T.C.
İSTANBUL ÜNİVERSİTESİ-CERRAHPAŞA
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

YÜKSEK SICAKLIK UYGULAMALARI İÇİN POLİMER MATRİSLİ KOMPOZİT MALZEME ÜRETİMİ

Simay OCAK

DANIŞMAN
Prof. Dr. İlven MUTLU

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Metalürji ve Malzeme Mühendisliği, Tezli Yüksek Lisans Programı

Haziran, 2025

TEZ KABUL VE ONAYI

Simay OCAK tarafından, **Prof. Dr. İlven MUTLU** danışmanlığında hazırlanan **"YÜKSEK SICAKLIK UYGULAMALARI İÇİN POLİMER MATRİSLİ KOMPOZİT MALZEME ÜRETİMİ"** başlıklı bu çalışma, jürimiz tarafından **10/06/2025** tarihinde yapılan sınav sonucunda **oy birliği** ile başarılı bulunarak **Yüksek Lisans Tezi** olarak kabul edilmiştir.

Tez Jürisi

	İmza	**Sonuç**

Aileme ithaf ediyorum…

BÜTÇE DESTEKLERİ

YÜKSEK SICAKLIK UYGULAMALARI İÇİN POLİMER MATRİSLİ KOMPOZİT MALZEME ÜRETİMİ

Bu tez çalışması için herhangi bir kurumdan bütçe desteği alınmamıştır.

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans öğrenimim süresince bilgi, birikim ve yönlendirmeleriyle bana rehberlik eden, akademik gelişimime değerli katkılarda bulunan danışmanım Sayın Prof. Dr. İlven MUTLU'ya en içten teşekkürlerimi sunarım.

Hayatım boyunca maddi ve manevi desteklerini esirgemeyen, sabır ve sevgileriyle her zaman yanımda olan aileme minnettarım.

Ayrıca, bu süreçte desteğini her zaman hissettiren, varlığıyla bana güç veren sevgili Egemen ARSLAN'a gönülden teşekkür ederim.

Haziran 2025 **Simay OCAK**

İÇİNDEKİLER

Sayfa No

TEZ KABUL VE ONAYI ..... **ii**
BEYAN ..... **iii**
BÜTÇE DESTEKLERİ ..... **v**
TEŞEKKÜR ..... **vi**
İÇİNDEKİLER ..... **vii**
ŞEKİL LİSTESİ ..... **ix**
TABLO LİSTESİ ..... **xi**
SİMGE VE KISALTMA LİSTESİ ..... **xii**
ÖZET ..... **xiiiii**
ABSTRACT ..... **xv**
1. GİRİŞ **1**
2. KAVRAMSAL ÇERÇEVE **2**
2.1. KOMPOZİT MALZEMELER 2
2.2. YÜKSEK SICAKLIKTA KULLANILAN POLİMERLER 6
2.3. POLİETERETERKETON (PEEK) 15
2.4. VİSKOELASTİKLİK 16
2.5. LİTERATÜR TARAMASI 22
3. YÖNTEM **28**
3.1. TERMOSET MATRİSLİ KOMPOZİT ÜRETİMİ 29
3.2. TERMOPLASTİK MATRİSLİ KOMPOZİT ÜRETİMİ 32
3.3. KARAKTERİZASYON 34
3.4. HESAPLAMALI MALZEME BİLİMİ 38
4. BULGULAR **39**
4.1. MİKROYAPI 39
4.2. MEKANİK ÖZELLİKLER 43
4.3. HESAPLAMALI MALZEME BİLİMİ SONUÇLARI 50
5. TARTIŞMA **57**
6. SONUÇ VE ÖNERİLER **61**

KAYNAKLAR **63**
İNTİHAL RAPORU İLK SAYFASI **65**
ETİK KURUL İZİN YAZISI **66**
KURUM İZNİ YAZILARI **67**
ÖZGEÇMİŞ **68**

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa No

Şekil 2.1. Kompozit malzemelerin özelliklerinin karşılaştırılması…….2
Şekil 2.2. Takviye türüne göre kompozit malzeme çeşitleri ……..…2
Şekil 2.3. Fiber türüne göre kompozit malzeme çeşitleri …….…..…3
Şekil 2.4. Kompozit malzemelerde elastisite modülü hesabı ……..…..…4
Şekil 2.5. Termoset reçinenin kürlenme mekanizması aşamaları ……....…5
Şekil 2.6. Termoplastik ve termoset polimerlerin şematik yapısı ……..…6
Şekil 2.7. Polimer malzemelerin sıcaklık dayanımlarına göre sınıflandırılması…….……...7
Şekil 2.8. Havada ısıtmada a) çeşitli polimerler, b) epoksinin ağırlık değişimi……..…8
Şekil 2.9. Ablatif özellikte polimerin piroliz prosesi…….…...11
Şekil 2.10. Kül tabakası oluştumayan ve kül tabakası oluşturan polimerler……....12
Şekil 2.11. a) Ablasyon mekanizması [5] ve ablasyon özet gösterimi……13
Şekil 2.12. Uzay aracında ablasyon prosesi……..14
Şekil 2.13. PEEK için iki adet yinelenen polimer birimi…….…….15
Şekil 2.14. PEEK sentezi…….…16
Şekil 2.15. a) Maxwell ve Kelvin elementleri ve b) sürünme davranışı……..17
Şekil 2.16. Dört-elementli viskoelastik model….....18
Şekil 2.17. Sürünme-gevşeme davranışının incelenmesinde kullanılan modeller……..….18
Şekil 2.18. Dinamik mekanik analiz ve osilasyon…….…..19
Şekil 2.19. a) Elastik, b) viskoz, c) viskoelastik, d) elastik sabitler ve faz açısı…….…….20
Şekil 2.20. Şematik bir idealize edilmiş DMA taraması……..…20
Şekil 2.21. Tg değerine göre çalışma aralığı a) epoksi, b) PP…….….21
Şekil 3.1. Epoksi sentezi……...…29
Şekil 3.2. a) Ultrasonik homojenizatör b) farklı oranlarda CNT içeren epoksi kompozit…...30
Şekil 3.3. Epoksi matrisli kompozit üretimi…….…31
Şekil 3.4. a) PLA matrisli kompozit üretimi ve b) numune fotoğrafı……..……32
Şekil 3.5. a) PEEK matrisli kompozit üretimi ve b) numuneler……..…….33
Şekil 3.6. Mekanik testler a) Sertlik, b) çekme cihazları……..…34

Şekil 1.7. Ultrasonik muayene cihazı…….……..…36
Şekil 3.8. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre Cihazı ……..……....37
Şekil 4.1. Karbon nano tüp SEM fotoğrafları……...39
Şekil 4.2. CNT katkılı epoksi matrisli kompozit a) SEM, b) optik mikroskop fotoğrafları.…40
Şekil 4.3. CNT katkılı PEEK matrisli kompozit a) SEM, b) optik mikroskop fotoğrafları….41
Şekil 4.4. CNT katkılı PLA matrisli kompozit a) SEM, b) optik mikroskop fotoğrafları……42
Şekil 4.5. Kompozit malzemelerin elastisite modülleri……43
Şekil 4.6. Kompozit malzemelerin sertlik değerleri……...…..44
Şekil 4.7. Kompozit malzemelerin darbe enerjisi absorblama kapasiteleri…….…….45
Şekil 4.8. Kompozit malzemelerin DSC sonuçları……...49
Şekil 4.9. Epoksi yapısı a) DGEBA, b) DETA…….…...51
Şekil 4.10. Polilaktik asit (PLA) yapısı……...….52
Şekil 4.11. Polietereterketon (PEEK) yapısı……53
Şekil 4.12. Tek duvarlı karbon nanotüp yapıları …….54
Şekil 4.13. Grafen yapısı ……..55
Şekil 4.14. Kompozitlerin hesaplanan elastisite modülleri……...….56
Şekil 5.1. Kompozitlerin teorik ve deneysel elastisite modülleri…….....60

TABLO LİSTESİ

Sayfa No

Tablo 2.1. Polimer malzemelerde bağ enerjisi (kJ/mol)…….…….9
Tablo 3.1: Polimer matrisli kompozit numuneler……...…..28
Tablo 4.1. Kompozit malzemelerin DMA sonuçları…….47
Tablo 5.1. Katkı maddelerinin etkilerinin karşılaştırılması……..59

SİMGE VE KISALTMA LİSTESİ

Simgeler **Açıklama**

C **:** Celsius

Kısaltmalar **Açıklama**

CNT **:** Karbon nano tüp
DMA **:** Diferansiyel mekanik analiz
DSC **:** Diferansiyel taramalı kalorimetre
DGEBA **:** Diglisidil eter bisfenol A
DETA **:** Dietilentriamin
E' **:** Depolama modülü
E" **:** Kayıp modülü
E* **:** Kompleks modül
Tg **:** Camsı geçiş sıcaklığı

ÖZET

YÜKSEK LİSANS TEZİ

YÜKSEK SICAKLIK UYGULAMALARI İÇİN POLİMER MATRİSLİ KOMPOZİT MALZEME ÜRETİMİ

SİMAY OCAK

İstanbul Üniversitesi-Cerrahpaşa

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Metalürji ve Malzeme Mühendisliği, Tezli Yüksek Lisans Programı

Danışman : Prof. Dr. İlven MUTLU Bir öğe seçin.

Bu tez çalışmasında, yüksek sıcaklık uygulamaları için parçacık takviyeli polimer matrisli kompozit malzemelerin üretimi ve karakterizasyonu gerçekleştirilmiştir. Geliştirilen polimer matrisli kompozit malzemelerin havacılık uygulamalarına yönelik olması amaçlanmıştır. Kompozit üretiminde matris malzemesi olarak termoset polimerler ve termoplastik polimerler kullanılmıştır. Termoset esaslı polimer olarak epoksi kullanılmıştır. Termoplastik esaslı polimer olarak polietereterketon (PEEK) kullanılmıştır. Ayrıca doğal polimer esaslı termoplastik polilaktikasit (PLA) kullanılmıştır. Parçacık takviye malzemesi olarak karbon nanotüp, grafen kullanılmıştır. Termoset polimer (epoksi) matrisli kompozit numuneler el yatırma (döküm) yöntemi kullanılarak üretilmiştir. Termoplastik polimer matrisli (PEEK, PLA) kompozitler toz presleme-sinterleme ve toz sıcak presleme yöntemleri ile üretilmiştir. Üretilen kompozit malzemelerin mikroyapısı ve mekanik özellikleri incelenmiştir. Malzemelerin mukavemeti, sertliği, elastisite modülü, enerji absorblama kapasitesi gibi mekanik özellikleri belirlenmiştir. Ayrıca numunelerin elastiklik özellikleri camsı geçiş sıcaklıkları dinamik mekanik analiz (DMA) testi ile incelenmiştir. Numunelerin sıcaklık dayanımları ve camsı geçiş sıcaklıkları diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) testi ile incelenmiştir. Numunelerin

mekanik özellikleri ilk prensipler esaslı yoğunluk fonksiyonel teorisi (DFT) ile teorik olarak incelenmiştir. Teorik ve deneysel sonuçlar karşılaştırılmıştır.
Haziran 2025 , 84. sayfa.
Anahtar kelimeler: PEEK, Epoksi, PLA, DMA, Yüksek sıcaklık, Kompozit

ABSTRACT

M.Sc. THESIS

PRODUCTION OF POLYMER MATRIX COMPOSITE MATERIAL FOR HIGH TEMPERATURE APPLICATIONS

SİMAY OCAK

İstanbul University-Cerrahpaşa

Institute of Graduate Studies

Department of Metallurgy and Materials Engineering

Metalurgical and Materials Engineering

Supervisor : Prof. Dr. İlven MUTLU

In this study, particle reinforced composite materials for high temperature applications were produced and characterized. The aim of the present study was development of polymer matrix composites for aviation applications. Epoxy was used as a thermoset based polymer matrix material. Polyetheretherketone (PEEK) was used as a thermoplastic based matrix material. In addition, polylacticacid (PLA) was used as a natural based thermoplastic matrix material. Carbon nanotube and graphene were used as a particle reinforcement. Thermoset polymer (epoxy) based composites were produced by hand lay-out method. Thermoplastic (PEEK, PLA) matrix composites were produced by powder pressing-sintering and powder hot-pressing methods. Mechanical properties and microstructure of the polymer matrix composites were investigated. Strength, hardness, elastic modulus, energy absorbtion capacity properties of the composites were determined. In addition, elastic properties and glass transition temperatures of the polymer matrix composites were determined by dynamic mechanical analysis (DMA) method. High-temperature resistance and glass transition temperature properties of the composites were also investigated by differantial scanning calorimetry (DSC) analysis. Also,

mechanical properties of the polymer matrix composite materials were theorically studied by first principles based density functional theory (DFT). Theorical and experimental mechanical properties were compared. Metin girmek için buraya tıklayın veya dokunun..

