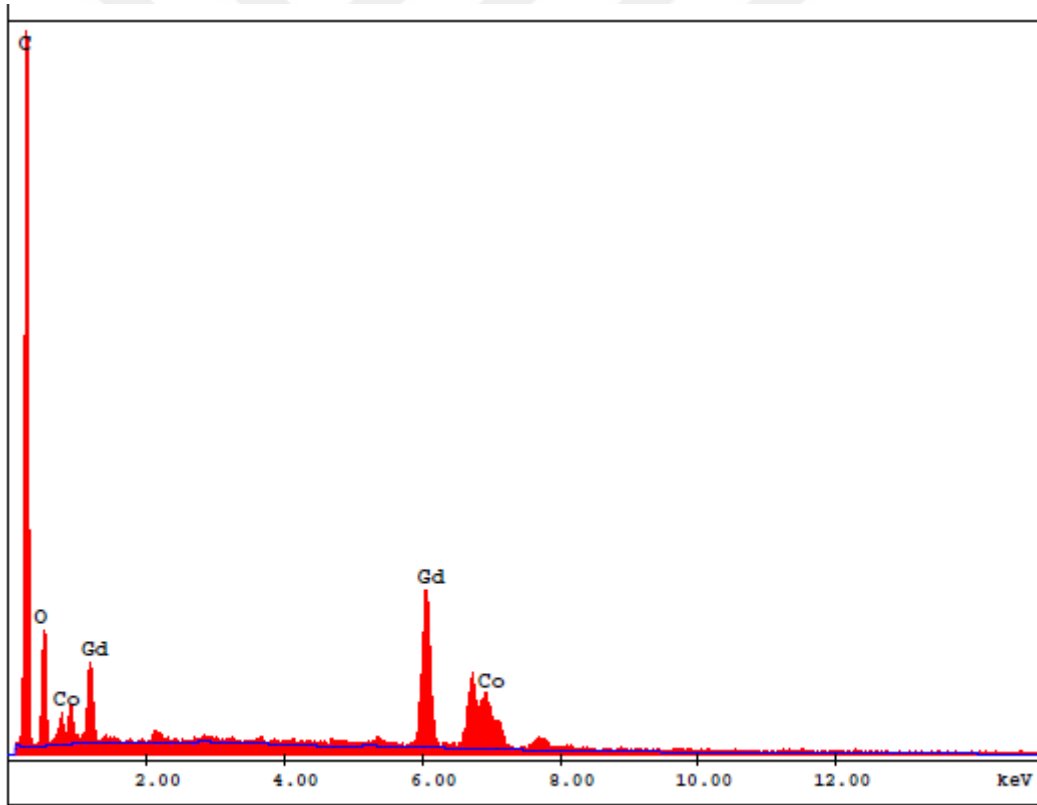
tarafından soğurulur ve elektronlar salınım yapmaya başlar Salınan bu elektronlar bir x-ışını kaynağı gibi davranarak her yöne x-ışınları fotonları yayar.kristalin farklı bölümlerinden saçılan bu fotonlar,toplanarak ölçülebilir bir x ışını şiddeti oluştururlar. Kristalde paralel düzlem takımları olduğunu varsayan Bragg koşulunun sağlandığı bu durumda, saçılan x-ışınları yapıcı girişim yaparak birbirlerini güçlendirmiş olacaktır. BRAGG EŞİTLİĞİ Yansımadan önce ve yansıdıktan sonra aynı fazda olan X-ışınları yapıcı bir girişime uğrayarak aydınlık noktaları oluşturur. θ = Gelme açısı θ = Yansıma açısı λ = X-ışını dalgaboyu $\theta \theta 2\theta$ Toplam kırınım açısı = 2θ . Komşu kristal düzlemleri arasındaki mesafe farkı nedeniyle iki farklı ışın demeti hafifçe farklı uzunlukta yol kat ederler İki demeti dik çizgilerle birbirine bağlayarak bu yol farkı gösterilebilir. $DE = d \sin \theta$. Brag denklemi $2d \sin \theta = n\lambda$ Burada, d düzlemler arası mesafe ve n kırınımın mertebesidir. Bragg yansıması sadece $n\lambda \leq 2d$ dalgaboyu şartında meydana gelir. Bu koşulu sağlamak görünür ışık dalgaboyu ile mümkün olmadığından X-ışınları kullanılmaktadır. Kırınıma uğramış demetler (yansımalar) Bragg yasası ile tanımlanan belirli açılarda oluşabilir.



Şekil 5.4. Gd_2O_3 XRD görüntüleri (Goldys ve ark., 2006)

Şekil 5.3 te üretmiş olduğumuz Gd_2O_3 nanopartiküllerin XRD pikleri verilmiştir.

Şekil 5.4. 'de literatür ile karşılaştırılması yapılan Gd_2O_3 XRD piklerine göre, üretilen nano yapı Gd_2O_3 'in kübik yapıda olduğu söylenebilir ($a=b=c=10.82311 \text{ \AA}$). Sırasıyla kafes yapıları ve pik dereceleri ise (221),(222) ve (400)... ve $2\theta=21^\circ, 28^\circ, 33^\circ$ ve Literatürde yapılan çalışmalarda, benzer major piklere rastlanılmıştır. Gadolinyum oksitin yaygın olan iki tane kristal yapısı vardır. Bunlar monoklinik yapı ve kübik yapıdır. Kübik yapısı magnez (III) oksitin yapısına benzer bir mineraldir ayrıca biksibit ismiyle de adlandırılır. Kübik yapının içinde iki tane gadolinyum çeşidi vardır. Her ikisinin 6 koordinasyon numarası vardır fakat onları çevreleyen oksijen atomlarının dizilimleri farklı bir geometriye sahiptir. Oda sıcaklığında, kübik yapı en stabildir ve monoklinik yapı için faz değişimi 1200°C 'de gerçekleşir ve 1200 ile 2100°C arasında hegzagonal faz hakimdir ve erime noktası 2420°C 'dir.

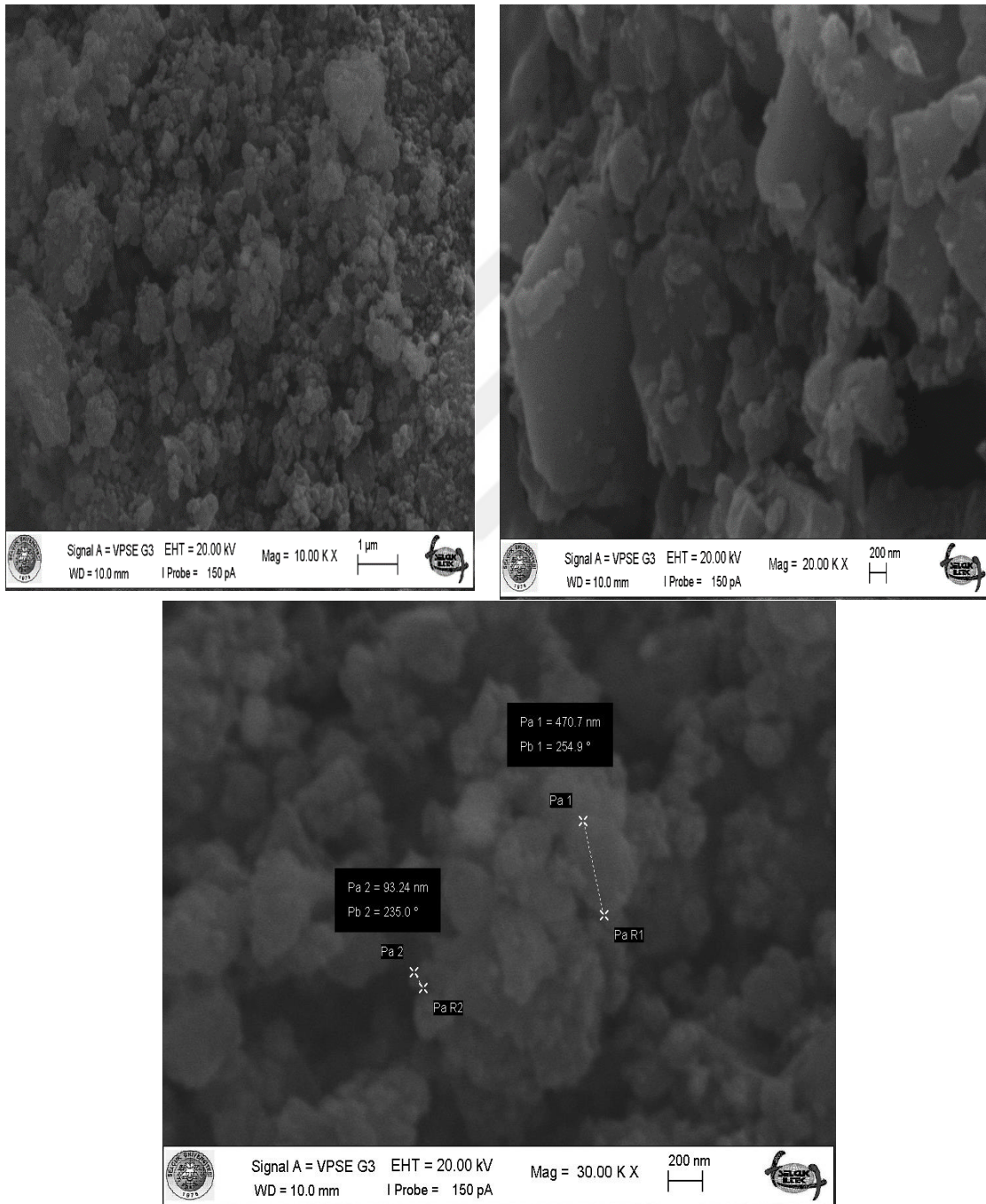


Şekil 5.5. Üretilen Gd_2O_3 EDX görüntüleri

Üretilen Gd_2O_3 EDX görüntüleri Selçuk Üniversitesinden alınmıştır. EDX sonuçlarına göre ürettmiş olduğum Gd_2O_3 içerisinde Gadolinyum ve Oksijen iyonlarına rastlanmıştır (Şekil 5.5.).

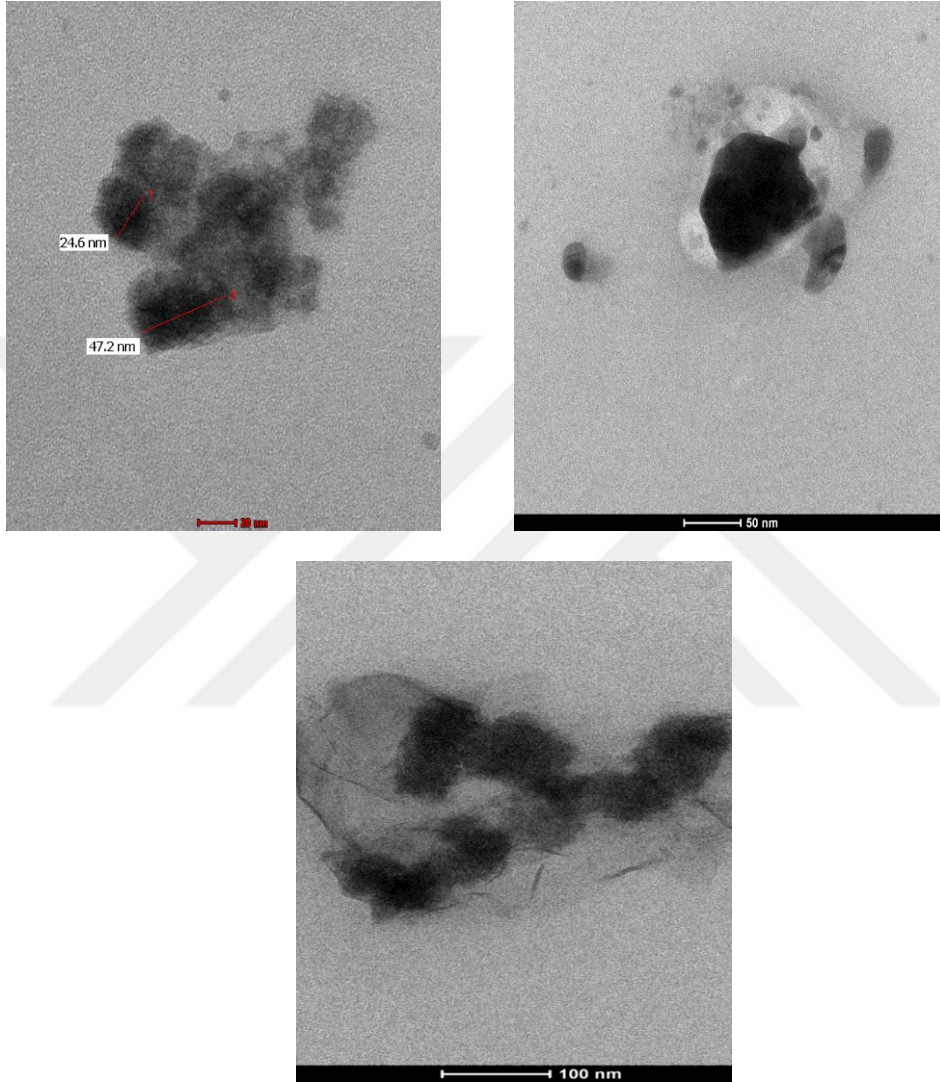
5.2. B₄C Nano Partikül Analizleri (SEM, TEM, XRD ve EDX)

Bilyalı dövme ile üretilen B₄C nano partiküller daha sonra SEM, TEM, XRD ve EDX görüntüleri alınarak fiziksel ve kimyasal özellikleri incelenmiştir. Üretilen B₄C SEM incelemeleri Selçuk Üniversitesi İleri Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi (İLTEK) 'nde bakılmıştır.



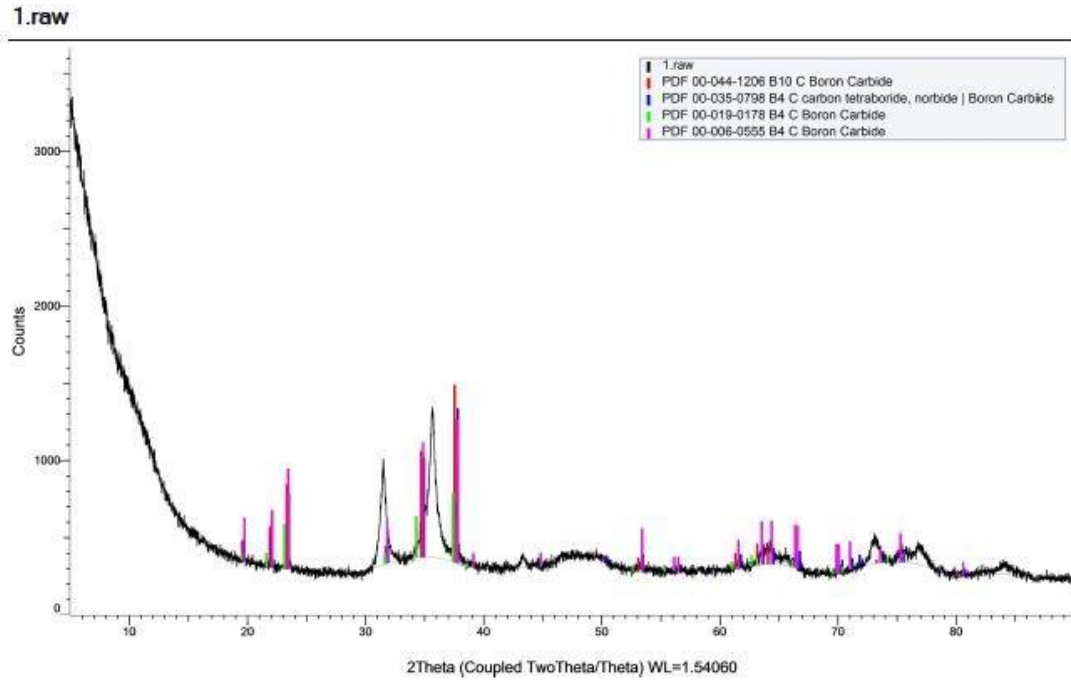
Şekil 5.6. Üretilen B₄C SEM Görüntüleri

Şekil 5.6. 'da görülmekte olan nano parçacıkların 10 KX, 20 KX ve 30 KX büyütme SEM görüntüleri verilmektedir. Üretilen bor karbür malzemeler boyutları yaklaşık 50 nm ile 400 nm arasında değişmektedir. B₄C nano partiküllerin şekilleri genel olarak düzensiz şekillerdir. Bazıları düzensiz levha konumundadırlar.



Şekil 5.7. Üretilen B₄C TEM Görüntüleri

Bilyali öğütme yöntemiyle üretilen nano bor karbür nano partiküllerin TEM görüntüleri Şekil 5.7 de verilmiştir. Görüntüler incelendiğinde nano bor karbürün amorf veya mikro kristalli olduğu görülmektedir. TEM görüntülerinden de B₄C nano partiküllerin şekilleri düzensiz plakalar şeklindedir.



Şekil 5.8. Üretilen B₄C XRD Görüntüleri

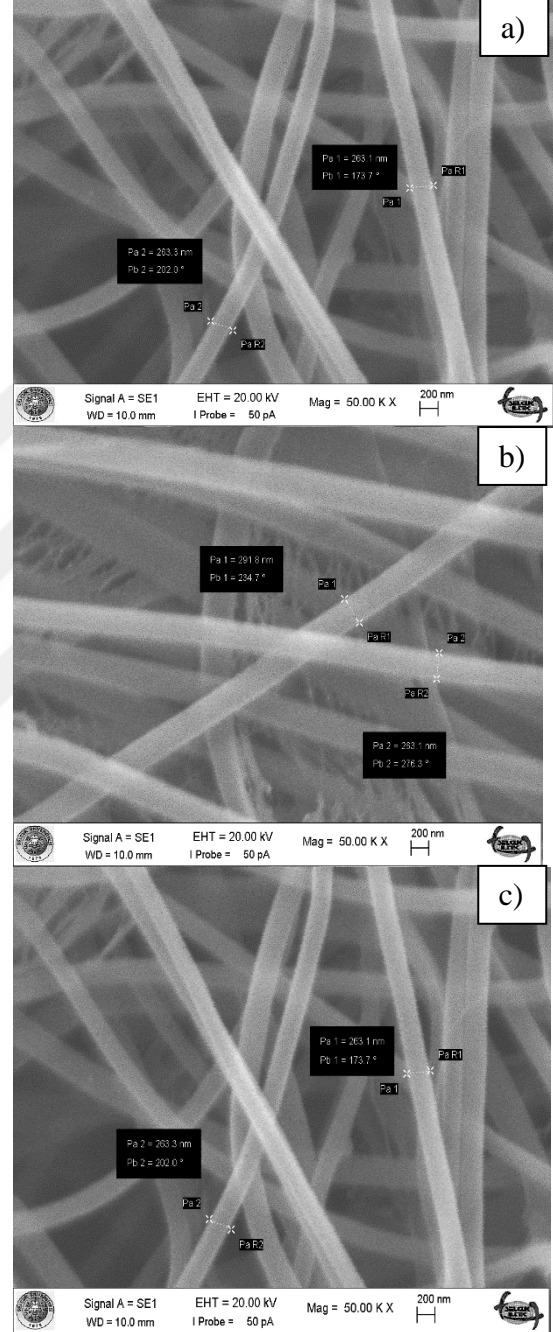
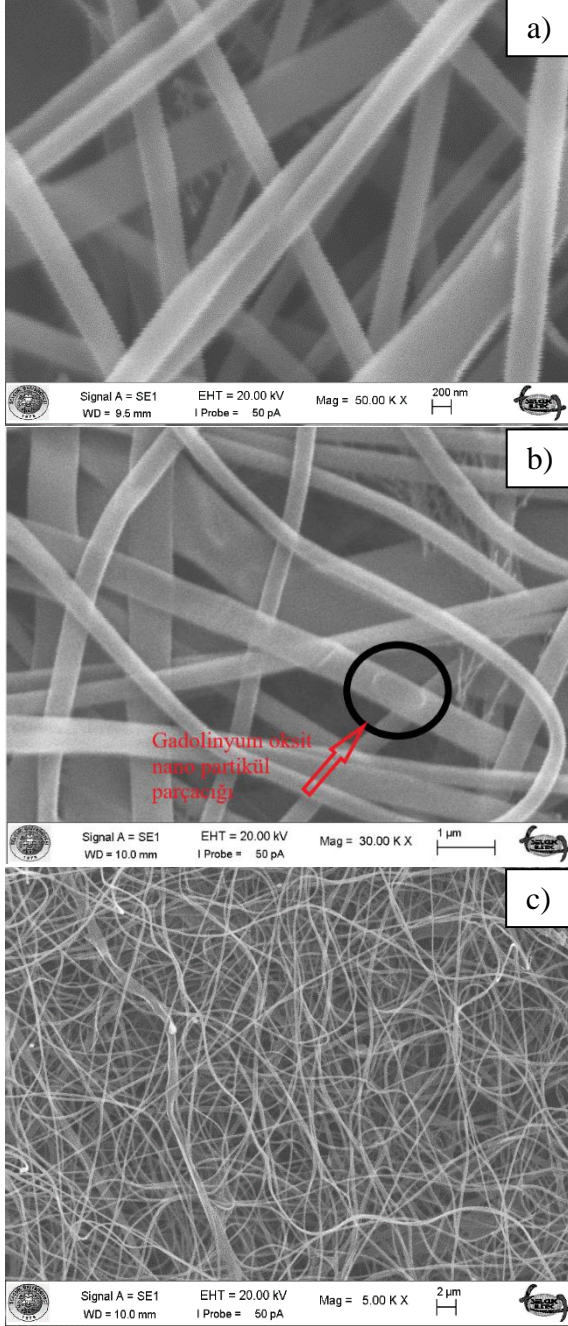
X-Işını Kırınım yöntemi (XRD), her bir kristal fazın kendine özgü atomik dizilimlerine bağlı olarak X-ışınlarını karakteristik bir düzen içerisinde kırması esasına dayanır. Her bir kristal faz için bu kırınım profilleri bir nevi parmak izi gibi o kristali tanımlar. X-Işını Kırınım analiz metodu, analiz sırasında numuneyi tahrip etmez ve çok az miktardaki numunelerin dahi analizlerinin yapılmasını sağlar. Üretilen B₄C nano partiküllerin XRD pikleri Şekil 5.8. verilmiştir. Üretilen bor karbür nano partiküllerin pikleri literatürle uyumlu olduğu görülmüştür.

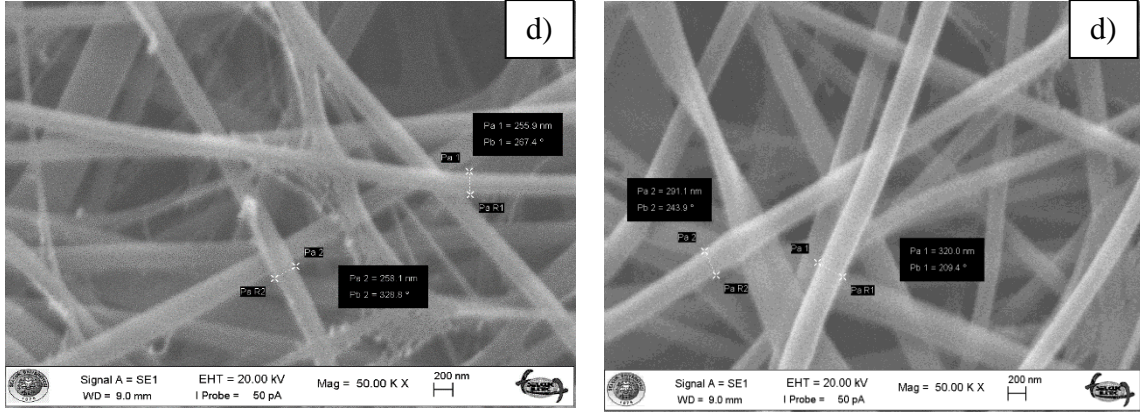
5.3. Nano Elyaf Malzemelerin Analizleri (SEM ve TEM)

Üretilen naylon 6,6 nano elyafların SEM analizleri Selçuk Üniversitesi İleri Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi (İLTEK) 'nde bulunan ZEISS Evo LS 10 cihazı ile 20 kV gerilimde 10⁻⁶ bar vakum altında gerçekleştirilmiştir.

Şekil 5.9 da nano elyafların 5 KX ve 50 KX büyütme SEM görüntüleri verilmiştir. N6.6 nano fiberlerin çap ölçüleri 100-280 nm aralığında değişmektedir. Burada görüldüğü üzere nano parçacık takviyeli nano fiberlerin çaplarında meydana gelen düşüş yaklaşık % 20 'dir. Bunun sebebi ise solüsyona katılan nano partiküllerin sayesinde solüsyonun elektrik iletkenliği artarak (Baby ve Ramaprabhu, 2010, Kole ve Dey, 2013) bu sayede çözeltinin taşıdığı yükler artmakta ve elektrostatik alanın da etkisi

artarak daha küçük çaplı fiberlerin oluşması sağlanmaktadır. Nano elyafların küçük oranlarda çaplarının değişmesi dinamik mekanik analiz sonuçlarına pek tesir etmemiştir.

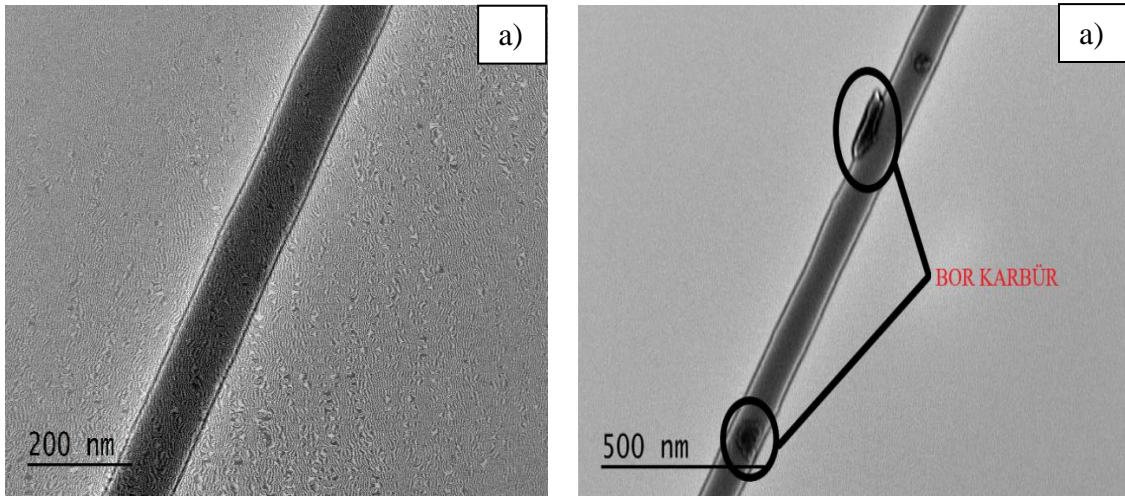


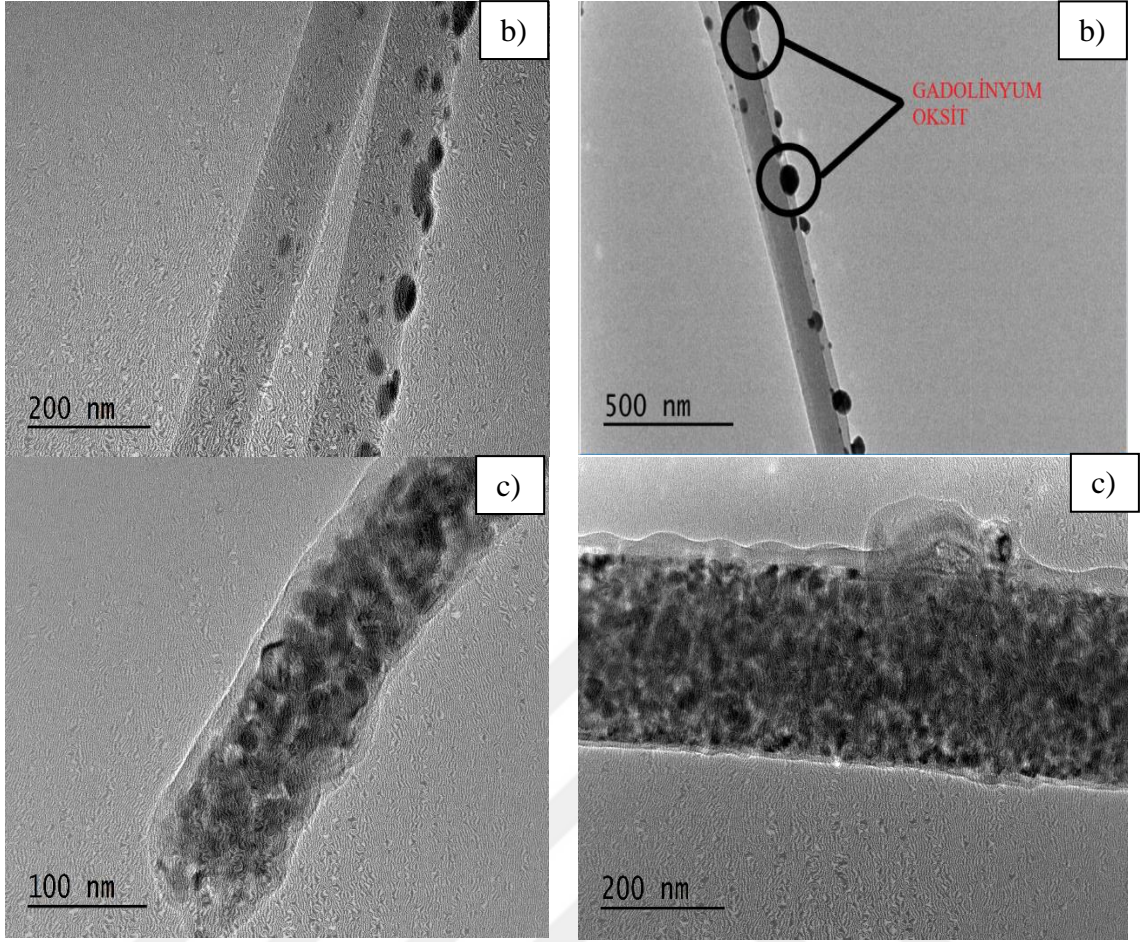


Şekil 5.9. Nano fiberlerin SEM görüntüleri; a) N6.6, b) Gd_2O_3 katkılı N6.6, c) B_4C katkılı N6.6, d) Hibrit katkılı N6.6

Partiküllerin N6.6'nın içerisine homojen dağılması malzeme özellikleri için önem arz etmektedir. Nano elyafların yer yer homojen bir dağılım yer yer topaklanmaların olduğu Şekil 5.9. 'de görülmektedir

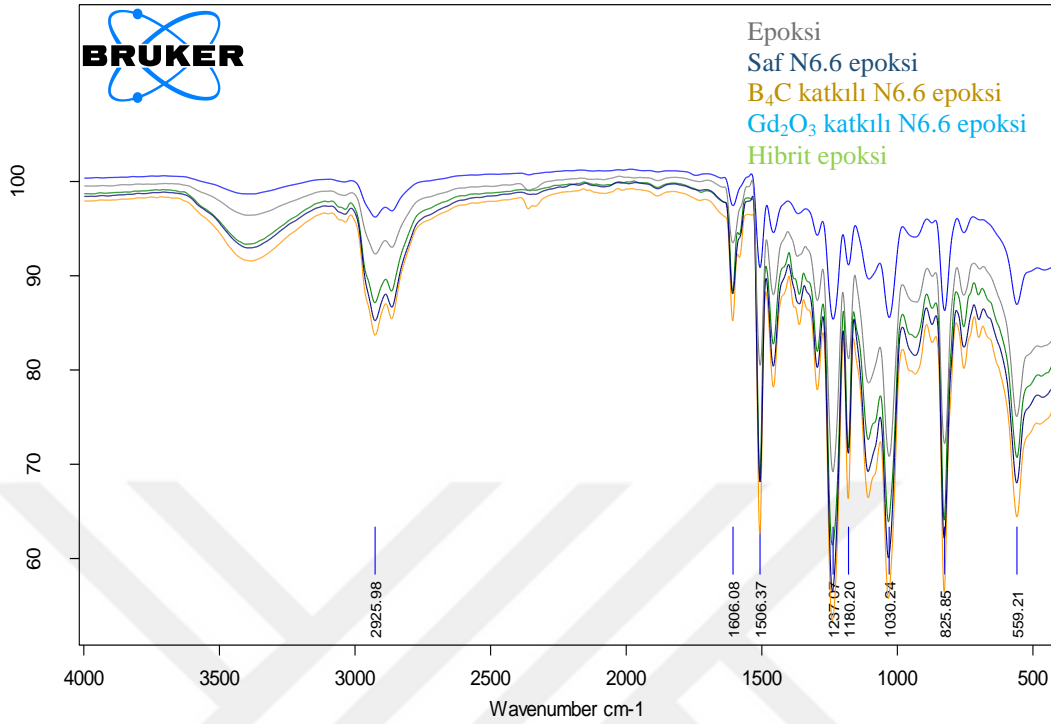
Şekil 5.10. da içerisine B_4C ve Gd_2O_3 nano partiküller eklenmiş elektrospindle elde edilen N6,6 nano elyafların yüksek büyütme TEM görüntüleri verilmiştir. Bu görüntüler aynı zamanda bir üst başlıkta verilen SEM görüntüleri ile de doğrulanmıştır. Elde edilen liflerin bazı kısımlarında kopmalar bazı kısımlarında ise topaklanma gibi hatalar görülmektedir. Aynı zamanda B_4C , Gd_2O_3 ve hibrid parçacıklarının da bazı lif yüzeylerine homojen bazı yüzeylerde ise katı parçacık şeklinde kaldığını görmekteyiz. Böyle hatalı oluşan yapıların yanı sıra kusursuz lifler ve bu lifler arasında homojen dağılmış nano parçacıklarını da görmekteyiz. N6,6 nano fiberlerin yüzeyleri pürüzsüz iken içerisine Gd_2O_3 ve B_4C nano partiküller katınca fiberlerin yüzeyindeki düzgünlük azalmış pürüzlü yüzey oluşmuştur.