June 2025 84 pages.

Keywords: PEEK, Epoxy, PLA, DMA, High-temperature, Composite

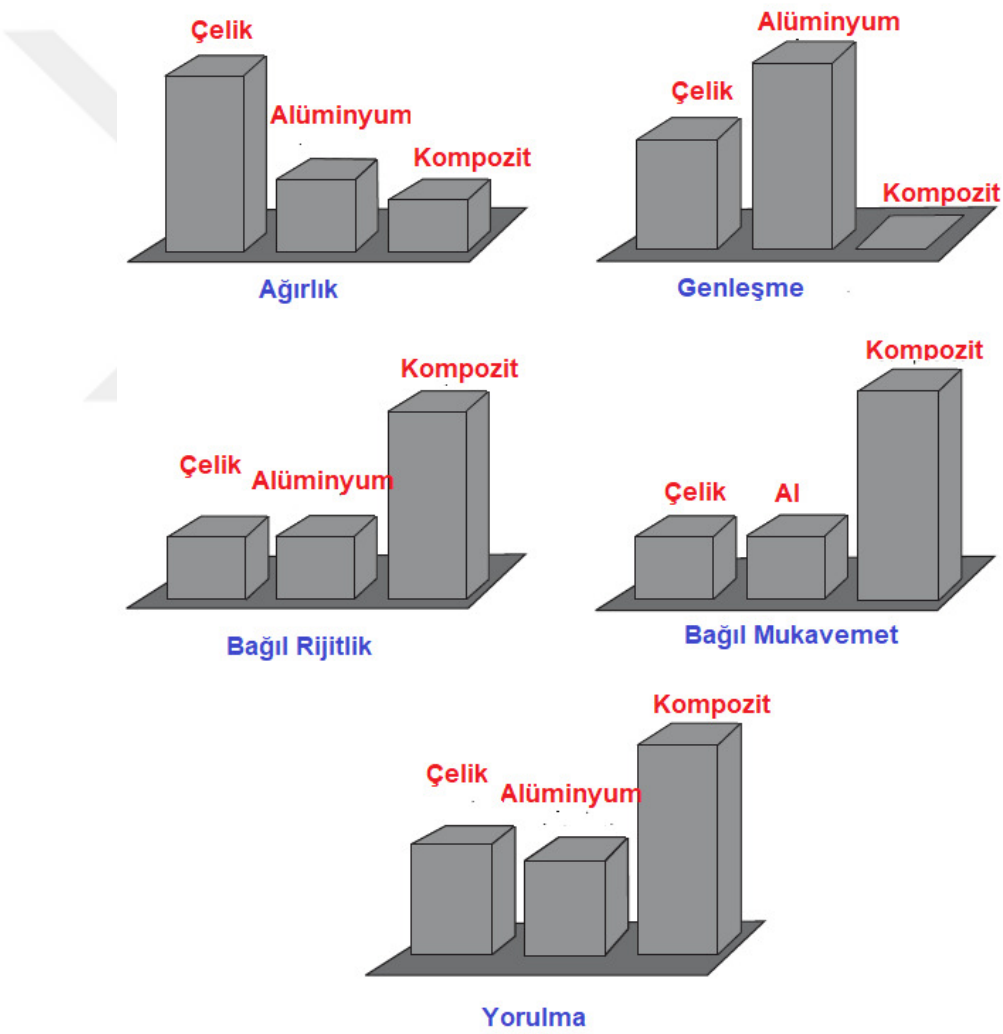
1. GİRİŞ

Bu tez çalışmasında, yüksek sıcaklık uygulamaları için parçacık takviyeli polimer matrisli kompozit malzemelerin üretimi ve karakterizasyonu gerçekleştirilmiştir. Geliştirilen polimer matrisli kompozit malzemelerin havacılık uygulamalarına yönelik olması amaçlanmıştır. Kompozit üretiminde matris malzemesi olarak termoset polimerler ve termoplastik polimerler kullanılmıştır. Termoset esaslı polimer olarak epoksi kullanılmıştır. Termoplastik esaslı polimer olarak polietereterketon (PEEK) kullanılmıştır. Ayrıca doğal polimer esaslı termoplastik polilaktikasit (PLA) kullanılmıştır. Parçacık takviye malzemesi olarak karbon nanotüp, grafen kullanılmıştır. Termoset polimer (epoksi) matrisli kompozit numuneler el yatırma (döküm) yöntemi kullanılarak üretilmiştir. Termoplastik polimer matrisli (PEEK, PLA) kompozitler toz presleme-sinterleme ve toz sıcak presleme yöntemleri ile üretilmiştir. Üretilen kompozit malzemelerin mikroyapısı ve mekanik özellikleri incelenmiştir. Malzemelerin mukavemeti, sertliği, elastisite modülü, enerji absorblama kapasitesi gibi mekanik özellikleri belirlenmiştir. Ayrıca numunelerin elastiklik özellikleri camsı geçiş sıcaklıkları dinamik mekanik analiz (DMA) testi ile incelenmiştir. Numunelerin sıcaklık dayanımları ve camsı geçiş sıcaklıkları diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) testi ile incelenmiştir. Numunelerin mekanik özellikleri ilk prensipler esaslı yoğunluk fonksiyonel teorisi (DFT) ile teorik olarak incelenmiştir. Teorik ve deneysel sonuçlar karşılaştırılmıştır.

2. KAVRAMSAL ÇERÇEVE

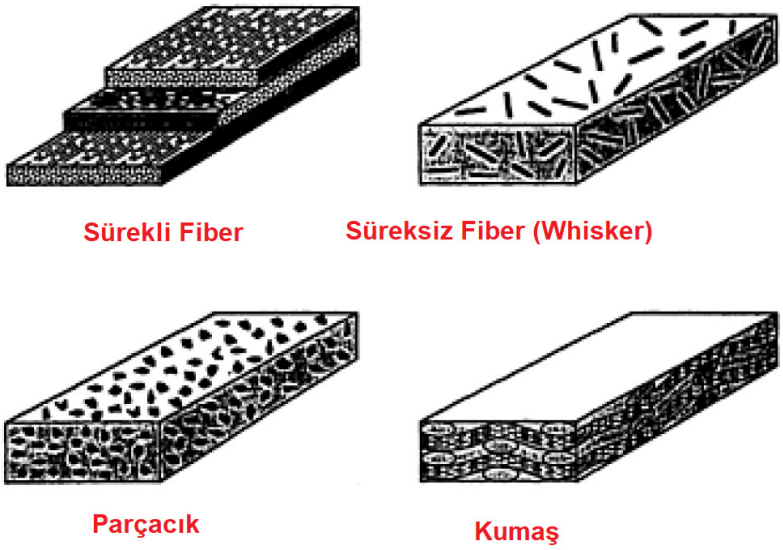
2.1 KOMPOZİT MALZEMELER

Şekil 2.1'de kompozit malzemelerin yoğunluk, termal genleşme katsayısı, spesifik (bağıl) rijitlik, spesifik (bağıl) mukavemet ve yorulma direnci özelliklerinin çelik ve alüminyum ile karşılaştırılması görülmektedir [1-3].



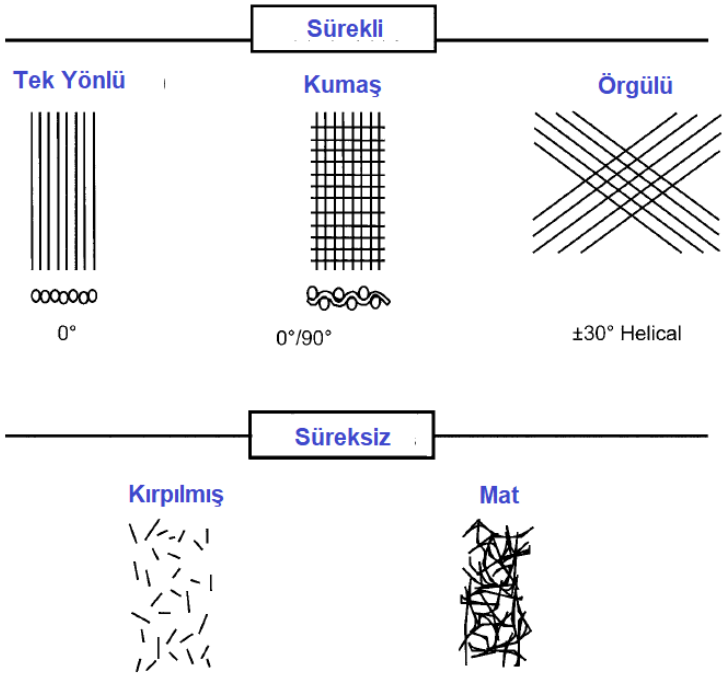
Şekil 2.1. Kompozit malzemelerin özelliklerinin karşılaştırılması [1]

Şekil 2.2'de matrise ilave edilen takviye türlerine göre kompozit malzeme çeşitleri görülmektedir.



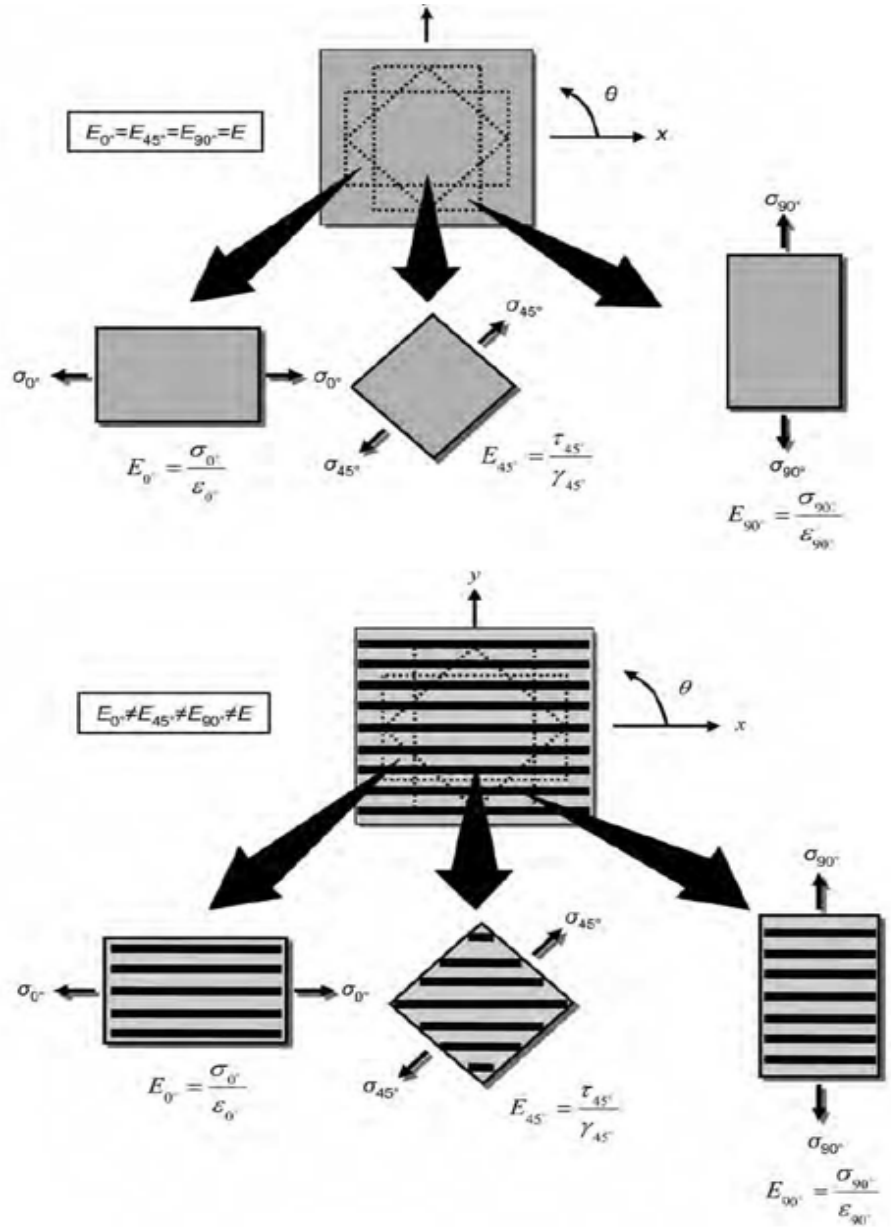
Şekil 2.2. Takviye türüne göre kompozit malzeme çeşitleri [3]

Şekil 2.3'de fiber türüne göre kompozit malzeme çeşitleri görülmektedir.



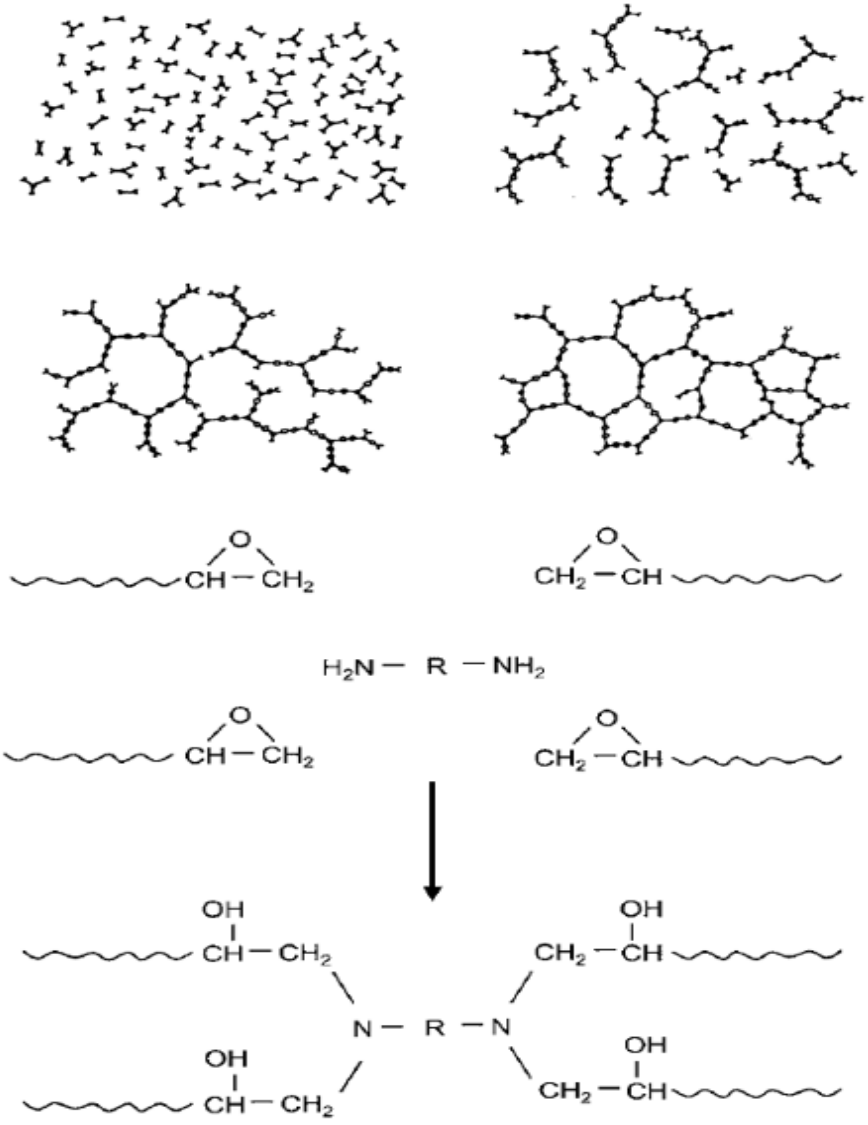
Şekil 2.3. Fiber türüne göre kompozit malzeme çeşitleri [2]

Şekil 2.4'de fiber yönlenmesinin farklı olduğu çeşitli kompozit malzemelerde elastisite modülünun hesaplanmasının temelleri görülmektedir.



Şekil 2.4. Kompozit malzemelerde elastisite modülü hesabı [2]

Genel olarak polimer matrisli kompozit malzeme üretiminde matris malzemesi olarak genellikle termoset esaslı polimer malzemeler kullanılmaktadır. Termoset esaslı malzemeler oda sıcaklığında sıvı olmaları, düşük viskozite değerlerine sahip olmaları, yüksek ıslatma kabiliyetlerine sahip olmaları, ucuz olmaları gibi sebeplerden dolayı kompozit üretiminde matris malzemesi olarak sıklıkla tercih edilmektedir. Şekil 2.5'de termoset esaslı epoksi reçinenin kürlenme mekanizmasının temel aşamaları görülmektedir.



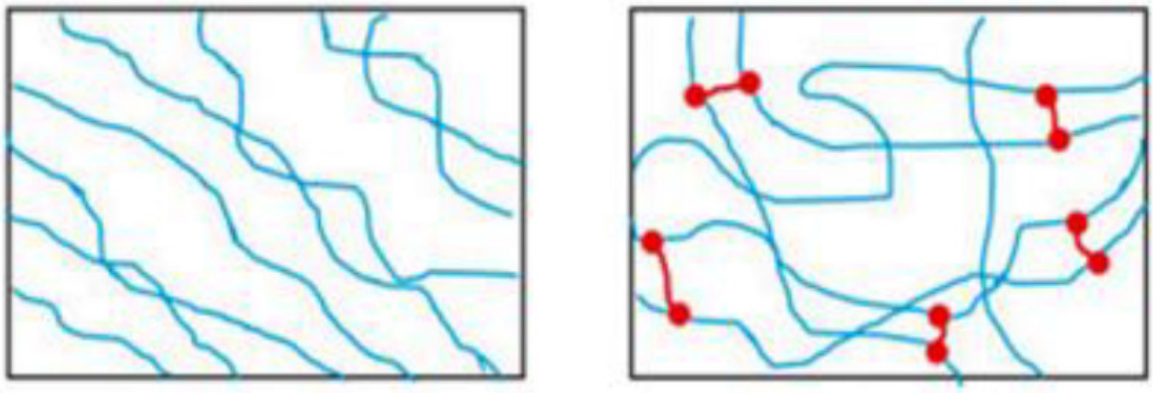
Şekil 2.5. Termoset reçinenin kürlenme mekanizması aşamaları [8]

2.2 YÜKSEK SICAKLIKTA KULLANILAN POLİMERLER

Genel olarak polimer malzemeler ısıya/sıcaklığa ve kimyasal çözücülere karşı davranışlarına göre termoplastik polimerler ve termoset polimerler olmak üzere iki ana gruba ayrılmaktadır [4-11]. Ayrıca elastomerler (kauçuk malzemeler) de sıklıkla üçüncü bir grup olarak değerlendirilmektedir.

Termoplastik polimerler ısı karşısında yumuşayan ve eriyen, çeşitli kimyasal çözücülerde çözünebilen ve geri dönüşümlü polimerlerdir. Polimer zincirlerin arasında ısı karşısında kopan ve tekrar oluşabilen zayıf van der waals bağları mevcuttur.

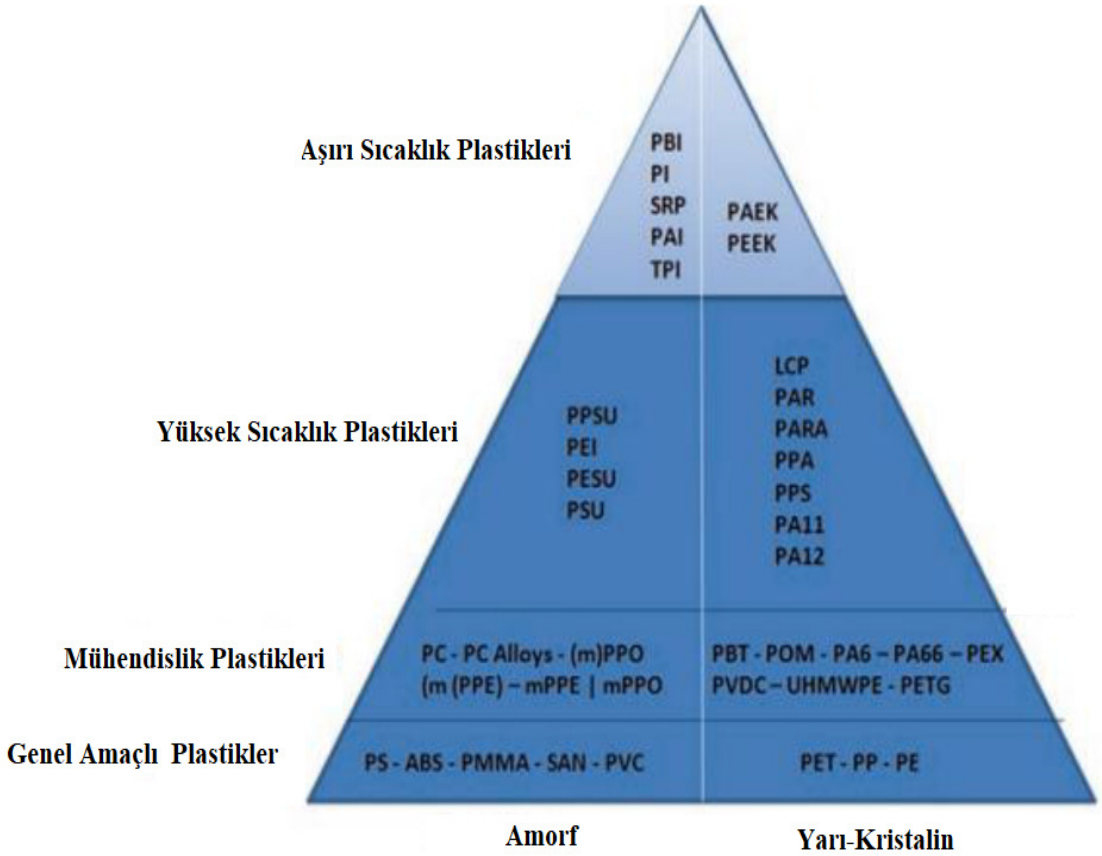
Termoset polimerler ısı karşısında yumuşamayan ve erimeyen, çeşitli kimyasal çözücülerde çözünmeyen ve geri dönüşümsüz polimerlerdir. Polimer zincirler arasında kuvvetli kovalent bağlar bulunmaktadır.