Şekil 5.10. Nano elyafların TEM görüntüleri; a) B₄C katkılı N6.6 nano elyaf b) Gd₂O₃ katkılı N6.6 nano elyaf d) Hibrid nano elyaf

5.4. Kompozit Malzemelerin Analizleri (FTIR ve TGA)

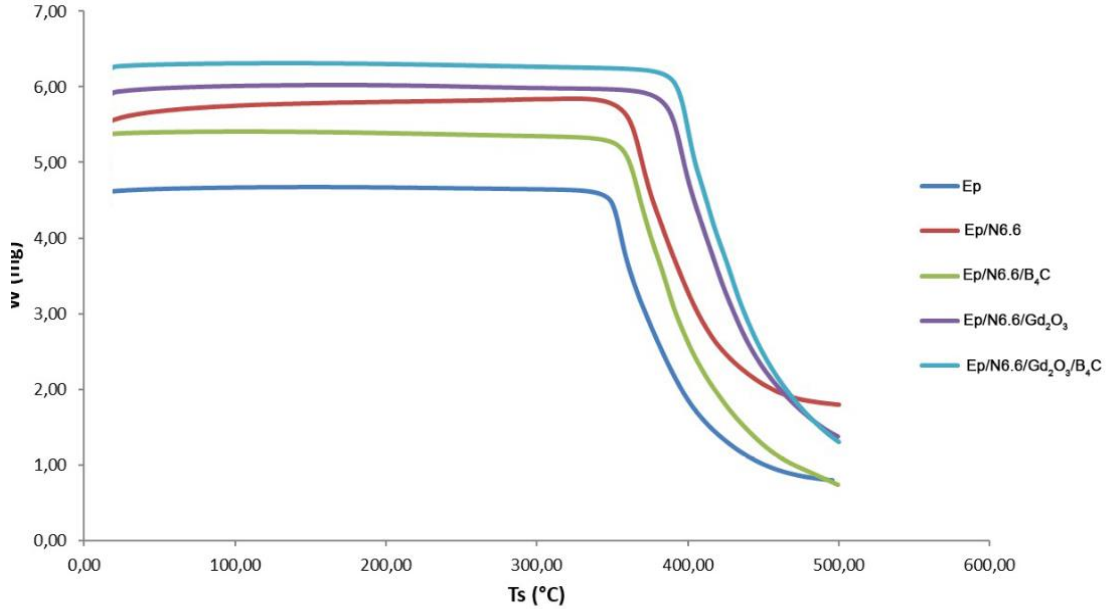


Şekil 5.11. Nano kompozit malzemelerin FTIR analizi

Epoksi, Epoksi-N6,6 nanofiber, Epoksi- B4C+N6,6 nanofiber, Epoksi-Gd2O3+N6,6 nanofiber ve Epoksi- Gd2O3+ B4C +N6,6 nanofiber nanokompozitlerden alınan numunelerden elde edilen FTIR grafikleri Şekil 5.11.de verilmiştir. Bu grafikler incelendiğinde piklerin ortak olduğu görülmektedir. 2932-2925 ve 3300 cm-1 dalga boyundaki pikler C-H gerinmesine ait olup nanofiberlerde ve nanokompozitlerde bulunmaktadır. Aynı şekilde 1539-1506 cm-1 dalga boyundaki pikler ise C=C alkanin grubuna ait olan piklerdir. Gd₂O₃ ve B₄C ait pikler bu sonuçlara göre bulunamamıştır. Temel sebebi ise nano fiber üretimi sırasında bu nanoparçacıklar fiberlerin içine gömülmüş olup FTIR analizinde belirlenememiştir. Bu sonuçlar TEM resimleri ile desteklenmektedir.

Şekil 5.12. 'de görüldüğü üzere Epoksi, Epoksi-N6,6 nanofiber, Epoksi-B4C+N6,6 nanofiber, Epoksi- Gd2O3+N6,6 nanofiber ve Epoksi- Gd2O3+ B4C +N6,6 nanofiber nanokompozitlerden alınan numunelerden elde edilen bozulma sıcaklıklarının belirlendiği TGA analizi sonucunda oluşturulan Ağırlık kaybı – Sıcaklık (W-Ts) eğrileri yer almaktadır. Grafikler incelendiğinde bozulma sıcaklığı en yüksek olan 390 °C ile hibrit nanokompozit malzemesidir. Saf epoksinin bozunma sıcaklığı 349 °C, N6.6

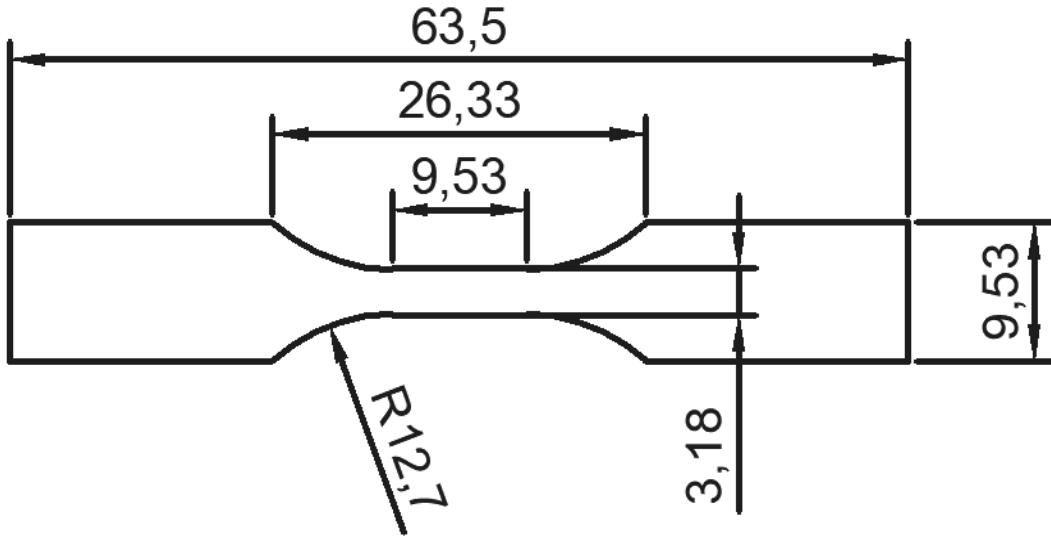
nanofiber takviyeli kompozitin bozunma sıcaklığı 357 °C, B4C katkılı nanokompozitin bozunma sıcaklığı 362 °C ve Gd2O3 katkılı nanokompozitin bozunma sıcaklığı 380 °C olarak belirlenmiştir. Buna göre Hibrit nanokompozit malzemenin Saf epoksi malzemeye göre bozunma sıcaklığındaki artış %11.74 olarak hesaplanmıştır.



Şekil 5.12. Nano kompozit malzemelerin TGA analizi

5.5. Çekme Testleri

Epoksi, Epoksi-N6,6 nanofiber, Epoksi- B4C+N6,6 nanofiber, Epoksi-Gd2O3+N6,6 nanofiber ve Epoksi- Gd2O3+ B4C +N6,6 nanofiber nanokompozitlerden ASTM D638.33977 standartlarına uygun çekme testleri için numuneler hazırlanmıştır. Şekil 5.13. te şematik olarak resmi verilen nümünelerin çekme testleri Selçuk Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Malzeme laboratuvarında SHIMADZU cihazında gerçekleştirilmiştir.



Şekil 5.13. Kompozitlerin çekme test numüneleri

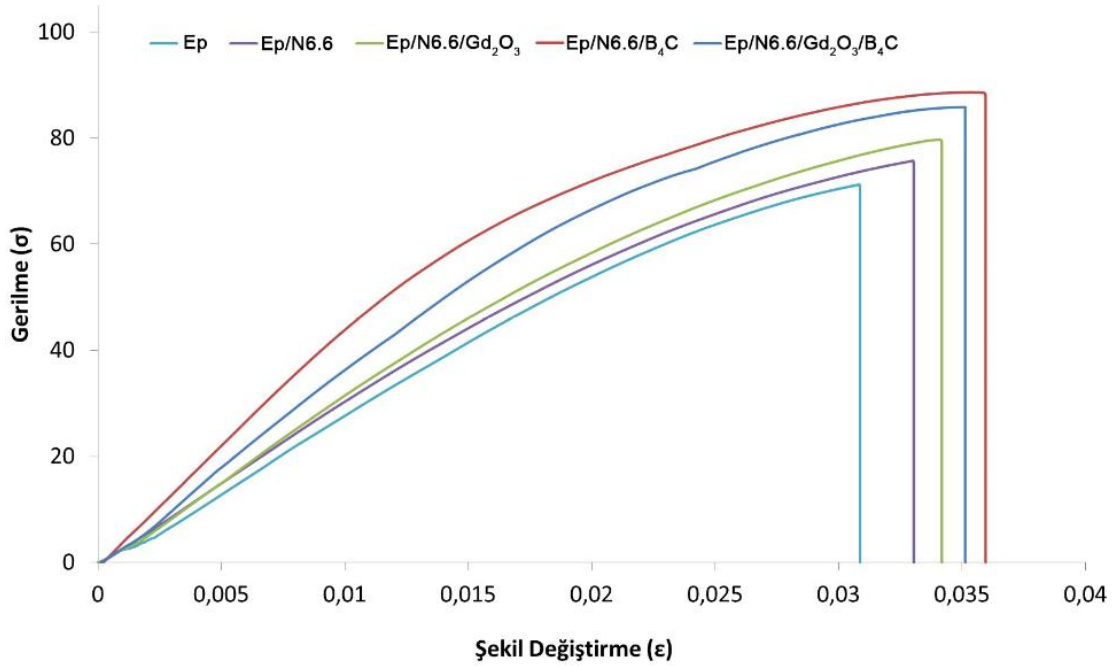
Şekil 5.14.te bor karbür katkılı N6.6 ile güçlendirilmiş epoksi, gadanolyum oksit katkılı N6.6 ile güçlendirilmiş epoksi, bor karbür ve gadanolyum oksit katkılı N6.6 ile güçlendirilmiş epoksi, saf N6.6 ile güçlendirilmiş epoksi kompozitler ve son olarak saf epoksi malzemelerinin gerilme-şekil değiştirme grafikleri gösterilmektedir. Şekil 5.14. 'da görüldüğü gibi Saf Epoksi'nin çekme dayanımı 71.23 MPa' dır. N6.6 ile güçlendirilmiş epoksinin çekme dayanımı 75.73 MPa' dır ve saf epoksiye göre çekme dayanımı % 6.32 artış gözlemlenmiştir. Bu artış beklentinin altındadır. Normal şartlarda epoksi polimer n6,6 nanofiberle takviye edildiğinde kompozitin mukavemeti daha yüksek çıkmalıydı. Bunun sebebi kompozit malzeme üretilirken kompozitin içerisinde hava kabarcıklarının oldukça fazla olmasındandır. Üretim el yatırma yoluyla olduğundan hava kabarcıklarının fazla olması kaçınılmaz olmuştur. Bu hava kabarcıkları da kompozitin mukavemetine olumsuz yönde etki etmiştir. Diğer bir olumsuz etkide şudur. Naylon 6,6 termoplastik ile Epoksi termoset plastiğin birbirleriyle uyumu, kimyasal bağ oluşturmaları çok zayıftır. Termoplastik olan naylon 6,6 nano elyaf ile epoksinin birbiriyle bağlanması ancak mekanik bağlantıdır. Bu bağlantı da üretilen kompozitler bazında ancak az bir etkiyle ortaya çıkmıştır.

Bor Karbür katkılı N6.6 ile güçlendirilmiş epoksinin çekme dayanımı 88.65 MPa'dır ve saf epoksiye göre % 24.45 oranında bir artıştır. Naylon 6,6 nano elyafli Epoksi kompozitin mukavemetinden % 17.06 oranında daha fazla çıkmıştır.

B4C nano partikül naylon 6,6 nano elyafların içerisinde katıldığında nano elyafların pürüzsüz olan yüzeyini oldukça fazla pürüzlü hale getirmiştir. Nano elyafların yüzetini ileride verilen TEM görüntülerinde anlayabiliriz. Bunun sonucunda epoksi ile birleştiğinde saf naylon 6,6 ya göre daha fazla yüze alanına sahip olduğunda çakme mukavemeti hem epoksinin mukavemetinden hem de naylon 6,6 nano elyaf takviyeli nano kompozitin mekavemetinde fazla çıkmıştır. Ayrıca nayon 6,6 nano elyafın içerisinde B4C nano partikül katıldığında elde edilen modifiye edilmiş naylon 6,6 nano fiberin yüzey çekim kuvvetini atırmıştır. Bunun sonucunda termoplastik epoksi ile modifiye edilmiş naylon 6,6 nano fiberin arasında az da olsa kimyasal bir etkileşim meydana gelmiştir. Böylece B4C nano partikül katkılı kompozitin mukavemetinde ve şekil değiştirmesinde artış olmuştur. Daha fazla olabilecek artışın olmamasının sebebi daha önce anlatıldığı gibi bu kompozitin de içerisinde oluşan hava kabarcıklarıdır.

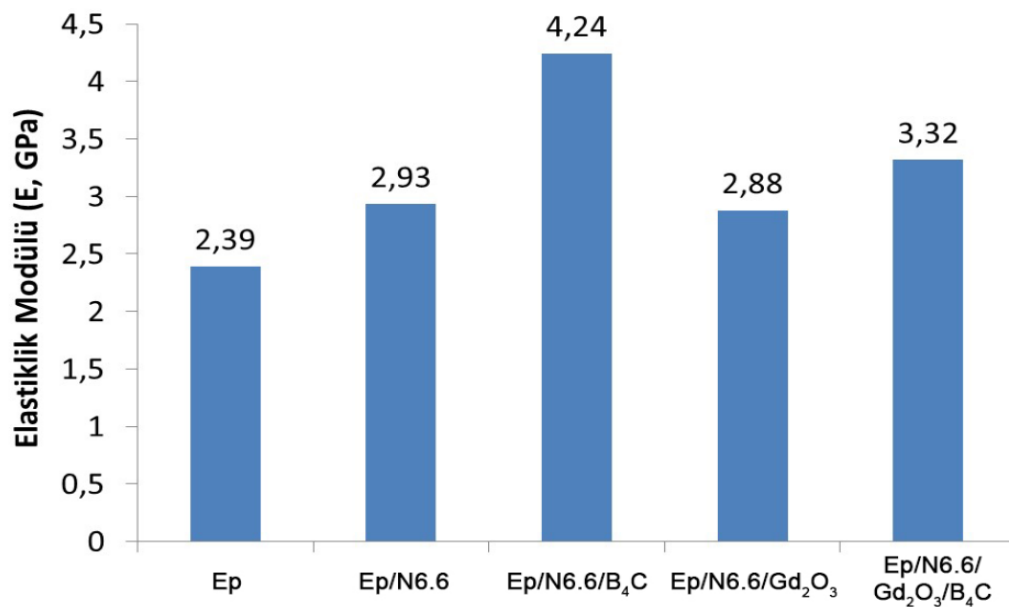
Gadanolyum oksit nanopartikül katkılı N6.6 ile güçlendirilmiş epoksi kompozitin çekme dayanımı 79.71 MPa' dır ve saf epoksiye göre % 11.91, N6.6 ile güçlendirilmiş epoksi nanokompozite göre ise % 5.25 artış gözlemlenmiştir. B4C nano partikül katkılı nanokompozitin çekme mukavemetine ve şekildeğiştirmesine göre daha düşük çıkmıştır. Bunu sebebi Gd₂O₃ nano partiküllerin naylon 6,6 nanofiber içerisinde katıldığında gerçekleştirilen nanokompozitin yüzey alanı B4C nano partikül katıldığında oluşan kompozitin yüzey alanından daha düzgün olması sebeplerden biri olabilir. Diğer bir sebep ise Gd₂O₃ nano partiküllerin epoksiyle etkileşimi B4C nano partiküllerin etkileşiminden daha zayıftır.

Bor Karbür ve Gadanolyum Oksit katkılı N6.6 ile güçlendirilmiş epoksinin ise çekme dayanımı 85.84 MPa' dır ve saf epoksiye göre % 20.51, N6.6 ile güçlendirilmiş epoksiye göre % 13.35 artış gözlemlenmiştir. Bor karbür katkılı N6.6 ile güçlendirilmiş epoksinin, Gadanolyum katkılı N6.6 ile güçlendirilmiş epoksiye göre çekme dayanımı % 11.21 fazla olduğu gözlemlenmiştir. Bor Karbür katkılı N6.6 ile güçlendirilmiş epoksinin, Bor karbür ve gadanolyum oksit katkılı N6.6 ile güçlendirilmiş epoksiye göre çekme dayanımı % 3.27 fazla olarak gözlemlenmiştir. Hibrit diye tanımladığımız Epoksi- Gd₂O₃+ B4C +N6,6 nanofiber nanokompozitlerin mukavemetinin Bor Karbür katkılı N6.6 ile güçlendirilmiş epoksi nanokompozitin mukavemeti ile Gd₂O₃ nano partikül katkılı nanokompozitin mukavemet değerinin ortasında çıkması beklen bir durumdur.