Şekil 2.6. Termoplastik ve termoset polimerlerin şematik yapısı [5]

Şekil 2.7'de polimer malzemelerin sıcaklık dayanımlarına göre sınıflandırılması (plastikler üçgeni) görülmektedir. Ayrıca plastikler amorf plastikler ve yarı-kristalin plastikler olmak üzere iki ana gruba ayrılmaktadır.

- Genel kullanım plastikleri 100 ºC altında kullanılabilen ve genel amaçlarla kullanılan plastiklerdir. Polietilen (PE), polipropilen (PP), polistriren (PS) örnek verilebilir.
- Mühendislik plastikleri 100-150 ºC arasında kullanılabilen plastiklerdir. Poliamid (PA), polikarbonat örnek verilebilir.
- Yüksek sıcaklık plastikleri 150-200 ºC arasında kullanılabilen plastiklerdir. Polsülfon (PSU) örnek verilebilir.
- Aşırı sıcaklık plastikleri (süper-mühendislik plastikleri) 200-300 ºC arasında kullanılabilen plastiklerdir. Polietereterketon (PEEK) yarı-kristalin süper-mühendislik plastiklerine bir örnektir. Poliimid (PI) kristalin süper-mühendislik plastiklerine bir örnektir.



Şekil 2.7. Polimer malzemelerin sıcaklık dayanımlarına göre sınıflandırılması [4]

Polimerlerde termal kararlılığı etkileyen parametreler

- Kristalin yapı oranı
- Omurga (ana zincir) yapısı ve kararlılığı: aromatiklik, halojenler, rijit gruplar
- Zincirler arası etkileşimler: hidrojen bağları, çapraz bağlanma, inorganik dolgular

Si-N, B-N ve P-N grupları içeren katkılar polimer malzemelerin yüksek sıcaklık dayanımını artırmaktadır.

Al, Zn, Mg gibi metal tozlarından oluşan katkılar polimer malzemelerin yüksek sıcaklık dayanımını artırmaktadır.

Basamaklı veya çift iplikli yapı polimer malzemelerin yüksek sıcaklık dayanımını artırmaktadır.

Yapıda aromatik halkaların bulunması polimer malzemelerin yüksek sıcaklık dayanımını artırmaktadır. Yapısında aromatik halkalar bulunan polimer malzemeler yandıklarında kömürleşmektedirler ve bunun sonucu olarak yanıcı gaz miktarı azalmaktadır. Yapıda bulunan aromatik halkalar aynı zamanda mekanik özellikleri de geliştirmektedir.

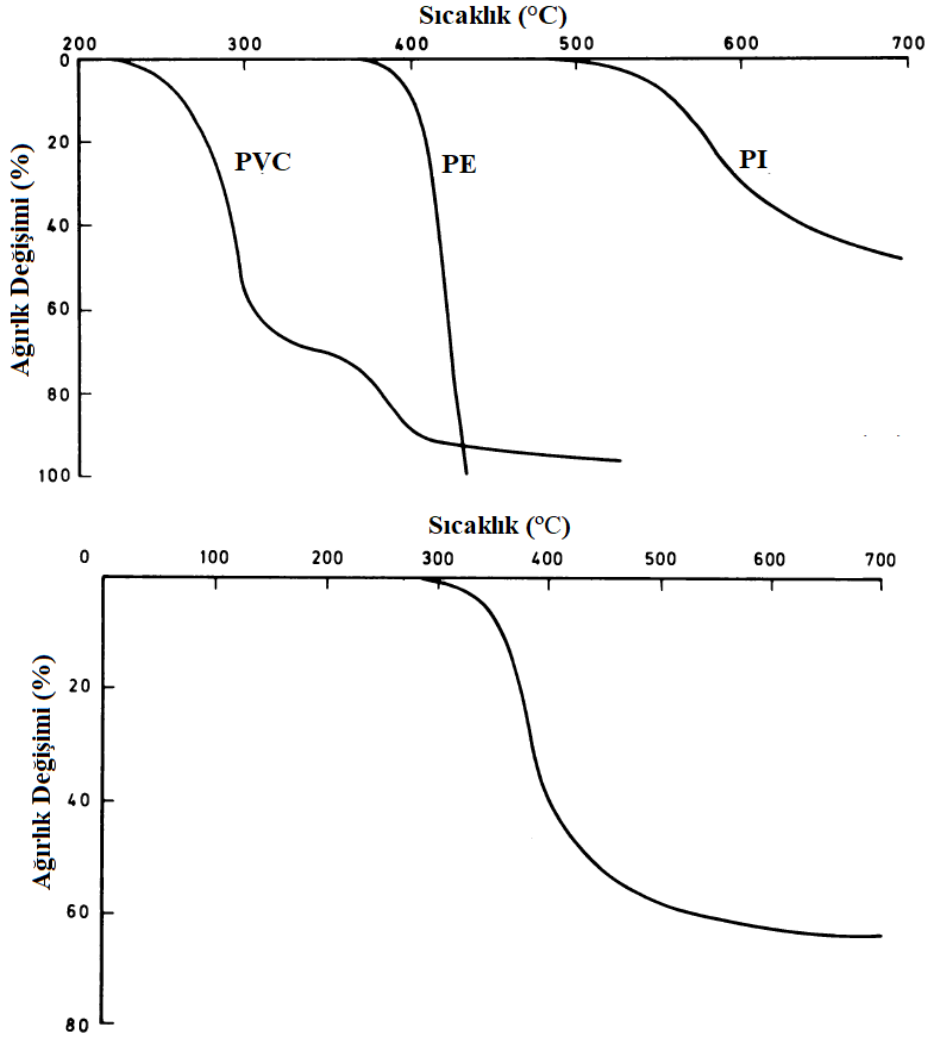
Yüksek oranda kristalin polimer malzemelerde yüksek sıcaklık dayanımı daha yüksek olmaktadır. Polimer malzemelerde kristallik oranı arttıkça yüksek sıcaklık dayanımı artmaktadır.

Tablo 2.1'de polimer malzemelerde bağ mukavemeti/enerjisi (kJ/mol) değerleri görülmektedir. Bağ enerjisi arttıkça polimerin yüksek sıcaklık dayanmı artmaktadır.

Tablo 2.1. Polimer malzemelerde bağ enerjisi (kJ/mol) [9]

C—S	273	C—N	307	C—H	416	P—O	528	C═C	609	B—O	777
B—H	294	Si—H	319	C—F	428	P—C	580	C═N	617		
		Si—C	328	Si—N	437			Ti—O	672		
		C—Cl	340	Si—O	445						
		C—C	349								
		C—O	361								
		C—B	374								
		B—N	386								

Şekil 2.8'de havada ısıtmada a) çeşitli termoplastik polimerlerde ağırlık değişimi, b) termoset epokside ağırlık değişimi görülmektedir.



Şekil 2.8. Havada ısıtmada a) çeşitli polimerler, b) epoksinin ağırlık değişimi [9]

Ablatif Malzemeler

Ablatif malzemeler genel olarak dört ana gruba ayrılmaktadır;

- *Karbon matris esaslı*
- *Elastomer matris esaslı*
- *Polimer matris esaslı*
- *Seramik matris esaslı*

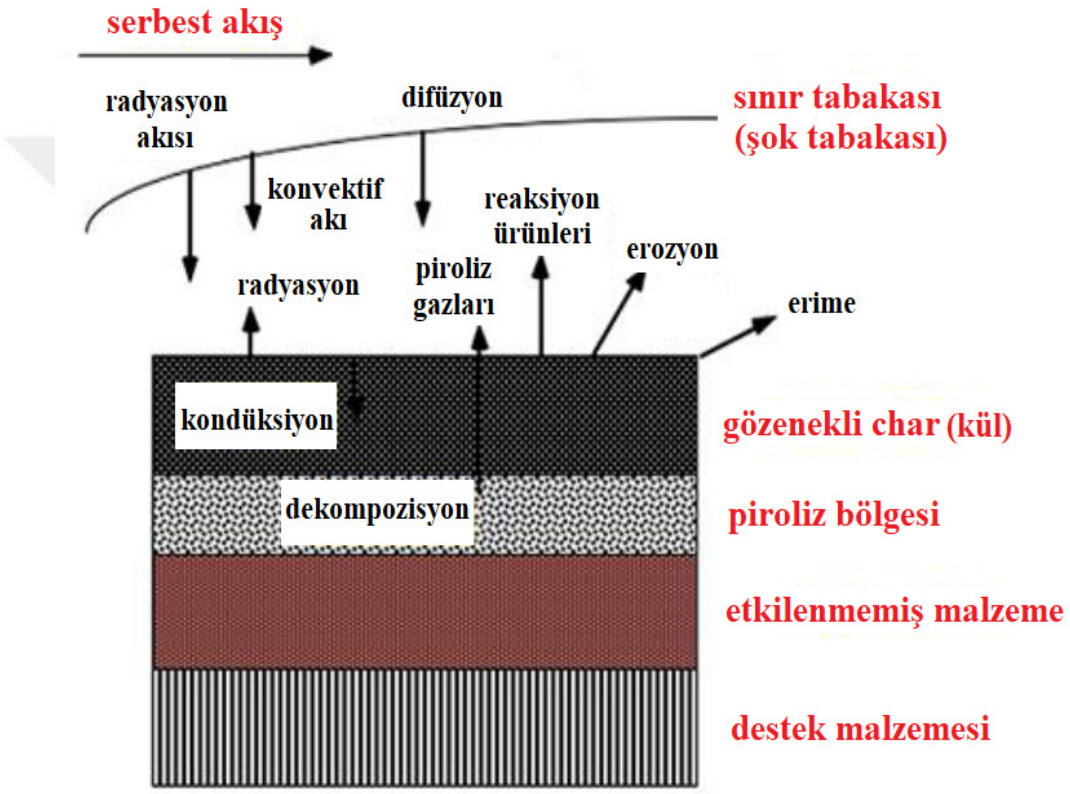
Karbon kompozitler karbon fiber takviyeli karbon matrsili kompozitlerdir.

Elastomerik kompozitler matris malzemesi olarak elastomerik bir malzeme (akrilotirlil bütadien kauçuğu) kullanılan kompozitlerdir.

Polimer kompozitler matris olarak fenolikler, fenol-formaldehit epoksi kullanılan kompozitlerdir. En çok kullanılan ve en verimli gruptur.

Seramik kompozitler özellikle termal genleşme katsayılarının uyumsuzluğundan dolayı çatlak oluşturmaktadırlar ve bu nedenle yaygın kullanılmamaktadırlar.

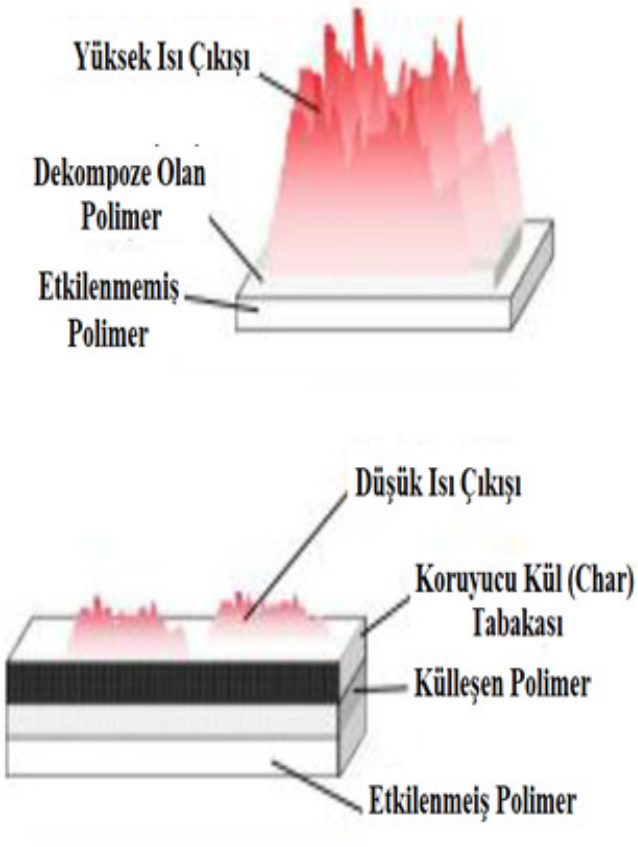
Ablatif kompozit malzemeler yüzeye ulaşan sıcak gazı, soğuk bir ara katman meydana getirerek uzaklaştırmaktadır. Kompozitte çevreden ısıalan endortermik karakterli kömürleşme, erime, süblimleşme reaksiyonları meydana gelir (piroliz). Piroliz sonucu meydana gelen gazlar ısı akısını durdurmaktadırlar. Termoset matris pirolize uğramakta ve hidrokarbon esaslı gaz reaksiyon ürünleri oluşmaktadır. Piroliz ürünü gazlar yüzeyden yayılmakta ve şok tabakasıyla karşılaşmaktadır. Termoset polimerin pirolizi yüzeyde karbon esaslı kalıntılar oluşturmakta ve yüzey kömürleşmektedir.



Şekil 2.9. Ablatif özellikte polimerin piroliz prosesi [4]

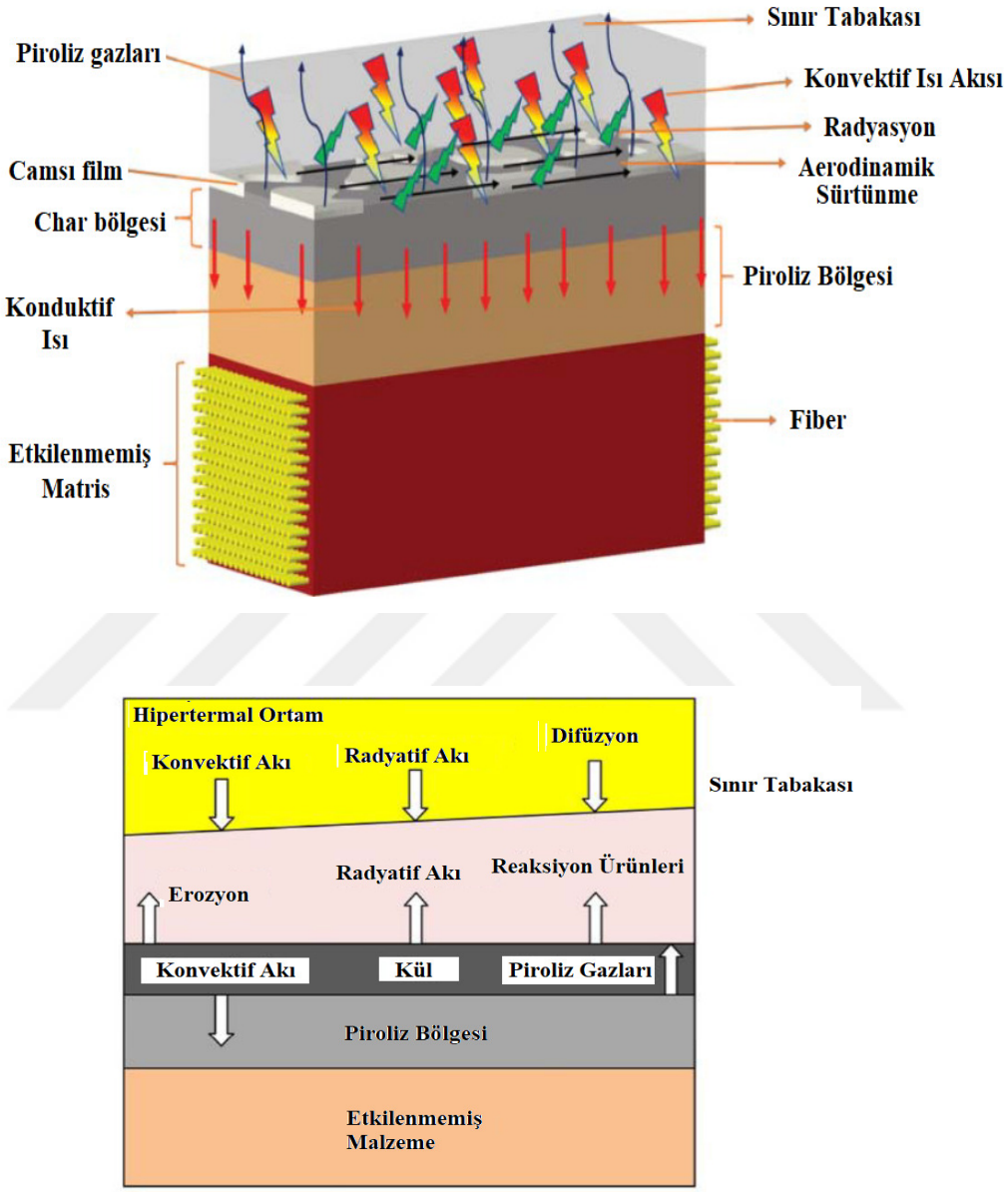
Polimer malzemeler yanma prosesine göre kül tabakası oluştumayan polimerler ve kül tabakası oluşturan polimerler olmak üzere iki gruba ayrılmaktadır. Külleşen polimerlerde koruyucu kül tabakası oluşmakta ve düşük ısı çıkışı meydana gelmektedir. Kül tabakası oluşturmayan polimerlerde yüksek ısı çıkışı meydana gelmektedir.

Şekil 2.10'da kül tabakası oluştumayan ve kül tabakası oluşturan polimerlerin yanma prosesi şematik olarak görülmektedir.



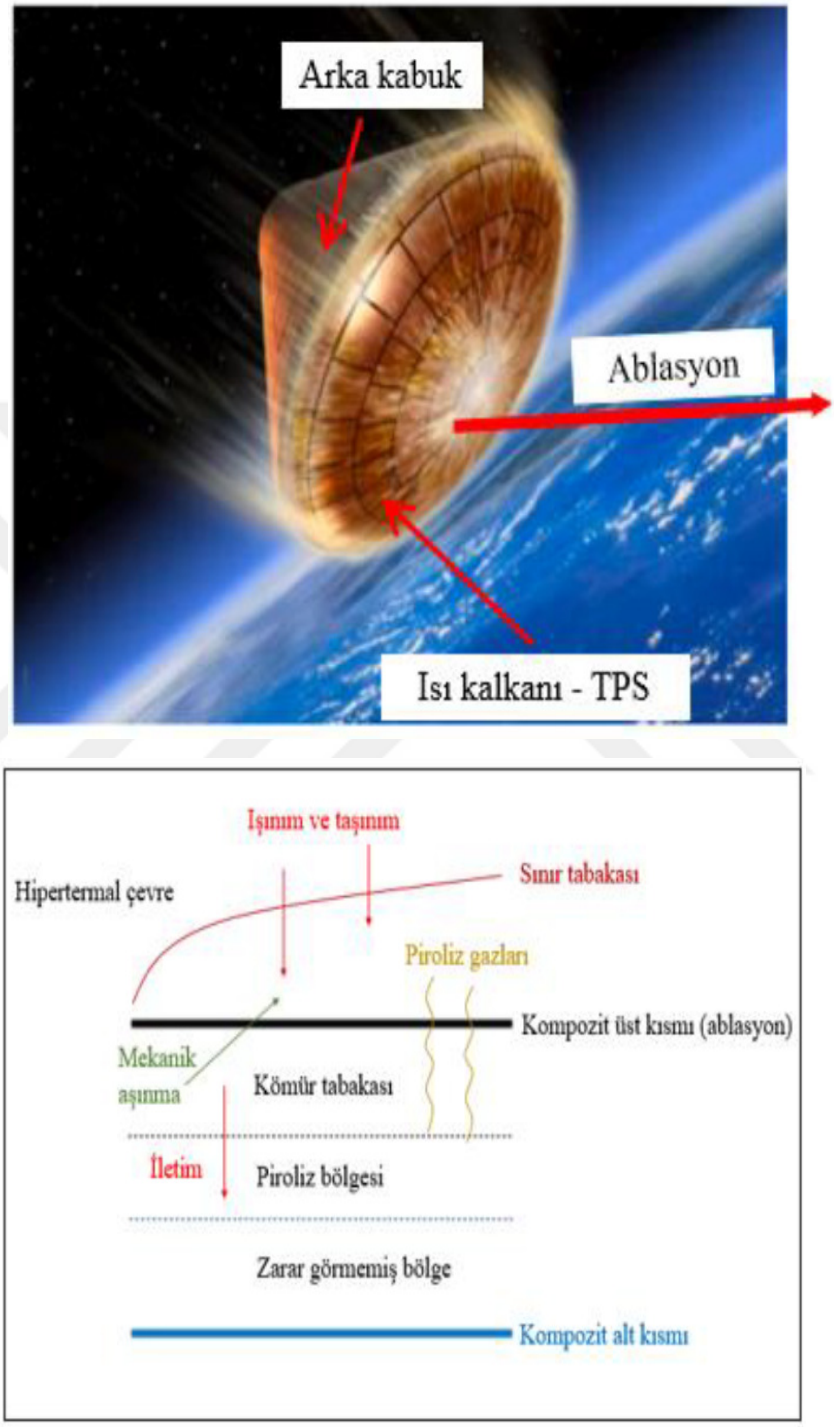
Şekil 2.10. Kül tabakası oluştumayan ve kül tabakası oluşturan polimerler [4]

Şekil 2.11'de polimer esaslı ablatif malzemelerde ablasyon mekanizmasının şematik gösterimi ve ablasif polimerlerde oluşan bölgelerin özeti gösterilmektedir. Piroliz bölgesi ve kül (char) bölgesi meydana gelmektedir.



Şekil 2.11. a) Ablasyon mekanizması [5] ve ablasyon özet gösterimi [7]

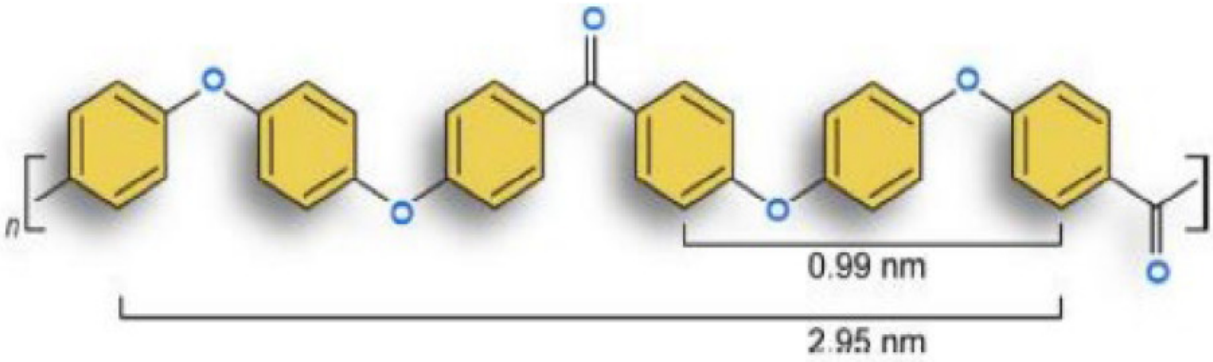
Şekil 2.12'de uzay uygulamalarında ablasyon prosesi ve ablasif malzemelerde meydana gelen olaylar görülmektedir.