Şekil 5.14. Gerilme-Şekil Değişirme Grafiği

Şekil 5.15.te çekme testi yapılan malzemelerin elastiklik modülleri gösterilmektedir. Kompozitlerin elastiklik modüllerinin bulunması için uygulanan metod, gerilme – şekildeğişirme grafiğinde başlangıçta lineer giden eğrilerin liner bölgesinin eğiminden hesaplanmıştır.



Şekil 5.15. Üretilen Nano Kompozit Malzemelerin Elastik Modülleri

B₄C katkılı N6.6 ile güçlendirilmiş epoksinin elastiklik modülü 4.24 GPa çıkarken GD katkılı N6.6 ile güçlendirilmiş epoksinin elastiklik modülü 2.88 GPa ve Hibrit katkılı N6.6 ile güçlendirilmiş epoksinin elastiklik modülü 3.32 GPa çıkmıştır. B₄C katkılı olan epoksi Hibrite göre % 27.71 daha fazla olurken GD katkılı olan epoksiye göre % 47.22 fazla çıkmıştır. Kompozitlerin elastiklik modüllerindeki değişim oranları da tıpkı çekme mukavemetine benzer seyir izlemiştir. Kompozitlerin şekildeğiştirmelerindeki değişim için de aynı şeyleri söylemek mümkündür.

Çizelge 5.1.de herbir nanokompozitin maksimum gerilme ve maksimum şekil değiştirme değerleri toplu halde tablo halinde verilmiştir.

Çizelge 5.1. Maksimum gerilme ve maksimum şekil değiştirmeleri değerleri

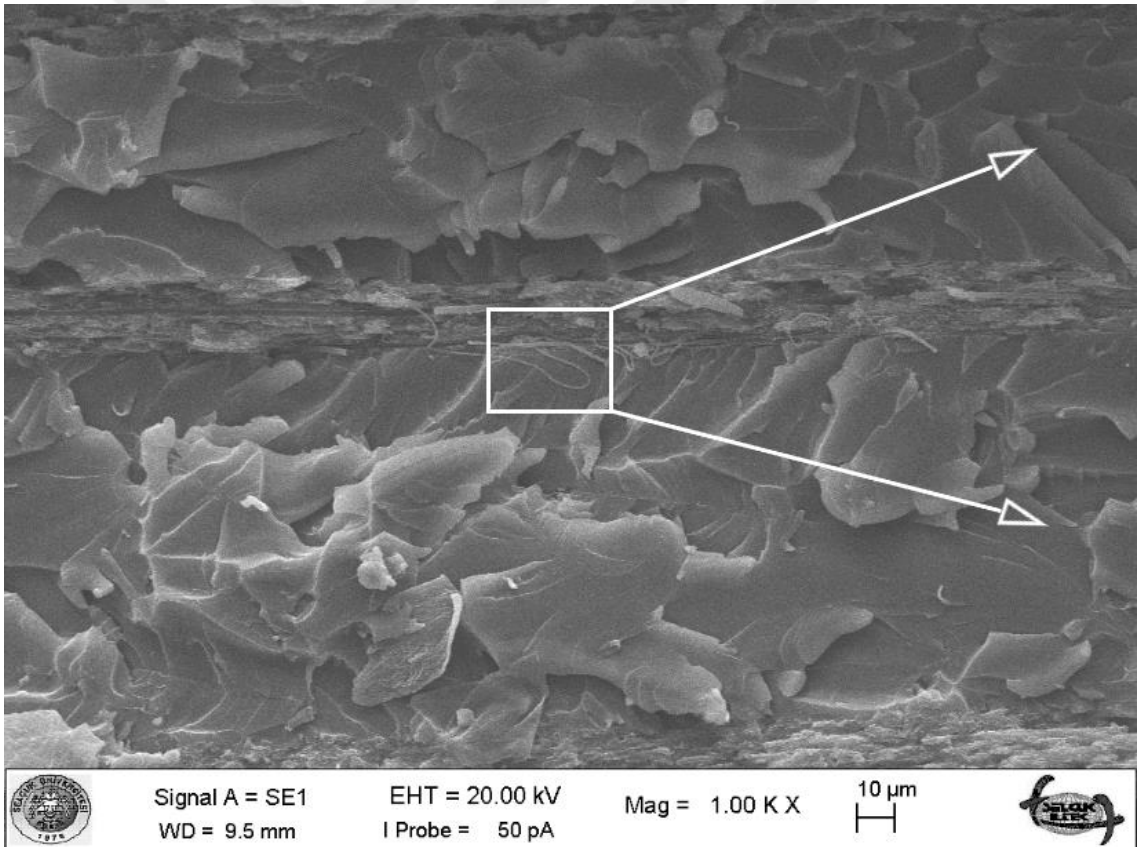
	σ_m (MPa)	% değişim	ϵ_m	% değişim
Ep.	71.2389	1.00	0.0309	1.00
Ep./N6.6	75.7341	6.32	0.0330	6.79
Ep./N6.6/B₄C	88.6479	24.45	0.0346	11.97
Ep./N6.6/Gd₂O₃	79.7108	11.91	0.0342	10.68
Hibrit	85.8473	20.51	0.0351	13.26

5.6. Kompozit Malzemelerin SEM Analizi

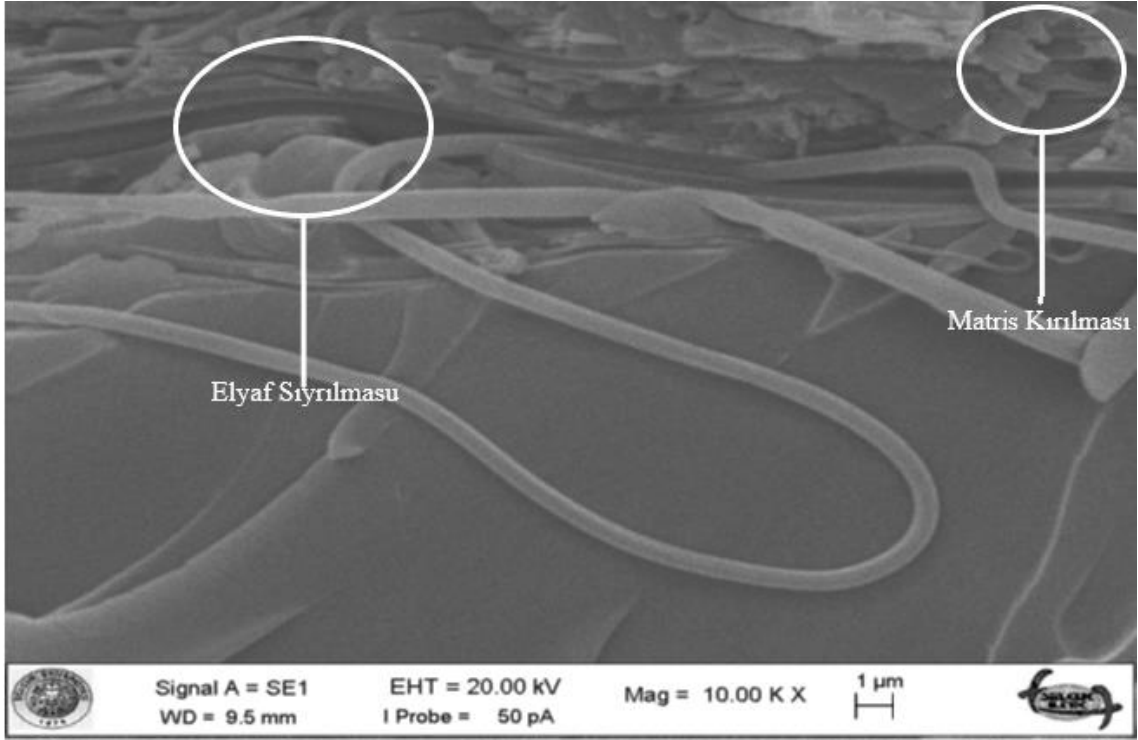
5.6.1. N6.6 Nano Elyaf Takviyeli Kompozit Malzemesinin SEM Analizi

Nanokompozit malzemelerden üretilen çekme numunelerinin çekme cihazından çekme testleri yapıldıktan sonra kırılan veya kopan numunelerin kırılan yüzeylerinin yapısını, morfolojisini ve kırılma yüzeyini incelemek için SEM görüntüleri alındı. SEM görüntüleri Selçuk Üniversitesinde bulunan SEM cihazında gerçekleştirildi. Şekil 5.16.da N6.6 nano fiber (nano mat=nano keçe) ile takviyelendirilmiş epoksi kompozitin çekme sonunda kırılan yüzeyin morfoloji görülmektedir. Şekil 5.16. da nano matın epoksi reçinenin tabakalaradan bir tanesi görülmektedir. Burada tabakalanmış olan kompozitte tabakalar arasında ayrılma oluşmuştur. Yine burada N6.6 elyafların matris içinde gömüldüğü bazı elyafların koptuğu görülmektedir. Epoksi matrisin yoğun bölgede gevrek kırılmalarına rastlanmıştır. Bu görüntünün çerçeve içerisine alınmış kısmının büyütülmüş 10 KX görüntüsü şekil 5.17. 'de verilmiştir. Bu bölgeyi incelediğimizde nano elyafların kompozitin kırılması sırasında uzadığı tabaka ayrılması köprüleme oluşturduğu zaman elyaf kopmaların oluşturduğu görülmektedir. Şekil 5.18.

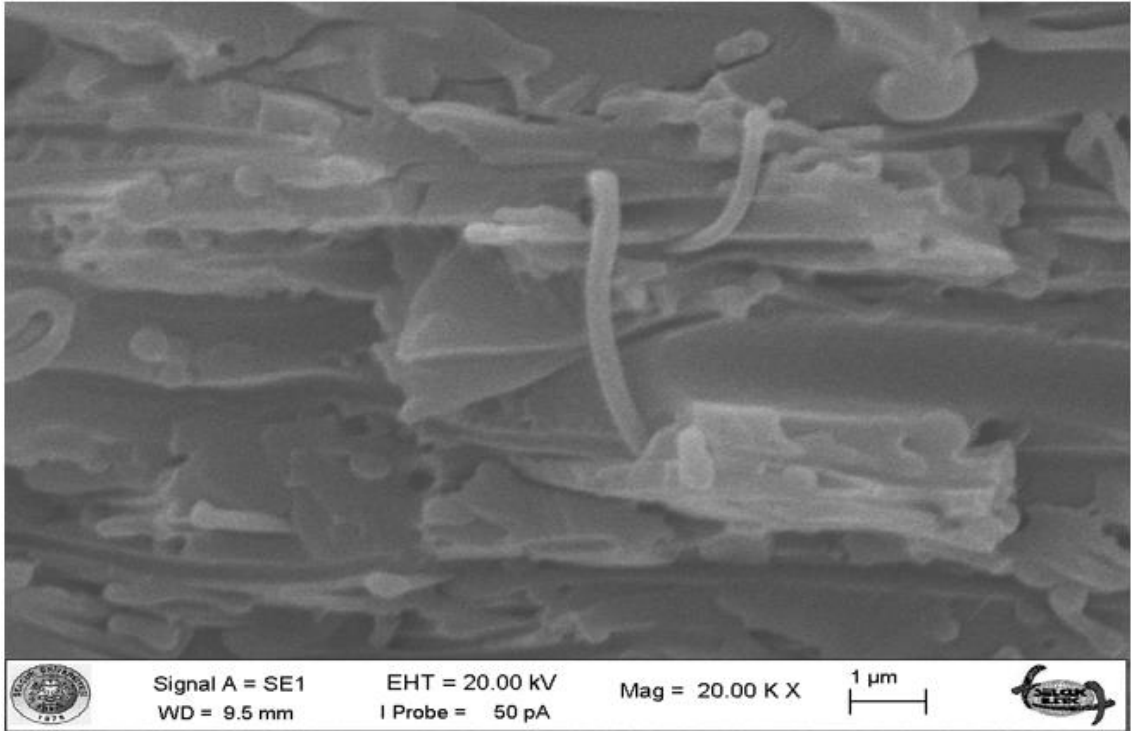
'de 20 KX büyütme nano elyaf yoğun bölgenin SEM görüntüsü verilmiştir. Bu görüntü incelendiğinde nano elyaf matris yüzey ayrılması, elyaf sıyrılması, elyaf kopması ve köprülenme açıkça görülmektedir. Ayrıca kopma sırasında gevrek olan epoksi matrisin küçük kırıklar halinde kopan yüzeye dağıldığı görülmektedir. Çekme testi sonundan elde edilen çekme mukavemeti değerleri incelendiğinde Şekil 5.18 de N6.6 nano elyaf takviyeli kompozitin nano elyafsız malzemenin mukavemetinden % 5.25 kadar fazla çıktığı dikkate alındığında buna sebep epoksi reçinesinin içerisine dağılmış olan elyaflardır. Çekme testi sırasında kopmaya karşı harcanan enerjinin büyük bir kısmını nano elyaflar üstlenmiştir. Bu elyaf uzaması köprüleme, elyaf kopması, elyaf sıyrılması gibi olaylar kopmaya karşı enerjisini yutmuştur. Diğer taraftan gevrek olan epoksi malzemesinin gevrek kırılmasının azaltacak yönde fayda sağlamıştır. Bu etki Şekil 4.14.'ü incelendiğinde rahatça görülmektedir.



Şekil 5.16. 1 KX büyütme N6.6 nano elyaf takviyeli nano kompozit malzeme malzemelerin SEM görüntüsü



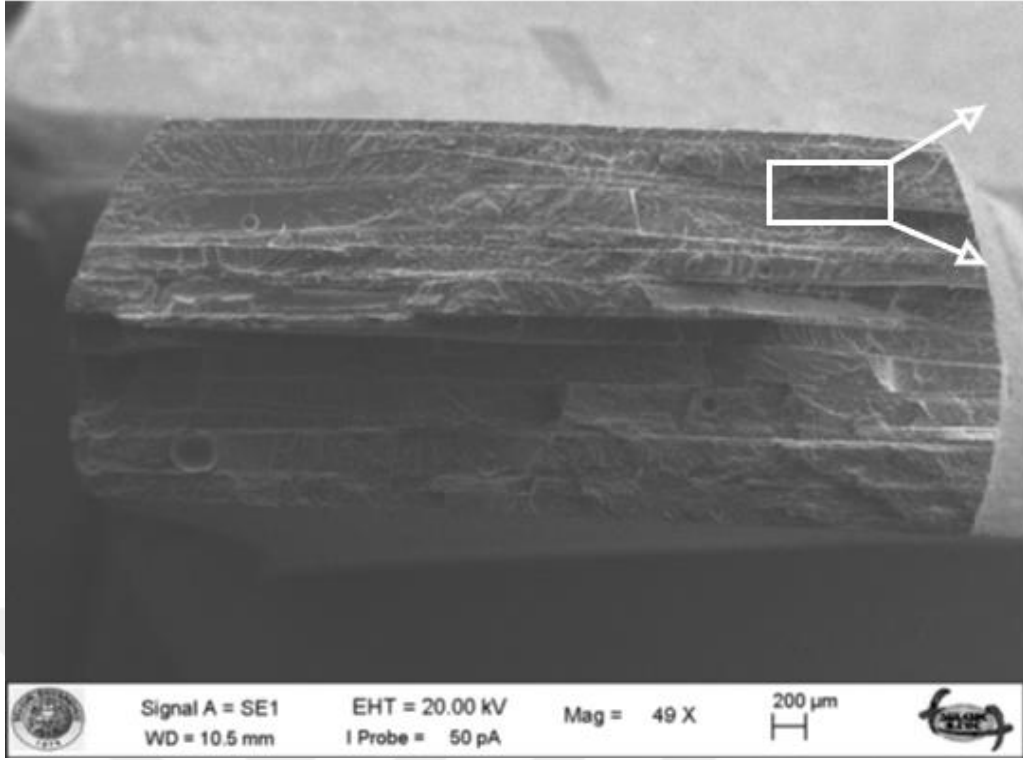
Şekil 5.17. N6.6 nano elyaf takviyeli nano kompozit malzemesinin şekil 5.16.da kare içerisine alınarak büyütülmüş SEM görüntüsü