Şekil 2.12. Uzay aracında ablasyon prosesi [10]

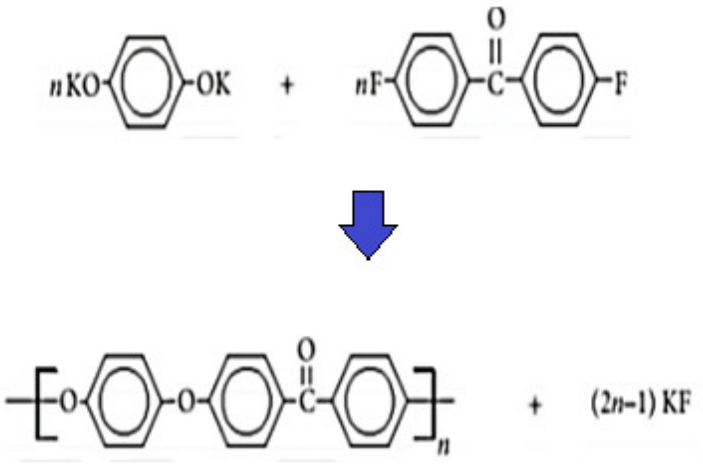
2.3 POLİETERETERKETON (PEEK)

Polietereterketon (PEEK) üstün kimyasal, mekanik ve termal özelliklere sahip yarı-kristalin termoplastik esaslı bir mühendislik plastiğidir. Elastisite modulu 3.6 GPa, yoğunluğu 1.32 g/cm^3, camsı geçiş sıcaklığı 143 °C, erime sıcaklığı 343 °C değerindedir. Enjeksiyon kalıplama ve ekstrüzyon yöntemleri ile şekillendirmeye uygundur. Aynı zamanda flament haline getirilip eklemeli imalat ile şekillendirmeye de yatkındır [12-14]. Şekil 2.13'de polietereterketon (PEEK) zincir yapısı (iki adet yinelenen polimer birimi) görülmektedir.



Şekil 2.13. PEEK için iki adet yinelenen polimer birimi [12]

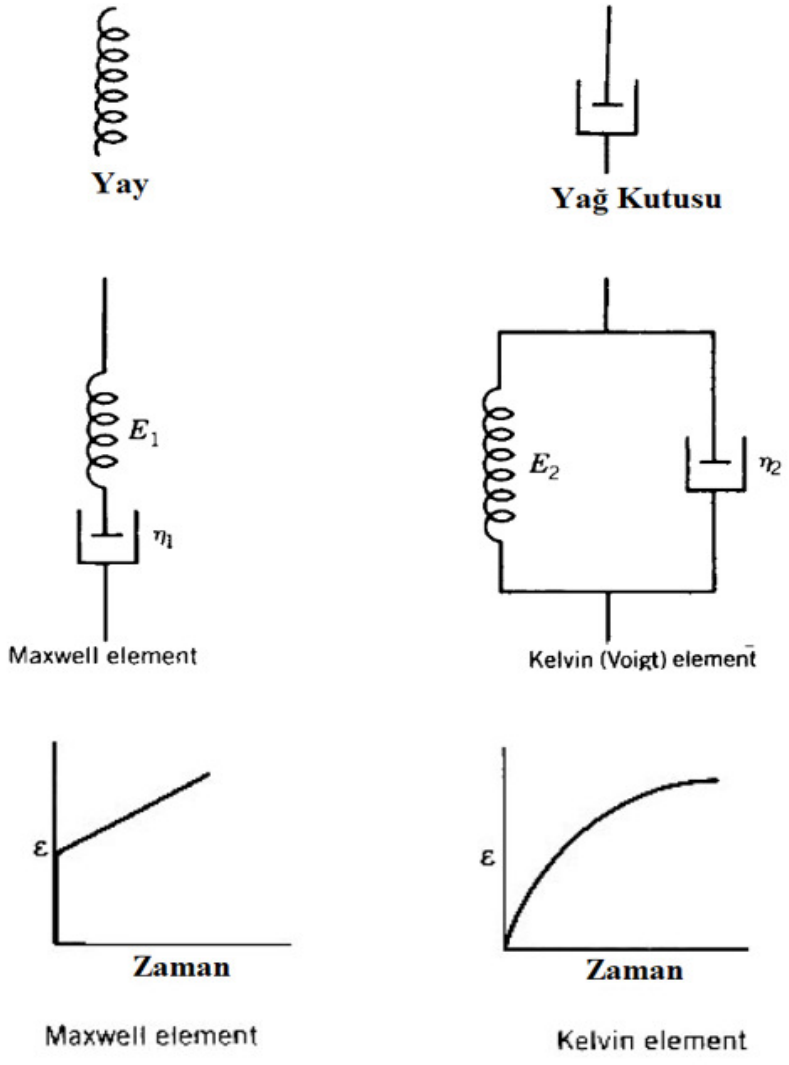
Şekil 2.14'de polietereterketon (PEEK) sentezi görülmektedir (diflorobenzofenon ve hidrokinon dipotansyumtuzu reaksiyonu). PEEK Bisfenolat tozlarının dialkinasyonu sonucu adım polimerizasyonu mekanizması ile sentezlenmektedir.



Şekil 2.14. PEEK sentezi [12]

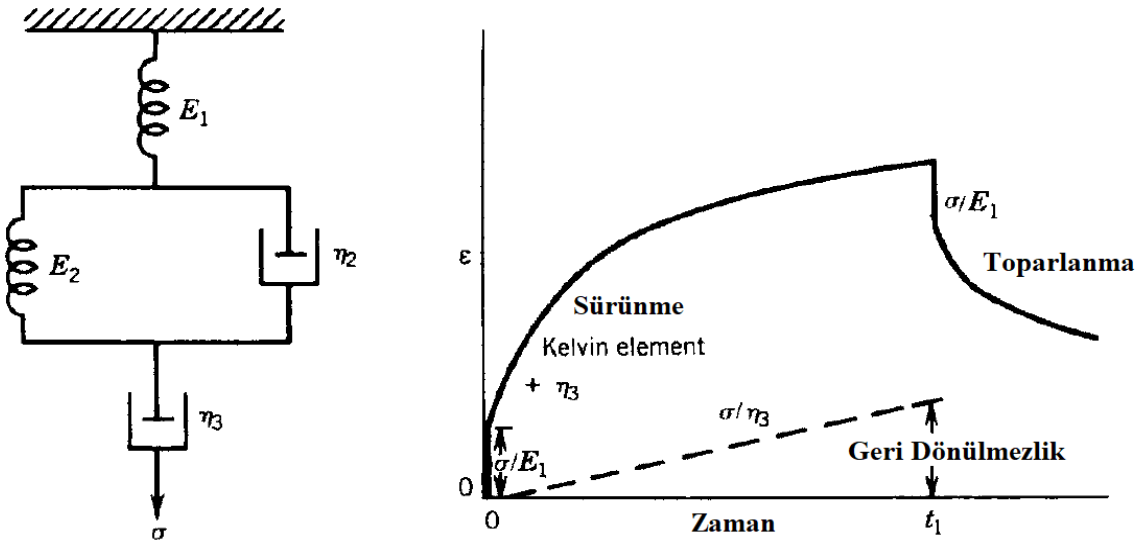
2.4 VİSKOELASTİKLİK

Polimer malzemeler elastik metal malzemeler ve vikoz sıvı malzemelerin arasında yer alan viskoelastiklik özelliği göstermektedir. Şekil 2.15'de elastik davranışı modellemede kullanılan yay, viskoz davranışı modellemede kullanılan yağ kutusu, Maxwell elementi (modeli), Kelvin elementi (modeli), Maxwell elementi sürünme davranışı, Kelvin elementi sürünme davranışı görülmektedir [15-17].

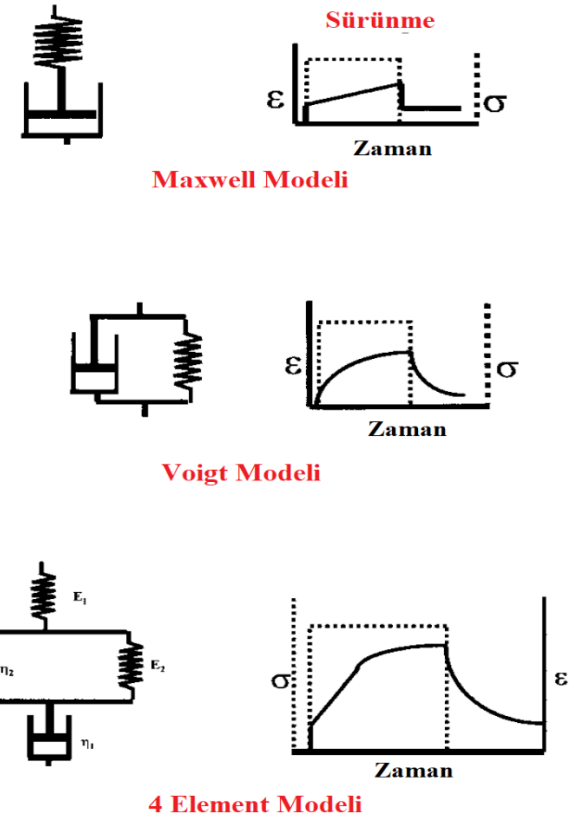


Şekil 2.15. a) Maxwell ve Kelvin elementleri ve b) sürünme davranışı [17]

Şekil 2.16'da viskoelastik polimer malzemeleri modellemede kullanılan dört-elementli viskoelastik model ve ε-zaman grafiği görülmektedir.