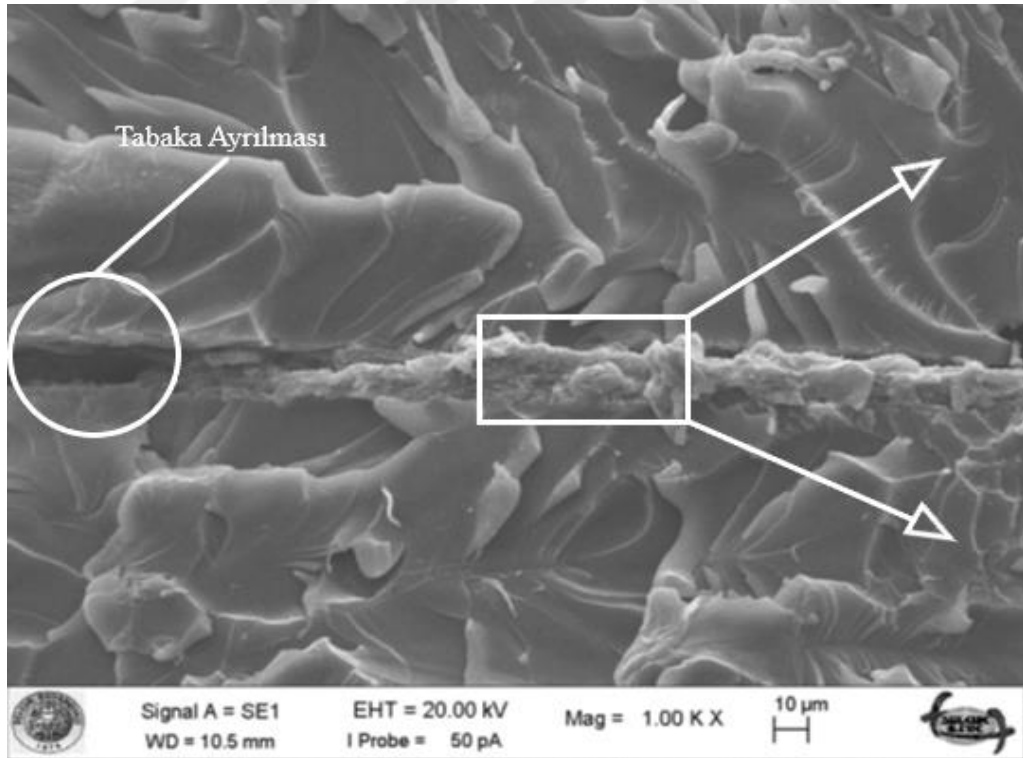
Şekil 5.18. 20 KX N6.6 nano elyaf takviyeli nano kompozit malzeme malzemelerin SEM görüntüsü

5.6.2. B₄C İlave Edilmiş N6.6 Nano Elyaf Takviyeli Kompozit Malzemesinin SEM Analizi

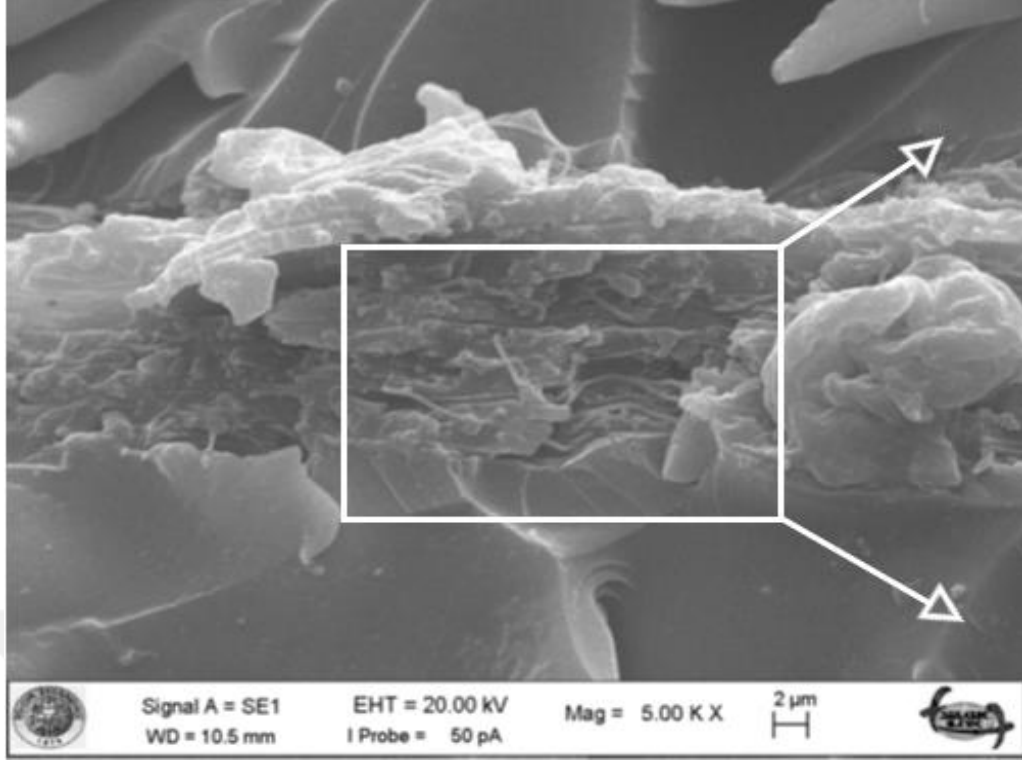
Şekil 5.19. da B₄C nano partikül katılarak N6.6 nano elyafı ile takviye edilmiş % epoksi nanokompozitin çekme testi sonucunda kırık yüzeyin SEM görüntüsü verilmiştir. Şekil 5.19.d a 49 X büyütme ile kırılmış numunenin kaba görüntüsü verilmiştir. Bu görüntüde kompozitin tabakaları N6.6 nano keçenin yoğun olduğu bölgeler açıkça görülmektedir. Yine bu görüntü incelendiğinde zaman zaman boşluklara rastlanmıştır. Bu boşlukların sebebi el yatırma yöntemi sırasında matris içerisinde kalan hava kabarcıklarından kaynaklanmıştır. Her ne kadar üretim sırasında kompozit malzemenin sertleşmeden önce hava kabarcıklarını uzaklaştırmak için vakum altına konmuş olsada bir kısım hava kabarcığı derinlerde olduğu için uzaklaştırılamamıştır. Esasında bu bir hatadır. Ancak el yatırma yöntemiyle bu kadar üretim sağlanmıştır. Şekil 5.19. 'in uygun bir yerinden 1 KX kadar büyütülen SEM görüntüsü Şekil 5.20. de verilmiştir. Şekil 5.20.de tabaka ayrılması ve B₄C-N6.6 nano elyafın yoğun bölgesindeki matris kırılmaları görülmektedir. Epoksi matris içerisinde bir kısım nano elyafın dağıldığı ve bunun sonucunda epoksi matrisin küçük dalgalar halinde kırıldığı görülmektedir. Şekil 5.20. de nano elyafın yoğun olduğu bir bölgesinin 5 KX kadar büyütülmüş SEM görüntüsü Şekil 5.21. 'de verilmiştir. Burada matrisin yoğun olduğu bölgelerde gevrek kırılma, elyafın yoğun olduğu bölgelerde ise matrisin küçük parçalar halinde ayrılması şeklinde oluşturduğu görülmektedir. Şekil 5.21.in 10 KX büyütülmüş görüntüsü Şekil 5.22. de verilmiştir. Şekil 5.22.ye bakıldığında elyaf sıyrılması, elyaf kopması, elyaf matris ara yüzey ayrılması ve köprülenmeye rastlanılmıştır. Şekil 5.19. de verilen SEM fotoğrafları kıyaslandığında aralarında fazla bir fark olduğu söylenmesi zordur. Çünkü B₄C nano partikül N6.6 nano fiberin içerisine yerleştirilmiş olup, nano fiberlerin elyaf kopması saf N6.6'ya göre az olduğu saptanmıştır. Bunun sebebi B₄C nano partiküller N6.6 nano elyafın mukavemetini artırmasındandır. Bunu çekme grafikleri verilen Şekil 5.14.'de görmekteyiz. Orada saf epoksiye göre B₄C nano partikül eklenmiş kompozitin çekme mukavemetinin % 24.45 ve şekil değiştirmesinin %xx kadar arttığını söylemek gerekir.



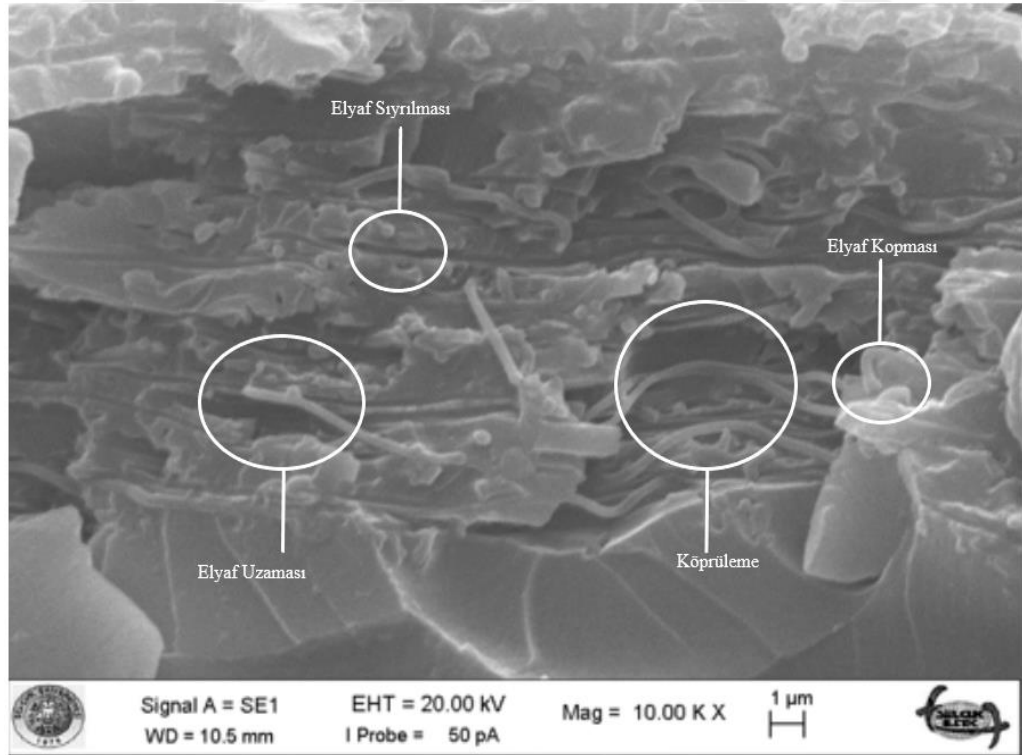
Şekil 5.19. 49 X büyütme B_4C ilave edilmiş N6.6 nano elyaf takviyeli nano kompozit malzemesinin SEM görüntüsü



Şekil 5.20. B_4C ilave edilmiş N6.6 nano elyaf takviyeli nano kompozit malzemesinin Şekil 5.19'da kare içerisine alınarak büyütülmüş SEM görüntüsü



Şekil 5.21. B₄C ilave edilmiş N6.6 nano elyaf takviyeli nano kompozit malzemesinin Şekil 5.20’de kare içerisinde alınarak büyütülmüş SEM görüntüsü

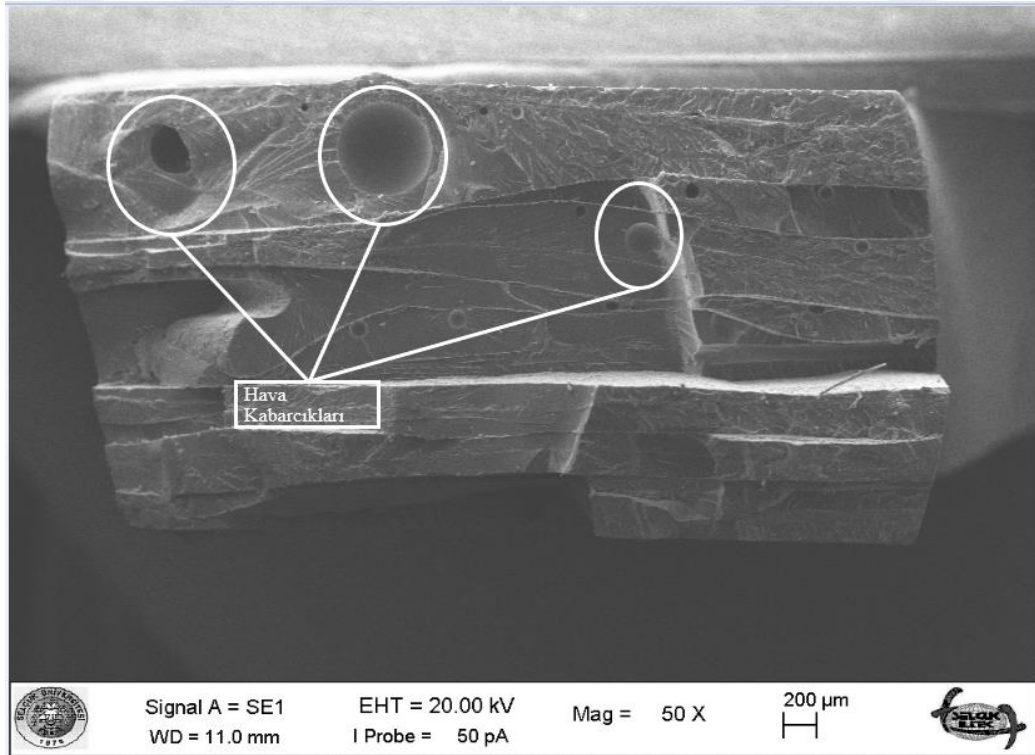


Şekil 5.22. B₄C ilave edilmiş N6.6 nano elyaf takviyeli nano kompozit malzemesinin Şekil 5.21’de kare içerisinde alınarak büyütülmüş SEM görüntüsü

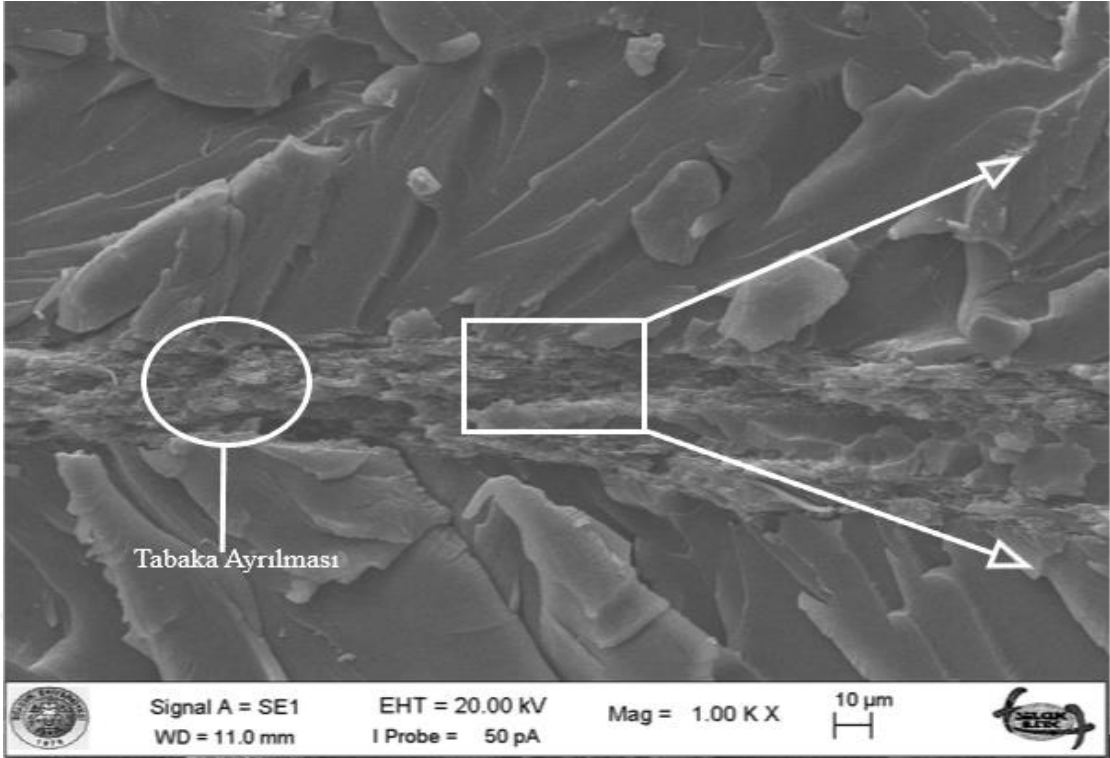
5.6.3. Gd_2O_3 İlave Edilmiş N6.6 Nano Elyaf Takviyeli Kompozit Malzemesinin SEM Analizi

Şekil 5.23. 'da N6.6 nano elyafların Gd_2O_3 nano partikül katılarak epoksi matris içerisine birleştirilmiş nano kompozitin çekme testi sonunda kırılmış numunenin SEM görüntüleri verilmiştir. Şekil 5.23. de 50X büyütme görüntüde kompozitin katmanları ve hava kabarcıkları daha belirgin haldedir.

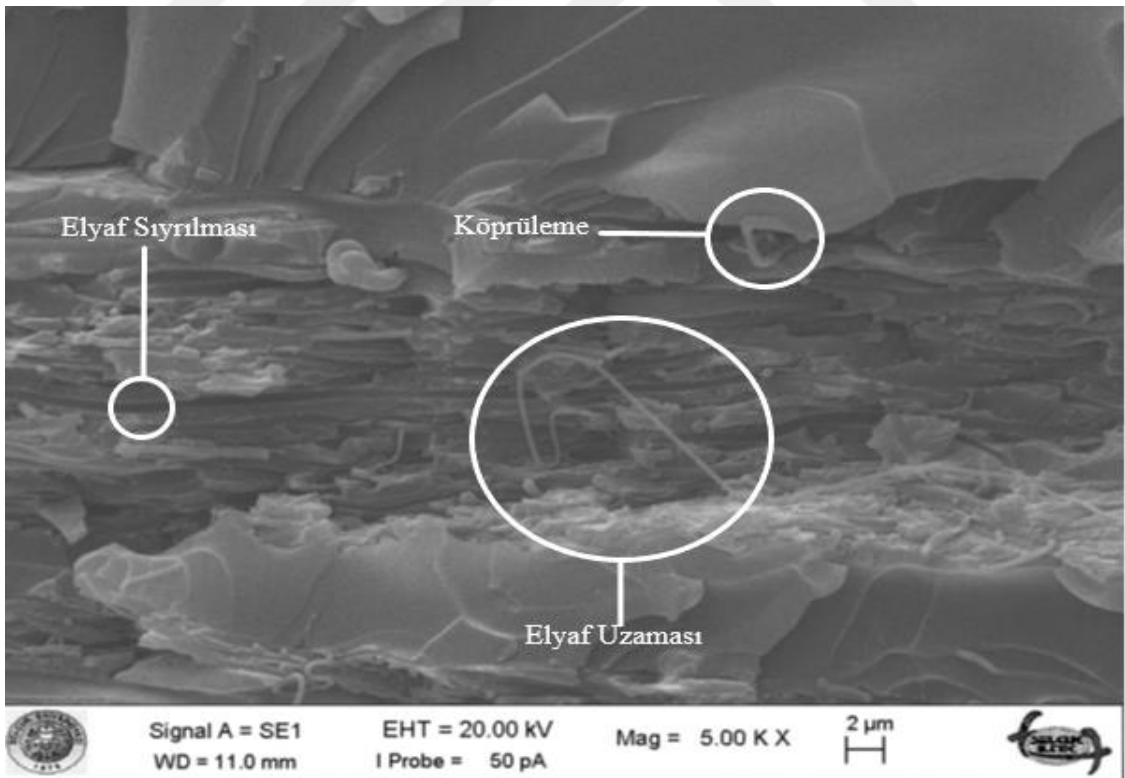
Şekil 5.24. te Şekil 5.23 ün uygun bir yeri 1 KX oranında büyütülmüş görüntüsü verilmiştir. Bu şekilde tabaka ayrılmaları ve matris yüzeylerinin gevrek kırıldığı açıkça görülmektedir. Yine bu şeklin taba ayrılmasının olduğu olduğu bir bölgede 10KX büyütülmüş görüntüsü Şekil 5.25. de verilmiştir. Şekil 5.25 incelendiğinde elyaf sıyrılması, köprüleme ve elyaf kopmasının olduğu elyaf takviyeli kompozitlerin kırılan yüzeylerinde oluşan temel hasar özelliklerinin burada da oluştuğunu söylemek mümkündür. B_4C katkılı kompozit malzemeye kıyasla elyaf kopmasının daha çok olduğu ama saf N6.6 ile güçlendirilmiş nanokompozitlere göre daha az olduğu görülmektedir. Bunun sonucunda B_4C katkılı nanokompoziti kırmak için daha çok enerjiye ihtiyaç duyulmuş ve mukavemeti daha yüksek çıkmıştır. Bu durum çekme deney sonuçlarından da bakılarak teyit edilmiştir.



Şekil 5.23. 50 X büyütme Gd_2O_3 ilave edilmiş N6.6 nano elyaf takviyeli nano kompozit malzemelerin SEM görüntüsü



Şekil 5.24. 1 KX büyütme Gd₂O₃ ilave edilmiş N6.6 nano elyaf takviyeli nano kompozit malzemelerin SEM görüntüsü



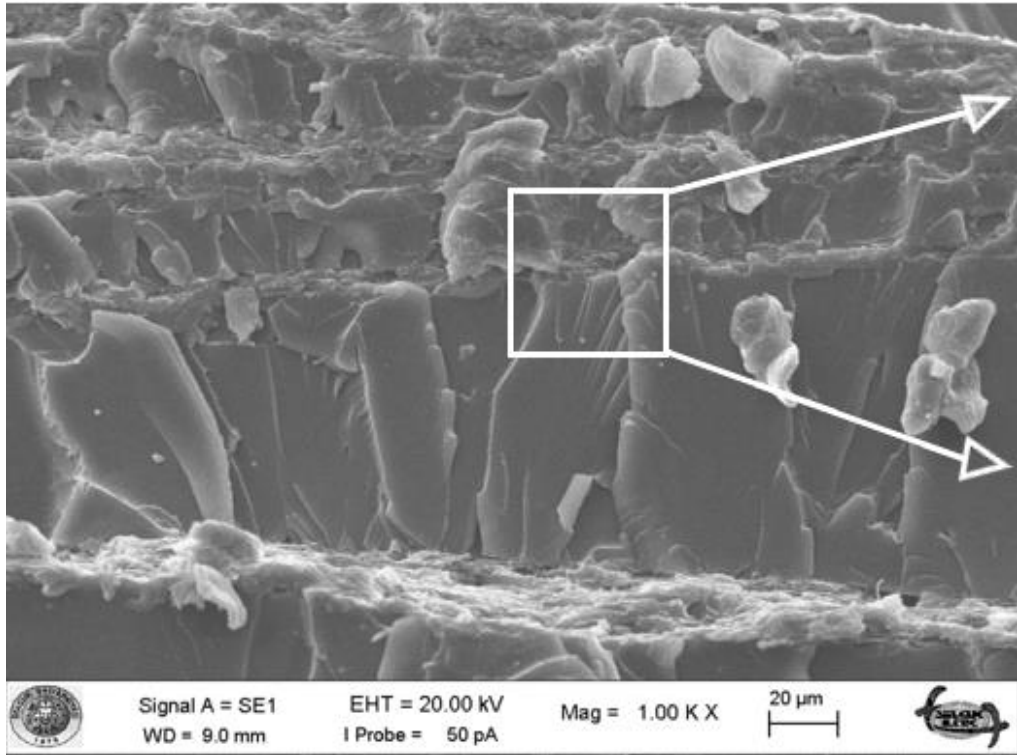
Şekil 5.25. Gd₂O₃ ilave edilmiş N6.6 nano elyaf takviyeli nano kompozit malzemelerin Şekil 5.24'de kare içerisinde alınarak büyütülmüş SEM görüntüsü

5.6.4. Gd₂O₃ ve B₄C İlave Edilmiş N6.6 Nano Elyaf Takviyeli Hibrit

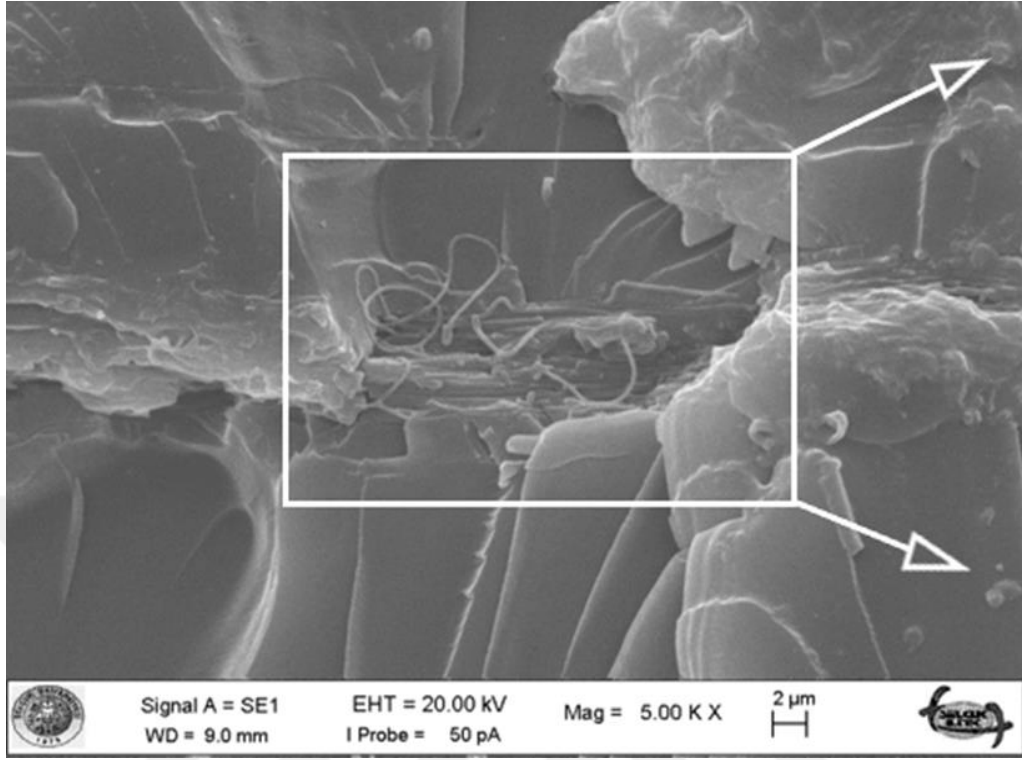
Nanokompozitin SEM Analizi

Şekil 5.26. da Gd₂O₃ ve B₄C nanopartiküller ilave edilmiş N6.6 nano fiber ile takviyelendirilmiş epoksi hibrit nanokompozitin çekme testi sonunda kırılan yüzeyin SEM görüntüsü görülmektedir. Burada da epoksi yoğun bölgelerin gevrek kırılmayla kırıldığı, elyaf yoğun bölgelerde ise epoksinin parçalı kırıldığını söyleyebiliriz. Şekil 5.26. nın elyaf yoğun bir böleginin 1KX bütülmüş bir görüntüsü Şekil 5.27. de verilmiştir.

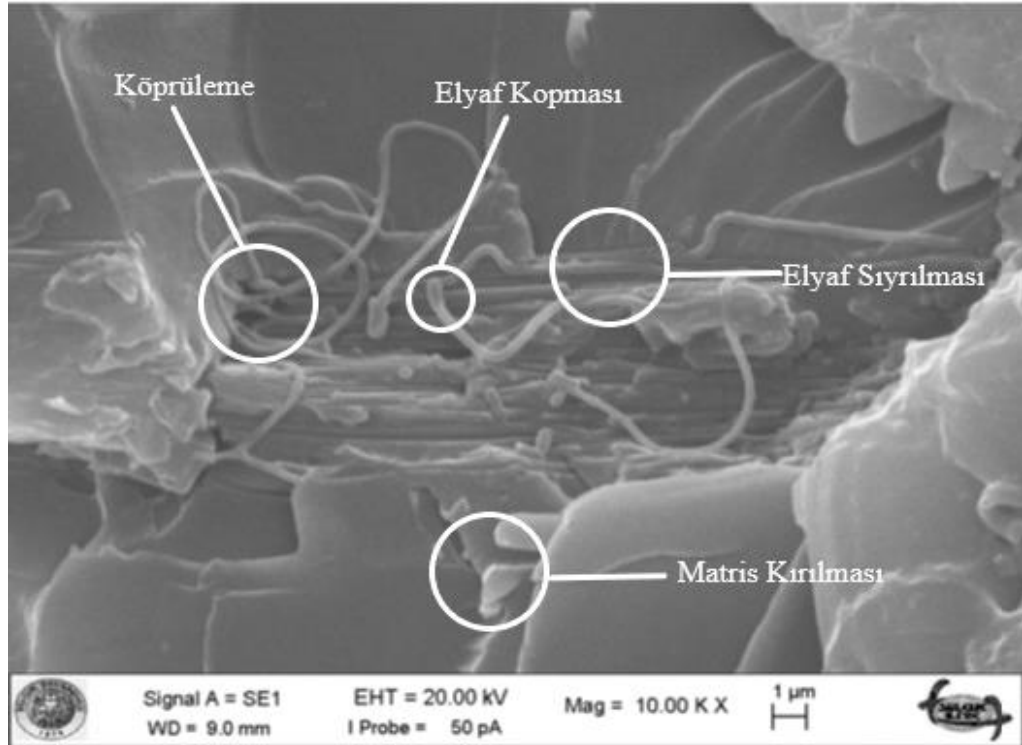
Şekil 5.27. de tabaka ayrılması ve epoksi matriksten tamamen ayrılmış içerisinde Gd₂O₃ ve B₄C nano partiküllerin bulunduğu naylon 6,6 nano elyaflar görülmektedir. Burada tabakalanmış olan kompozitte tabakalar arasında ayrılma olduğu anlaşılmaktadır. Yine buradan matrisin gevrek kırıldığı net bir şekilde görülmektedir. Nano elyafın durumunu daha iyi anlayabilmek için Şekil 5.27. nin 10 KX büyütme SEM görüntüsü alınarak Şekil 28.de verilmiştir. Buradaki nanoelyaflar incelendiğinde iki husus ortaya çıktığını ifade edebiliriz. Birincisi, elyafların epoksiden sıyrılması ikincisi ise elyafların matriksle iyi bir ıslanma yapmadığıdır. İkinci husus üretim hatasıdır. El yatırma metodunda bu tür hataların olması ihtimal dahilindedir. Bunu yanısıra Şekil 5.28.de elyaf sıyrılması ve elyaf kopmalarına rastlanmıştır.



Şekil 5.26. 1 KX büyütme Gd₂O₃ ve B₄C ilave edilmiş N6.6 nano elyaf takviyeli nano kompozit malzemelerin (hibrid) SEM görüntüsü



Şekil 5.27. Gd₂O₃ ve B₄C ilave edilmiş N6.6 nano elyaf takviyeli nano kompozit malzemelerin (hibrit) Şekil 5.26'da kare içerisinde alınarak büyütülmüş SEM görüntüsü



Şekil 5.28. Gd_2O_3 ve B_4C ilave edilmiş N6.6 nano elyaf takviyeli nano kompozit malzemelerin (hibrit) Şekil 5.27’de kare içerisinde alınarak büyütülmüş SEM görüntüsü

5.7. Dinamik Mekanik Analiz Sonuçları (DMA)

Üretilen nano kompozit malzemeler kalınlık 1.5 mm, genişlik 4 mm, yükseklik 26 mm olacak şekilde Dinamik Mekanik Analiz için üç noktadan eğilme numuneleri hazır hale gelmiştir. Daha sonra Kocaeli Üniversitesi Kimya Mühendisliği Bölümünde Dinamik Mekanik Analiz test cihazında üç noktadan eğilme (three point bending) testleri yapılmıştır (Şekil 5.29.).



Şekil.5.29. Dinamik Mekanik Analiz Deney Cihazı

5.7.1. Depolama Modülü (E')

Her bir kompozite ait deney numunelerinin Dinamik Mekanik Analiz (DMA) sonucunda elde edilen depolama modüllerinin (storage modul)–sıcaklıkla değişim grafikleri Şekil 5.30. da verilmiştir. Depolama modülü saf epoksi ve B_4C ve Gd_2O_3 nano partiküller ile modifiye edilen nanokompozit malzemelerin 1 Hz sabit frekansta testleri yapılarak bulunan değerleri kaydedilmiştir. Depolama modülü cihaz tarafından uygulanan yük sonunda kompozit malzemelerde depolanan enerjiyi temsil eder. Camı geçiş sıcaklığında depolama modülü genellikle sabit kalır. Camı geçiş sıcaklığından

sonra depolama modulun de sert bir düşüşe başlar ve sonunda sıfır olur. Çizelge 5.2. de camsı geçiş bölge sıcaklığı olan 65°C ve kauçuk bölge sıcaklığı olan 105 °C sıcaklık değerlerine karşılık depolama modul değerleri verilmiştir. Camsı geçiş bölge sıcaklığında saf epoksi malzemenin depolama modul değeri nano kompozit malzemelere göre yüksek iken kauçuk bölge sıcaklığından ise değerler birbirine yakındır.