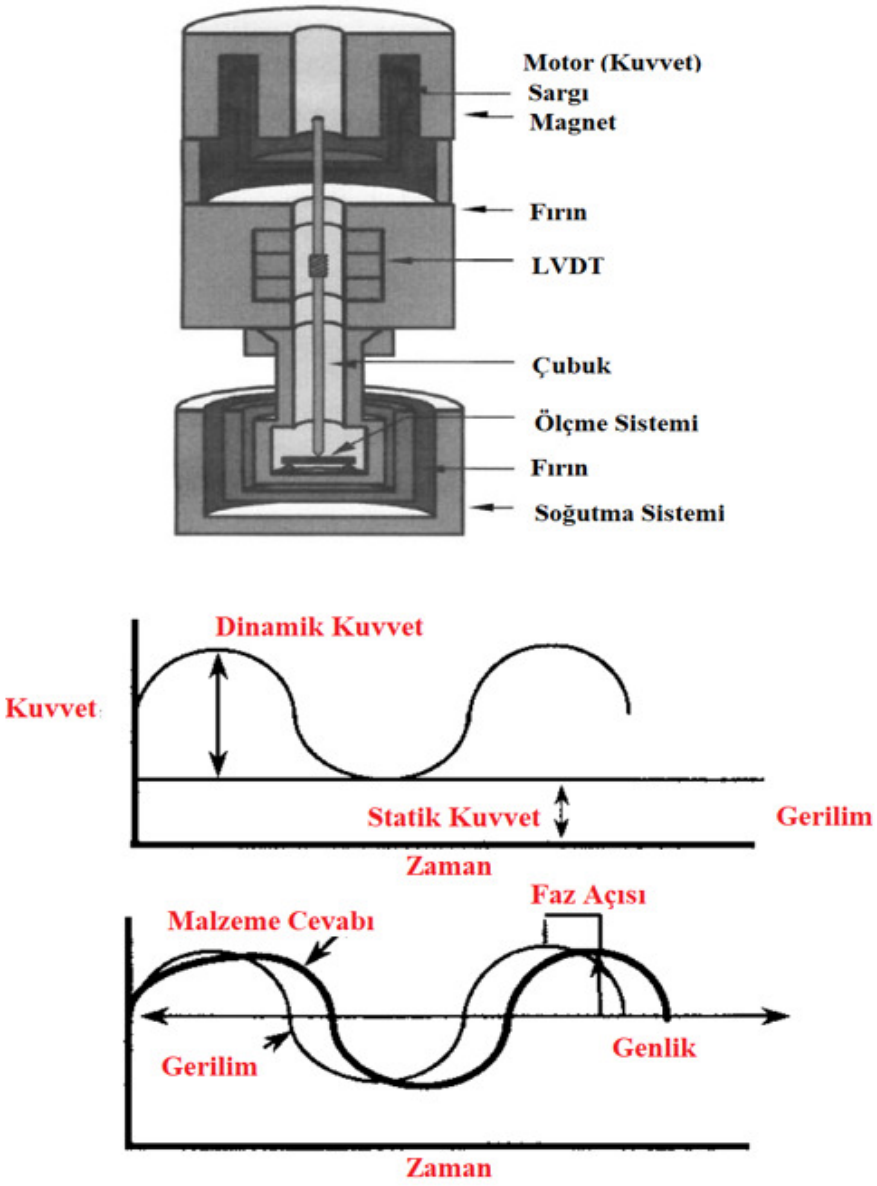


Şekil 2.16. Dört-elementli viskoelastik model [17]



Şekil 2.17. Sürünme-gevşeme davranışının incelenmesinde kullanılan modeller [16]

Dinamik mekanik analiz (DMA) polimerlerin viskoelastik davranışlarını sıcaklığın, frekansın, zamanın fonksiyonu olarak tespit eder. Dinamik mekanik analiz polimerlerin elastiklik modüllerini, sönümleme davranışlarını, sünme ve gevşeme özelliklerini tespit etmek amacıyla yapılır. Dinamik mekanik analiz (DMA), camsı geçiş sıcaklığı (Tg), faz dönüşümleri, katkıların özelliklere etkilerini incelemede kullanılmaktadır.



Şekil 2.18. Dinamik mekanik analiz ve osilasyon [16]

$$\sigma = \sigma_o \sin \omega t$$

$$d\sigma / dt = \omega \sigma_o \cos \omega t$$

$$\varepsilon(t) = E \sigma_o \sin(\omega t)$$

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_o \sin(\omega t)$$

$$\varepsilon(t) = \eta d\sigma_o / dt = \eta \omega \sigma_o \cos(\omega t)$$

$$\varepsilon(t) = \eta \omega \sigma_o \sin(\omega t + \pi / 2)$$

$$\varepsilon(t) = \omega \varepsilon_o \cos(\omega t) = \omega \varepsilon_o \sin(\omega t + \pi / 2)$$

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_o \sin(\omega t + \delta)$$

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_o [\sin(\omega t) \cos \delta + \cos(\omega t) \sin \delta]$$

$$\varepsilon' = \varepsilon_o \sin(\delta)$$

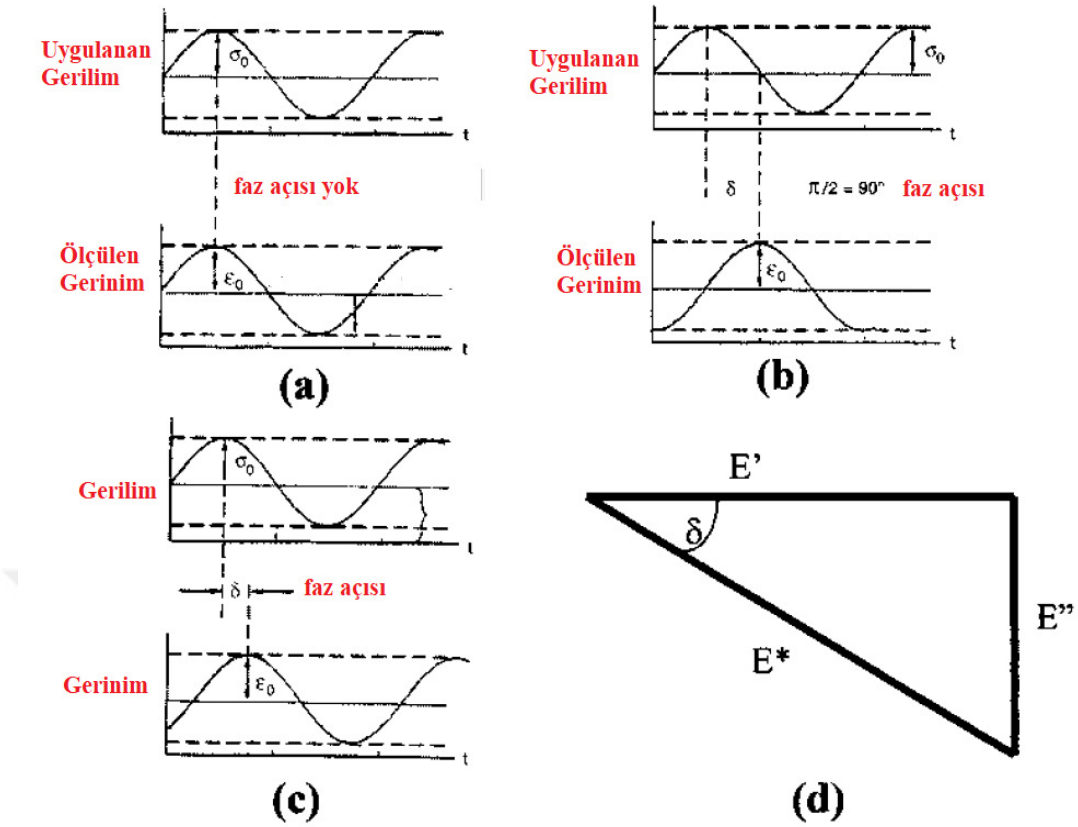
$$\varepsilon'' = \varepsilon_o \cos(\delta)$$

$$\varepsilon^* = \varepsilon' + i\varepsilon''$$

$$E' = (\sigma^o / \varepsilon^o) \cos \delta = (f_o / b\mathbf{k}) \cos \delta$$

$$E'' = (\sigma^o / \varepsilon^o) \sin \delta = (f_o / b\mathbf{k}) \sin \delta$$

$$\tan \delta = E''/E' = \eta'/\eta'' = \varepsilon''/\varepsilon'$$



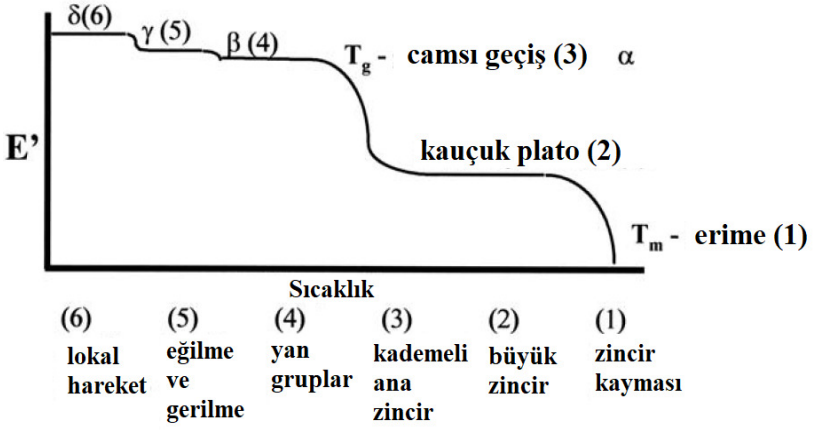
Şekil 2.19. a) Elastik, b) viskoz, c) viskoelastik, d) elastik sabitler ve faz açısı [16]

E*: Kompleks modül (maksimum gerilmenin maksimum genlemeye oranı)

E′ : depolama modülü (faz farkı olmayan komponent)

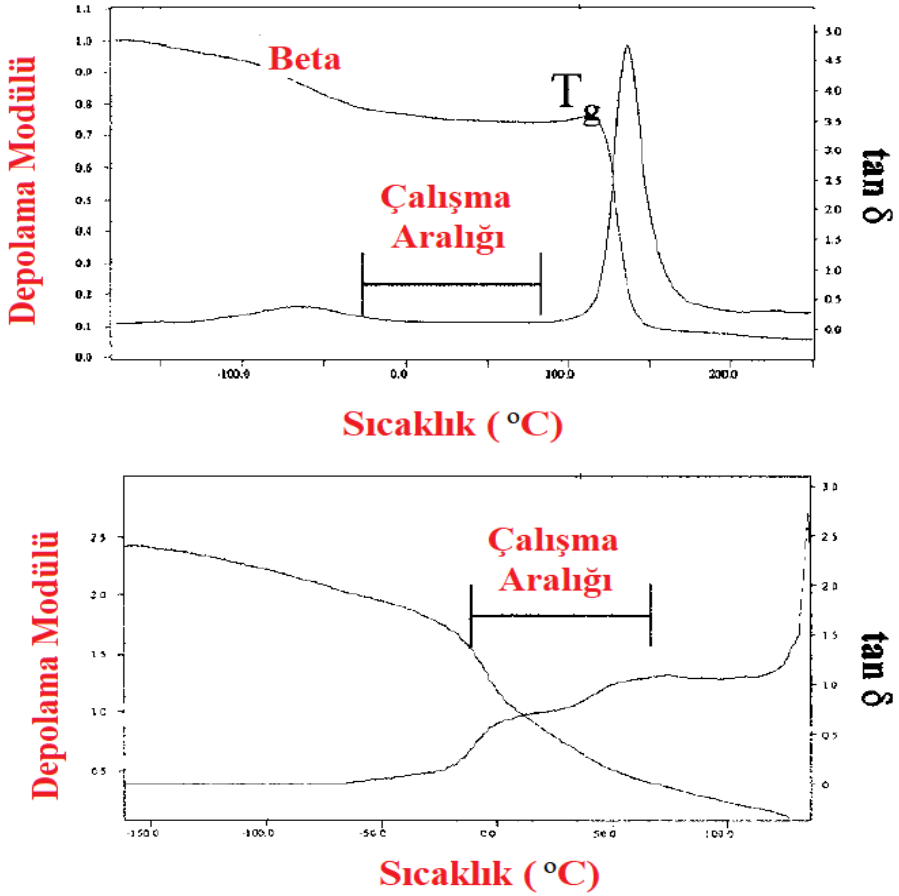
E″ : kayıp modülü (90° faz farkı olan komponent)

Tan delta (tan δ): mekanik kayıp faktörü



Şekil 2.20. Şematik bir idealize edilmiş DMA taraması [16]

Şekil 2.21'de termoset epoksi ve termoplastik polipropilen (PP) polimerlerinin dinamik mekanik analiz (DMA) sonucu (depolama modülü-sıcaklık davranışı) görülmektedir.