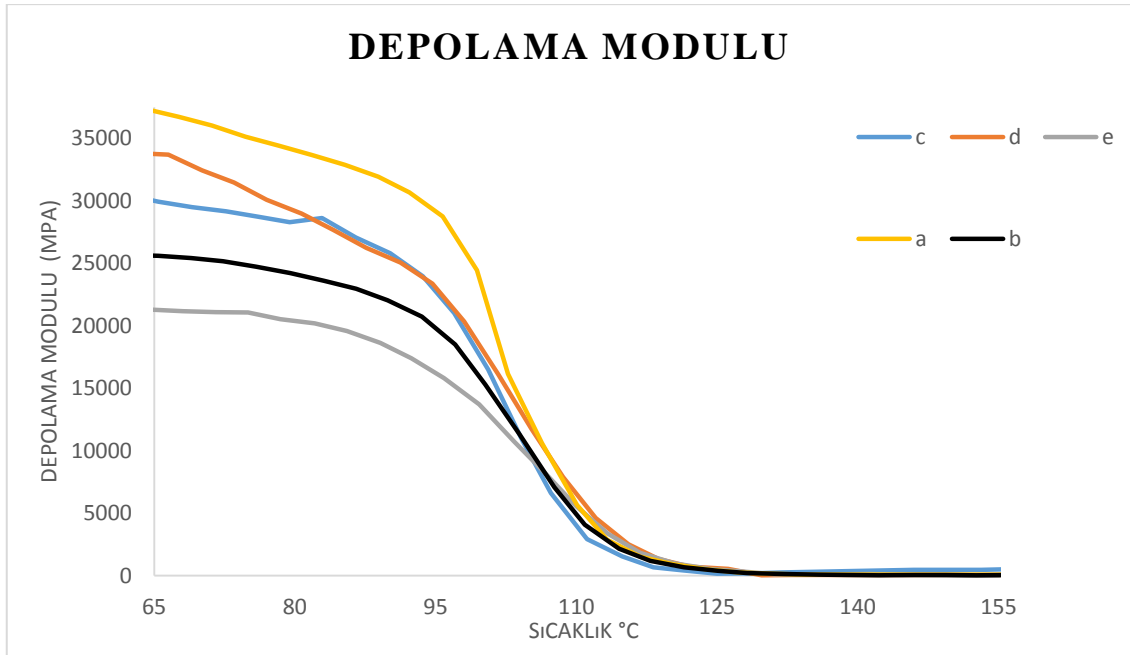
Çizelge 5.2. Camsı ve kauçuk bölgelerdeki belirli sıcaklık noktalarındaki depolama modul değerleri (MPa)

Sıcaklık	Saf Epoksi	Hibrit	N.6.6 katkılı kompozit malzemesi
65 °C (Camsı Bölge)	37345	21313	25593
105 °C (Kauçuk bölge)	10610	10756	11367

Sıcaklık artıka moleköl zincirlerinin hareketleri de artmaktadır. Epoksi içinde dağılmış nano malzemeler kompozit malzemenin moleköl zincirlerinin hareketini kısıtlamaktadır.

Saf epoksi ve nano malzeme takviye ile güçlendirilmiş kompozitlerin depolama modülleri camsı bölgede birbirlerinden belli oranda farklılık gösterirken (burada polimer zincirlerinde hareket olmamaktadır) kauçuk bölgesinde polimer zincirleri hareket halindedir. 105 °C sonra kauçuk bölgesinde hemen hemen yakın seyretmektedir. Ancak kauçuk bölgesinde N.6.6/Epoksi kompozit malzemesinde depolama modulünde %7.13 artma olmuştur. Bunun sebebi N6.6 nano elyafın epoksi polimer zincirlerinin hareketini kısıtlamıştır. N.6.6 içerisine Gd₂O₃ ve B₄C katıldığında bu nano partiküller N.6.6 içerisinde yer yer topaklanma oluşturduğu için depolama modülü N.6.6' ya göre %5.6 azalmıştır. Nano elyaf ile epoksi matris yüzeyleri arasında muhtelif yerlerinde boşluklar oluşur ve bu boşluklardan dolayı polimer zincirlerinde hareketlilik artar ve buna bağlı olarak camsı bölgede saf epoksi malzemesinin kayıp ve depolama modul değerleri yüksek çıkmıştır benzer olaylar (Jiang ve ark., 2018). çalışmalarında da mevcuttur. (Bowditch ve ark., 1987).

Nano partiköl takviyeli depolama modüllerinin düşük çıkmasının diğeri bir nedeni de epoksi molekölünün nano malzemelerin (Gd₂O₃ ve B₄C) yapısında yüksek seviyede çapraz bağ formasyonu oluşmasına engel teşkil ettiği içindir (Zhang ve ark., 2013).



Şekil 5.30. a)saf epoksi b) N6.6 nano fiber takviyeli c) N6.6 nano fiber +B₄C takviyeli d)N6.6 nano fiber +Gd₂O₃ takviyeli e) N6.6 nano fiber + B₄C+ Gd₂O₃ takviyeli kompozit malzemelerin depolama modülü (storage modül)-sıcaklık grafiği

5.7.2. Sönümlenme Modülü (Tan(d))

Tan(d)-sıcaklık grafiğinin pik yaptığı yerle sıcaklığın çakıştığı değer bize malzemenin camısı geçiş sıcaklığı değerini vermektedir. Şekil 5.31.e bakılarak camısı geçiş sıcaklığı saf epoksi, N6.6 takviyelendirilmiş, B₄C ilave edilmiş N6.6 nano elyaf takviyeli, Gd₂O₃ ilave edilmiş N6.6 nano elyaf takviyeli, B₄C ve Gd₂O₃ ilave edilmiş N6.6 nanokompozit malzemelerin camısı geçiş sıcaklıkları sırasıyla 113.3 °C, 114.55 °C, 114.9°C, 115.55 °C ve 116.8 °C olarak ölçülmüştür. Herhangi bir polimerik sistemde T_g sıcaklığının artması nano malzemelerin takviyeleri sonucunda moleküler hareketteki bir kısıtlama, serbet hacim ve yüksek derecedeki çapraz bağların azalması ile ilişkilidir (Bowditch ve ark., 1987). Buradan çıkarılan sonuç nano elyaf takviyeli kompozit malzemenin saf epoksi malzemesine göre camısı geçiş sıcaklığı %1.01 oranında artmıştır. N.6.6 nano fiberin içerisine takviye edilen nano partikülerinde eklenmesiyle camısı geçiş sıcaklığının daha fazla arttığı görülmektedir.

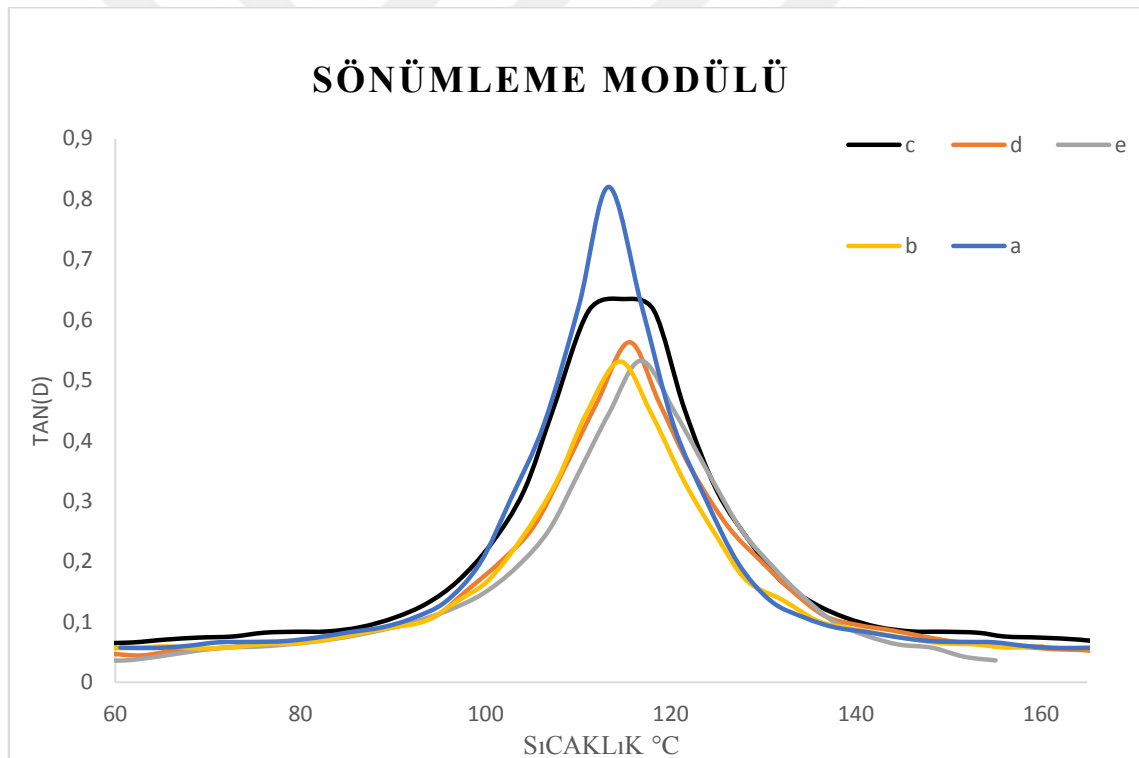
$$\text{Tan(d)} = \frac{E''(\text{Kayıp modül})}{E''(\text{Depolama modül})}$$

değeriyle bulunur. Çizelge 5.3. 'e bakılarak en yüksek camısı geçiş sıcaklığı nano elyaf içerisine B₄C ve Gd₂O₃ takviyeli kompozit malzeme (hibrit) sağlamış olup sıcaklık değeri 116.8 °C'tır.

Çizelge 5.3. Camsı Geçiş sıcaklıkları

Malzeme	Camsı Geçiş Sıcaklığı (T_g)
Ep.	113.3 °C
Ep./N6.6	114.55 °C
Ep./N6.6/B ₄ C	114.9 °C
Ep./N6.6/Gd ₂ O ₃	115.55 °C
Ep./N6.6/Gd ₂ O ₃ /B ₄ C (hibrit)	116.8 °C

Tan(d) zirvesindeki bir başka önemli olay, tan(d) zirvesinin yüksekliğidir. Sıcaklık artıkça polimer malzeme esnekliğini kaybettiğinden, malzeme daha rigid hale gelmektedir polimer zincirleri elastik özelliklerini kaybetmektedir. Şekil 5.31.'a bakılarak saf epoksi malzemenin diğer kompozit malzemeye nazaran daha çok sıcaklık ve darbe sayısı artıkça elastik özelliğini kaybettiği görülmektedir.



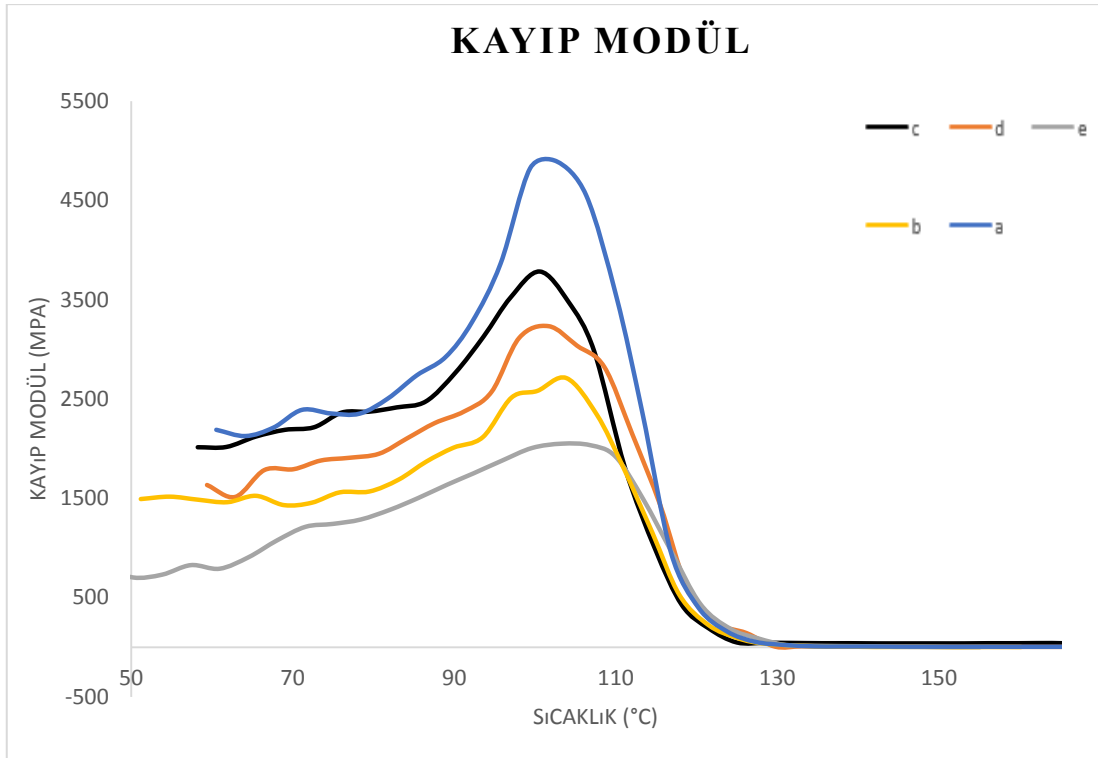
Şekil 5.31. a)saf epoksi b) N6.6 nano fiber takviyeli c) N6.6 nano fiber +B₄C takviyeli d) N6.6 nano fiber +Gd₂O₃ takviyeli e) N6.6 nano fiber + B₄C+ Gd₂O₃ takviyeli kompozit malzemelerin sönümleme modülü (tan(d) modül)-sıcaklık grafiği

5.7.3. Kayıp Modülü (E'')

Dinamik mekanik analiz, artan sıcaklık aralığında depolama modülü, kayıp modülü ve $\tan(\delta)$ hakkında bilgi gösterir. Depolama modülü, nano kompozitlerdeki elastik özelliği veya enerji depolamasını temsil ederken, kayıp modülü ise bize viskoz davranışı veya içindeki enerji dağılımını yansıtır (Zhang ve ark., 2013).

Şekil 5.32 'e bakılarak kayıp modülünün nano malzemen düşük çıkmasının sebebi epoksi reçine ile nano malzemeler arasındaki serbest hacmin büyümesinde kaynaklanmaktadır (Zhang ve ark., 2013). Kayıp modülü (E'') sabit 1 Hz frekansta artan sıcaklığa karşı grafiği şekil 5.32 'de görülmektedir. Kayıp modülü, malzemenin viskoz tepkisini temsil eder. Malzemede kaybedilen enerji olarak tanımlanır. Kayıp modülü matris malzemesi ile takviye malzemesi arasındaki sıcaklık ve yük uygulandıkça enerji kaybı anlamına da gelmektedir.

Kayıp modülünün maksimum noktası polimer zincirlerinin hareketliliğinde maksimum değişikliğe uğradığı sıcaklığı temsil eder. Deney sonuçlarına bakılarak en fazla kayıp saf epoksi malzemede gerçekleşmiştir. En iyi sonuç ise hibrid malzemede görülmektedir. Enerji kaybının elyaf takviyeli nano kompozit malzemelerin saf epoksi malzemesine göre az olmasının sebebi elyafların enerjileri absorbe etmesinden kaynaklanmaktadır.



Şekil 5.32. a) Saf epoksi b) N6.6 nano fiber takviyeli c) N6.6 nano fiber + B_4C takviyeli d) N6.6 nano fiber + Gd_2O_3 takviyeli e) N6.6 nano fiber + B_4C + Gd_2O_3 takviyeli kompozit malzemelerin kayıp modülü(loss modülü)-sıcaklık grafiği

6. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

6.1. Sonuçlar

Bu tez çalışmasında, N6.6, N6.6 'nın ağırlığınca % 0.1 oranında B_4C , %0.1 Gd_2O_3 ve % 0.05'er B_4C , Gd_2O_3 (hibrit) N6.6 içerisine nano partikül ilave edilerek nano elyaf malzemeleri üretilmiştir. Bu nano elyaf malzemeler L160 epoksi malzemesine el yatırma yöntemiyle epoksinin üzerine elyaf tekrar epoksi sürülerek 16 katman olacak şekilde nano kompozit malzeme üretimi gerçekleştirilmiştir. Aynı zamanda herhangi bir takviye malzeme olmadan aynı boyutlarda saf L160 epoksi reçine üretilerek deney numuneleri hazırlanmıştır. Nano kompozit malzeme üretiminde işlem adımları kademe kademe açıklanmıştır. Nano elyafların SEM analizleri alınarak ayrı ayrı incelenmiş ve yorumlanmıştır.

Hazırlanan nano elyaflar ile üretilmiş olan nano kompozit malzemelerin gerilme-birim şekil değiştirme miktarları belirlenmiş ve bulunan sonuçlar makroskobik ve SEM görüntüleriyle ilişkilendirilmiştir. Ayrıca Kocaeli Üniversite'sinde Dinamik mekanik analiz yapılarak yorumlanmıştır.

Bu tez çalışmasında aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir:

- Mikro boyutta Gd_2O_3 ve B_4C nano partiküller sırasıyla ark-deşarj ve öğütmeli sistemler uygulanarak nano boyutta partiküller, elektro-eğirme yöntemiyle ise naylon elyaf üretimi gerçekleştirilmiştir.

- N6.6 nano elyaf ve ağırlıkça % 0.1 oranında BC_4 takviyeli nano elyafların çaplarındaki değişim SEM analizi ile incelenmiştir. Sonuç olarak BC_4 takviyesinin solüsyonun iletkenliğini artırdığı dolayısıyla daha ince çaplarda nano elyaf fiberleri oluşmasını sağladığı gözlemlenmiştir. Yani nano elyaf fiber çapı ile solüsyon iletkenliği arasında bir ters orantı olduğu gözlemlenmiştir.

- Saf epoksi, N6.6, B_4C katkılı N6.6, Gd_2O_3 katkılı N6.6 ve hibrit katkılı N6.6 nanokompozitlerin bozunma sıcaklıklarının belirlendiği TGA analizi sonucunda oluşturulan % ağırlık kaybı – Sıcaklık (W-Ts) eğrileri yer almaktadır. Grafiğe göre bozunma sıcaklığı en yüksek olan 390 °C ile hibrit nanokompozit malzemesidir. Saf epoksinin bozunma sıcaklığı 349 °C, N6.6 bozunma sıcaklığı 357 °C, B_4C katkılı N6.6 bozunma sıcaklığı 362 °C ve Gd_2O_3 katkılı N6.6 bozunma sıcaklığı 380 °C olarak belirlenmiştir. Buna göre Hibrit katkılı N6.6 nanokompozit malzemenin Saf epoksi malzemeye göre bozunma sıcaklığındaki artış %11.74 olarak hesaplanmıştır

- Çekme grafiklerine bakıldığında üretilen nano kompozit malzemelerin saf epoksi malzemeye göre elastik modülünde artış gösterdiği kısaca B₄C nano partikül malzemesinin mukavemeti değeri diğer üretilen nano malzemelere kıyasla yüksek olduğu tespit edilmiştir.

- N6.6 nano elyaf takviyeli kompozitin nano elyafsız malzemenin mukavemetinden % 5.25 kadar fazla çıktığı dikkate alındığında buna sebep epoksi reçinesinin içerisine dağılmış olan elyaflardır. Çekme testi sırasında kopmaya karşı harcanan enerjinin büyük bir kısmını nano elyaflar üstlenmiştir. Bu elyaf uzaması köprüleme, elyaf kopması, elyaf sıyrılması gibi olaylar kopmaya karşı enerjisini yutmuştur. Diğer taraftan gevrek olan epoksi malzemesinin gevrek kırılmasının azaltacak yönde fayda sağlamıştır.

- Kırılan yüzeylerin incelendiğinde B₄C nano partikül N6.6 nano fiberin içerisine yerleştirilmiş olup, nano fiberlerin elyaf kopması saf N6.6'ya göre az olduğu saptanmıştır. Bunun sebebi B₄C nano partiküller N6.6 nano elyafın mukavemetini artırmasındandır. Bunu çekme grafikleri verilen şekil 5.14.'de görmekteyiz. Orada saf epoksiye göre B₄C nano partikül eklenmiş kompozitin çekme mukavemeti % 24.45 artmış N6.6 takviyeli kompozit malzemesinde ise % 11.91 artmıştır.

- El yatırma yöntemiyle üretilen kompozit malzemelerde tabakalar arasında ayrılma oluşmuştur. Çekme sonucunda kırılan yüzeylerin matrislerin gevrek kırıldığı net bir şekilde görülmektedir. Şekil 5.28. 'de hibrid malzemenin elyaf sıyrılması ve kopması B₄C katkılı kompozit malzemesine göre daha fazla olduğu görülmektedir. Saf epoksiye çekme dayanımı % 20.51 N6.6'da ise % 3.27 artmıştır

- Çekme testinden sonra kırılan yüzeylerinin SEM görüntüleri incelendiğinde kırılma mekanizmalarında nano elyafların etkisi gözlemlenmiştir. Nano elyafların çatlak ilerlemelerinde bazı bölgelerde köprüleme etkisi ile çatlağın ucunun yön değiştirmesiyle çatlak ilerlemesine karşı direnç sağladığı gözlemlenmiştir.

- Dinamik mekanik analizde depolama modülü (E')-sıcaklık grafiğinde saf epoksi ve nano malzeme takviye ile güçlendirilmiş kompozitlerin camsı bölgede birbirlerinden belli oranda farklılık gösterirken (burada polimer zincirlerinde hareket olmamaktadır) kauçuk bölgesinde polimer zincirleri hareket halindedir. 105 °C sonra kauçuk bölgesinde hemen hemen yakın seyretmektedir. Ancak kauçuk bölgesinde N.6.6/Epoksi kompozit malzemesinde depolama modülünde %7.13 artma olmuştur. Bunun sebebi N6.6 nano elyafın epoksi polimer zincirlerinin hareketini kısıtlamıştır. N.6.6 içerisine Gd₂O₃ ve B₄C katıldığında bu nano partiküller N.6.6 içerisnde yer yer

topaklanma oluşturduğu için depolama modülü N.6.6' ya göre %5.6 azalmıştır. Nano elyaf ile epoksi matris yüzeyleri arasında muhtelif yerlerinde boşluklar oluşur ve bu boşluklardan dolayı polimer zincirlerinde hareketlilik artar ve buna bağlı olarak camsı bölgede saf epoksi malzemesinin kayıp ve depolama modül değerleri yüksek çıkmıştır.

Dinamik mekanik analizinde sönümlenme modülü ($\tan(\delta)$)-sıcaklık grafiğine bakılarak camsı geçiş sıcaklığı saf epoksi, N6.6 takviyelendirilmiş, B_4C ilave edilmiş N6.6 nano elyaf takviyeli, Gd_2O_3 ilave edilmiş N6.6 nano elyaf takviyeli, B_4C ve Gd_2O_3 ilave edilmiş N6.6 nanokompozit malzemelerin camsı geçiş sıcaklıkları sırasıyla 113.3 °C, 114.55 °C, 114.9°C, 115.55 °C ve 116.8 °C olarak ölçülmüştür. Buradan çıkarılan sonuç nano elyaf takviyeli kompozit malzemenin saf epoksi malzemesine göre camsı geçiş sıcaklığı %1.01 oranında artmıştır. N.6.6 nano fiberin içerisine takviye edilen nano partikülerinde eklenmesiyle camsı geçiş sıcaklığının daha fazla arttığı görülmektedir.

6.2. Öneriler

Bu çalışmanın aynısı matris malzeme olan epoksi termoplastik malzemelerde kullanılarak veya N6.6 elyaf yerine başka tür nano elyaflar kullanılarak yapılması öngörülmektedir.

KAYNAKLAR

- Ahmad, N. and Sharma, S., 2012, Green synthesis of silver nanoparticles using extracts of *Ananas comosus*, *Green and Sustainable Chemistry*, 2, 04, 141.
- Andrievski, R. A., 2012, Micro- and nanosized boron carbide: synthesis, structure and properties, *Russian Chemical Reviews*, 81, 6, 549.
- Aouf, C., Le Guernevé, C., Caillol, S. and Fulcrand, H., 2013, Study of the O-glycidylation of natural phenolic compounds. The relationship between the phenolic structure and the reaction mechanism, *Tetrahedron*, 69, 4, 1345-53.
- Baby, T. T. and Ramaprabhu, S., 2010, Investigation of thermal and electrical conductivity of graphene based nanofluids, *J Appl Phys*, 108, 12, 124308.
- Bowditch, M., Clarke, J. and Stannard, K., 1987, The strength and durability of adhesive joints made underwater, *Adhesion*, 11, 1-16.
- Burman, M., Arinstein, A. and Zussman, E., 2011, Do surface effects explain the unique elasticity of polymer nanofibers?, *EPL (Europhysics Letters)*, 96, 1, 16006.
- Chaudhary, V., Bajpai, P. K. and Maheshwari, S., 2018, An investigation on wear and dynamic mechanical behavior of jute/hemp/flax reinforced composites and its hybrids for tribological applications, *Fibers and Polymers*, 19, 2, 403-15.
- Chawla, N. and Shen, Y. L., 2001, Mechanical behavior of particle reinforced metal matrix composites, *Adv Eng Mater*, 3, 6, 357-70.
- Chen, S., Wang, D., Huang, J. and Ren, Z., 2004, Synthesis and characterization of boron carbide nanoparticles, *Applied physics A*, 79, 7, 1757-9.
- Comas-Cardona, S., Binetruy, C. and Krawczak, P., 2007, Unidirectional compression of fibre reinforcements. Part 2: A continuous permeability tensor measurement, *Compos Sci Technol*, 67, 3-4, 638-45.
- Deleglise, M., Binetruy, C. and Krawczak, P., 2005, Solution to filling time prediction issues for constant pressure driven injection in RTM, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 36, 3, 339-44.
- Doshi, J. and Reneker, D. H., 1995, Electrospinning process and applications of electrospun fibers, *Journal of electrostatics*, 35, 2-3, 151-60.
- Ganguli, S., Roy, A. K. and Anderson, D. P., 2008, Improved thermal conductivity for chemically functionalized exfoliated graphite/epoxy composites, *Carbon*, 46, 5, 806-17.
- Goldys, E. M., Drozdowicz-Tomsia, K., Jinjun, S., Dosev, D., Kennedy, I. M., Yatsunenkov, S. and Godlewski, M., 2006, Optical characterization of Eu-doped and undoped Gd₂O₃ nanoparticles synthesized by the hydrogen flame pyrolysis method, *Journal of the American Chemical Society*, 128, 45, 14498-505.
- Guilleminot, J., Comas-Cardona, S., Kondo, D., Binetruy, C. and Krawczak, P., 2008, Multiscale modelling of the composite reinforced foam core of a 3D sandwich structure, *Compos Sci Technol*, 68, 7-8, 1777-86.
- Heera, P. and Shanmugam, S., 2015, Nanoparticle characterization and application: an overview, *Int. J. Curr. Microbiol. App. Sci*, 4, 8, 379-86.
- Herwan, J., Al-Bahkali, E., Khalil, K. A. and Souli, M., 2016, Load bearing enhancement of pin joined composite laminates using electrospun polyacrylonitrile nanofiber mats, *Arabian Journal of Chemistry*, 9, 2, 262-8.
- Hussain, F., Hojjati, M., Okamoto, M. and Gorga, R. E., 2006, Polymer-matrix nanocomposites, processing, manufacturing, and application: an overview, *Journal of composite materials*, 40, 17, 1511-75.

- Iravani, S. and Zolfaghari, B., 2013, Green synthesis of silver nanoparticles using *Pinus elliardii* bark extract, *BioMed research international*, 2013.
- İrim, Ş. G., Wis, A. A., Keskin, M. A., Baykara, O., Ozkoc, G., Avcı, A., Doğru, M. and Karakoç, M., 2018, Physical, mechanical and neutron shielding properties of h-BN/Gd₂O₃/HDPE ternary nanocomposites, *Radiation Physics and Chemistry*, 144, 434-43.
- Jiang, L., Zhang, J. and Wolcott, M. P., 2007, Comparison of polylactide/nano-sized calcium carbonate and polylactide/montmorillonite composites: reinforcing effects and toughening mechanisms, *Polymer*, 48, 26, 7632-44.
- Jiang, M., Liu, Y., Cheng, C., Zhou, J., Liu, B., Yu, M. and Zhang, H., 2018, Enhanced mechanical and thermal properties of monocomponent high performance epoxy resin by blending with hydroxyl terminated polyethersulfone, *Polymer Testing*, 69, 302-9.
- Kole, M. and Dey, T., 2013, Investigation of thermal conductivity, viscosity, and electrical conductivity of graphene based nanofluids, *J Appl Phys*, 113, 8, 084307.
- Lin, S., Cai, Q., Ji, J., Sui, G., Yu, Y., Yang, X., Ma, Q., Wei, Y. and Deng, X., 2008, Electrospun nanofiber reinforced and toughened composites through in situ nano-interface formation, *Compos Sci Technol*, 68, 15-16, 3322-9.
- Luo, J.-J. and Daniel, I. M., 2003, Characterization and modeling of mechanical behavior of polymer/clay nanocomposites, *Compos Sci Technol*, 63, 11, 1607-16.
- Martone, A., Formicola, C., Giordano, M. and Zarrelli, M., 2010, Reinforcement efficiency of multi-walled carbon nanotube/epoxy nano composites, *Compos Sci Technol*, 70, 7, 1154-60.
- Packham, D. E., 2006. Handbook of Adhesion, Wiley, p.
- Pradhan, S., 2013. Comparative analysis of Silver Nanoparticles prepared from Different Plant extracts (*Hibiscus rosa sinensis*, *Moringa oleifera*, *Acorus calamus*, *Cucurbita maxima*, *Azadirachta indica*) through green synthesis method.
- Raquez, J.-M., Deléglise, M., Lacrampe, M.-F. and Krawczak, P., 2010, Thermosetting (bio) materials derived from renewable resources: A critical review, *Progress in polymer science*, 35, 4, 487-509.
- Ribeiro, M., Meira-Castro, A., Silva, F., Santos, J., Meixedo, J. P., Fiúza, A., Dinis, M. L. and Alvim, M. R., 2015, Re-use assessment of thermoset composite wastes as aggregate and filler replacement for concrete-polymer composite materials: A case study regarding GFRP pultrusion wastes, *Resources, Conservation and Recycling*, 104, 417-26.
- Saba, N., Jawaid, M., Allothman, O. Y. and Paridah, M., 2016, A review on dynamic mechanical properties of natural fibre reinforced polymer composites, *Construction and Building Materials*, 106, 149-59.
- Seydibeyoğlu, M. Ö., 2012, A novel partially biobased PAN-lignin blend as a potential carbon fiber precursor, *BioMed Research International*, 2012.
- Şenyurt, M. A., 2017. Grafen ve naylon 6.6 nano elyaf katkılı yapıştırıcıların alüminyum-karbon elyaf takviyeli kompozit levhaların yapıştırma bağlantılarına farklı sıcaklık koşulları altında etkisi, Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Thostenson, E. T., Li, C. and Chou, T.-W., 2005, Nanocomposites in context, *Compos Sci Technol*, 65, 3-4, 491-516.

- Vasiliev, V. V. and Morozov, E. V., 2001. Mechanics and analysis of composite materials, Elsevier, p.
- Wan, Y.-J., Tang, L.-C., Gong, L.-X., Yan, D., Li, Y.-B., Wu, L.-B., Jiang, J.-X. and Lai, G.-Q., 2014, Grafting of epoxy chains onto graphene oxide for epoxy composites with improved mechanical and thermal properties, *Carbon*, 69, 467-80.
- Wang, F., Drzal, L. T., Qin, Y. and Huang, Z., 2015, Mechanical properties and thermal conductivity of graphene nanoplatelet/epoxy composites, *Journal of materials science*, 50, 3, 1082-93.
- Yapici, A., Özkan, V., Yıldız, M., Erdal, M., Gemi, L. and Yazman, Ş., 2016, The effect of nylon 6.6 nanofiber layers on mechanical properties of epoxy, *The International Journal of Engineering and Science*, 5, 11, 86-9.
- Yasmin, A. and Daniel, I. M., 2004, Mechanical and thermal properties of graphite platelet/epoxy composites, *Polymer*, 45, 24, 8211-9.
- Yousefi, T., Torab-Mostaedi, M., Ghasemi, M. and Ghadirifar, A., 2015, Synthesis of Gd₂O₃ nanoparticles: using bulk Gd₂O₃ powders as precursor, *Rare Metals*, 34, 8, 540-5.
- Zhang, X., Alloul, O., He, Q., Zhu, J., Verde, M. J., Li, Y., Wei, S. and Guo, Z., 2013, Strengthened magnetic epoxy nanocomposites with protruding nanoparticles on the graphene nanosheets, *Polymer*, 54, 14, 3594-604.
- Zhou, Y., Wu, P., Cheng, Z., Ingram, J. and Jeelani, S., 2008, Improvement in electrical, thermal and mechanical properties of epoxy by filling carbon nanotube, *Express polymer letters*, 2, 1, 40-8.
- Zucchelli, A., Focarete, M. L., Gualandi, C. and Ramakrishna, S., 2011, Electrospun nanofibers for enhancing structural performance of composite materials, *Polym Advan Technol*, 22, 3, 339-49.

ÖZGEÇMİŞ

KİŞİSEL BİLGİLER

Adı Soyadı : Mustafa Aker KESKİN
Uyruğu : T.C.
Doğum Yeri ve Tarihi : 22/10/1988
Telefon : 05546279074
Faks :
E-Posta : ma.keskin@caglayansogutma.com

EĞİTİM

Derece	Adı	İl	Bitirme Yılı
Lise	: Selçuklu Anadolu Lisesi	Konya	2007
Üniversite	: Fırat Üniversitesi	Elazığ	2012
Yüksek Lisans	: Konya Teknik Üniversitesi	Konya	Devam ediyor
Doktora	:		

İŞ DENEYİMLERİ

Yıl	Kurum	Görevi
2014	Gültekinler Oto Klima	Makine Mühendisli
2016	Çağlayan Soğutma	Ar-Ge Mühendisi

UZMANLIK ALANI

Nano malzemeler, Soğutma Sistemleri

YABANCI DİLLER

İngilizce

BELİRTMEK İSTEĞİNİZ DİĞER ÖZELLİKLER

YAYINLAR

Radiation Physics and Chemistry Volume 144, March 2018, Pages 434-443

Physical, mechanical and neutron shielding properties of h-BN/Gd₂O₃/HDPE ternary nanocomposites. (Makale)

Synthesis and Characterization of Boron Carbide Nanoparticles by Arc-Discharge in Deionized Water. VII. International Conference Industrial Engineering and Environmental Protection 2017 (IIZS 2017), Zrenjanin, Serbia, 12-13 Ekim 2017. (Bildiri)