Şekil 2.21. Tg değerine göre çalışma aralığı a) epoksi, b) PP [16]

2.5 LİTERATÜR TARAMASI

Tez konusu ile ilgili çeşitli çalışmaların özetleri aşağıda sunulmuştur;

Aydın [5] tez çalışmasında, yüksek sıcaklık uygulamalarında kullanılmak üzere ablatif özellikli termoset kompozit malzemeler geliştirilmiştir. Vakum destekli reçine transfer kalıplama (VARTM) ve el yatırması yöntemleri ile kompozit malzemeler hazırlanmış ve özellikleri karşılaştırılmıştır. Kompozit malzemelerin matrisleri için fenol-formaldehit ve benzoksazin reçineleri seçilmiştir. İki boyutlu silika dokunmuş kumaş, üç boyutlu silika dokunmuş preform ve seramik yün battaniye malzemeleri kompozit malzemelerin hazırlanmasında takviye malzemesi formları olarak kullanılmıştır. Seçilen iki ve üç boyutlu takviye malzemeleri en az %94 SiO_2 içeriğine sahip yüksek silika dokuma kumaş ve preform malzemeleri iken, seramik yün battaniye malzemesi SiO_2, Al_2O_3 ve ZrO_3 içermektedir. VARTM ve el yatırması yöntemleri ile hazırlanan kompozit plaka malzemelerin ablatif özelliklerini incelemek üzere oksi-asetilen erozyon hızı testi yapılmış olup, mekanik, fiziksel ve termal özellikleri incelenerek malzemeler karakterize edilmiştir. TGA termogramlarından 900 °C'deki en yüksek kül verimi, iki boyutlu yüksek silika takviyeli ve fenolik matrisli kompozitler için % 88 ve % 84 oranında elde edilirken benzoksazin matrisli kompozit malzemede % 75 kül oranı elde edilmiştir. Kül verimlerinin yüksek silika elyaf oranları ile orantılı olduğu saptanmıştır. Oksi-asetilen test sonuçlarına göre (90° yönünde kompozit numunesine, 20 saniye maruziyet için), en iyi ağırlık kaybı verisi VARTM yöntemi ile üretilen iki boyutlu yüksek silika/fenolik reçine kompozitine ait iken, VARTM yöntemi ile üretilen iki boyutlu yüksek silika/benzoksazin reçine kompozitinin test sonuçları yakındır.

Mağdala [6] tez çalışmasında, karbon fenolik esaslı kompozit ısı kalkanı üretimi gerçekleştirilmiş, üretilen kompozitlerin mekanik özellikleri ve yüksek sıcaklık altındaki ısıl davranışları incelenmiştir. Karbon fenolik kompozitler, yüksek sıcaklık altında mükemmel ablatif davranışa, düşük yoğunluğa ve yüksek mukavemete sahip, gelişmiş mühendislik malzemeleridir. Bu özellikler karbon fenolik kompozitleri uzay aracı ısı kalkanları uygulamalarında tercih edilen bir malzeme yapmıştır. Deneysel çalışmalarda karbon fenolik kompozitlerin üretimi sıcak laminasyon prosesiyle gerçekleştirilmiştir. Pekiştirici olarak karbon dokumalar, matris olarak ise fenolik reçine kullanılmıştır. Farklı yönlenmelerde karbon dokumalar, farklı reçine çözücü oranları ve farklı jelleştirme yöntemleri kullanılmış ve bu değişkenlerin malzemenin ısıl ve mekanik özelliklerine olan etkisi incelenmiştir. Isıl ve

mekanik özeliklerin belirlenmesi için yapılan karakterizasyon çalışmalarında, üretilen numunelere çekme ve basma dayanımı testi, statik ısı akısı testi, dinamik ısı akısı testi ve ısıl iletkenlik testleri uygulanmıştır. Uygulanan testler sonucunda mekanik ve ısıl özelliklerin, malzemenin içerdiği reçine oranından önemli derecede etkilendiği, reçine oranının ise, reçineçözücü konsantrasyonu ve jelleştirme koşulları ile kontrol edilebildiği görülmüştür.

Egemen [7] tez çalışmasında silika elyaf kumaş ve mikron altı boyutlarda alumina parçacık içeren polibenzoksazin kompozitlerin üretilmesi ile polibenzoksazin malzemenin termal ve mekanik özelliklerinin iyileştirilmesini içermektedir. Polibenzoksazin kompozitlerin bükülme ve tabakalar arası kesme mukavemetleri başarılı bir şekilde sırasıyla yaklaşık %11 ve %27 olarak artmıştır. Literatürde yer alan elyafla güçlendirilmiş kompozitler içinde en düşük kütle ablasyon yanma hızlarından birisi olan 0.0284 g/s'lik kütle ablasyon yanma hızı polibenzoksazin kompozite sadece kütlece %3 oranında mikron altı boyutta alumina parçacık eklenmesi ile elde edilmiştir. Bu alümina katkısının yapıldığı polibenzoksazin kompozit içeriğinde alumina bulunmayan ablatif kompozite göre %15 daha düşük ablasyon yanma hızına sahip olmuştur ve bu durum daha iyi bir yalıtım performansı göstereceğinin ifadesidir. Bu umut vaat eden araştırma alumina katkısına sahip olan silika fiber kumaşla güçlendirilmiş polibenzoksazin kompozitlerin artan mekanik özelliklerini, iyileştirilmiş termal dayanımını ve düşmüş ablasyon yanma hızını ortaya koymaktadır. Ayrıca bu tez kapsamında yapılan çalışmalar göstermektedir ki polibenzoksazin bazlı malzemeler roketler ve füzelerin motor gövdelerinde, harp başlıklarında, nozullarda ve yanma odalarında ablasyon/yalıtım malzemesi olarak fenolik bazlı malzemeler yerine kullanılma potansiyeli taşımaktadır.

Kocaman [8] tez çalışmasında cam elyaf ve grafit katkı oranlarının novalak esaslı fenolik reçine ile birlikte olan etkileri incelendi. Üretilen kompozit numunelerin karakterizasyonu sürecinde; fiziksel özelliklerin belirlenmesi için porozite ve yoğunluk (Arşimet yöntemi), mekanik özelliklerinin belirlenmesi için sertlik, çekme ve üç nokta eğilme testleri, termal özelliklerin belirlenmesi için TGA, matris ve katkı parçacıklarının morfolojisi, hibrit kompozit tozların mikro yapısı ve kırılma yüzeylerinin karakterizasyonunda SEM-EDS, alev geciktiricilik özelliklerinin belirlenmesi için ise limit oksijen indisi (LOI) testleri uygulandı. Elde edilen termogravimetrik verilere göre novalak reçineye ilave edilen cam elyaf ve grafit partikülleri sayesinde bozunan kütle miktarı azalırken bozunma sıcaklıklarının arttığı gözlendi. Saf novalak malzemesinin sertlik, maksimum çekme ve eğilme mukavemeti sırasıyla 32 HRM, 12 MPa ve

20.3 MPa iken, optimum kompozit numunede(%30 cam elyaf, %40 grafit) 98 HRM, 33.8 MPa ve 77.4 MPa olarak tespit edildi. Saf novalak malzemesinin LOI değeri ise %37 iken, üretilen kompozit malzemeler arasında >%50'ye kadar bir artış ile yüksek alev geciktiricilik tespit edilmiştir.

Aras [10] tez çalışmasında, termal koruma sistemlerinde kullanılan ablatif polimerik kompozitler için matris malzemesi geliştirilerek kompozitler üretilmiştir. Üretilen kompozitlerin ablasyon özellikleri ve ablasyon mekanizmaları incelenmiştir. Resorsinol-formaldehit reçinesi (RR), farklı ağırlık yüzdelerinde fenilboronik asit ile modifiye edilerek ve farklı ağırlık yüzdelerinde titanyum diborür (TiB_2) ile dolgulanarak matris malzemeleri geliştirilmiştir. Geliştirilen fenilboronik asit modifiyeli resorsinol-formaldehit reçinelerinin (RRB) yapısında yeni boronat bağları yer almıştır ve piroliz reaksiyonları sırasında boronat bağları, B_2O_3 (dibor trioksit) yapısına dönüşmüştür. Matris malzemesinin borla modifiyelenmesi ve TiB_2 ile dolgulanması termal dayanımı ve kömür verimini arttırmıştır. RR polimerinin kömür verimi 1000 °C'de %47,9 iken, ağırlıkça %6 fenilboronik asit ile modifiyelenerek ve ağırlıkça %20 TiB_2 ile dolgulanarak hazırlanan matris malzemesinin (RRBT20) kömür verimi %88,2 değerine çıkarılmıştır. Hazırlanan matris malzemeleri poliakrilonitril (PAN) temelli iğne ile delinmiş karbon fiber keçelere emprenye edilerek kompozitler üretilmiştir. Kompozitlere üç nokta eğme testi yapılmıştır ve reçinenin borla modifiye edilmesi ve dolgulanması kompozitlerin eğilme mukavemetlerini arttırmıştır.

Bırak [12] Bu çalışmada genellikle uçak ve havacılık uygulamalarında kullanılan mühendislik polimerlerinden termoplastik polieter eter keton (PEEK) polimer malzemesine farklı oranda grafen nano platelet (GNP) ve çok duvarlı karbon nanotüp (MWCNT) nano katkıları sıcak pres yöntemiyle kompozit üretimi gerçekleştirildi. Bu iki karbon bazlı nano katkının polimer matrisin mekanik özelliklerine olan etkileri incelenildi. Mekanik özelliklerin incelenmesi için gerekli olan çekme, darbe, üç nokta eğme ve sertlik test numuneleri mekanik karıştırma ve sıcak pres yardımıyla üretimler tamamlandı. En yüksek sertlik değerindeki artış ağırlıkça %5 MWCNT katkısı ile %15 olurken, GNP katkısı ile eser miktarda artış yaşanmıştır. Çekme ve akma dayanımları PEEK matrise her iki katkıda artış yaşamış en yüksek çekme dayanımını %40 artış ile ağırlıkça %10 MWCNT katkısıyla gözlemlenmiştir. Eğme testi ağırlıkça %0,5 MWCNT oranından ve ağırlıkça %1 GNP oranından daha fazla oranlarda yapının gevrekleştiğini ve eğme dayanımının azaldığını ortaya koymuştur. Darbe test sonuçlarında ağırlıkça %0,1 katkı oranında MWCNT'nin dayanımı %200, GNP'nin ise dayanımı %300'den fazla arttırdığı görülmüştür. Yapılan SEM analizleri ile yapıdaki topaklanma ve matris/katkı arayüzey bağ durumu ortaya konmuştur.

Dokur [11] tez çalışmasında, karbon fiber esaslı polimerik matrisli kompozitlerin yüksek sıcaklık altında ısıl davranışları ve mekanik özellikleri incelenmiştir. Takviye elemanı olarak karbon fiber, polimerik matris olarak da fenolik reçine kullanılmıştır. Kompozit parçanın üretilmesi, spreyleme prosesi ile gerçekleştirilmiştir. Bu proseste 1/8 oranında etanol ile çözülmüş fenolik reçine, parça üzerine sprey edilmiştir. Fiberler boyları, 15 mm olacak şekilde sprey tabancasında kırpılarak altlık üzerine reçine ile birlikte püskürtülmüştür. Kompozit üretimi tabakalar halinde gerçekleştirilmiştir. Her bir tabaka kalınlığı 0,5 mm olup 135 °C'de ön kürleme yapılmıştır. Daha sonra tabaka sayısı tamamlanan kompozit 165 °C'de kürlenmiştir. Kürleme, yük altında ve vakum altında olmak üzere iki şekilde yapılmıştır.

Görür [18], Yüksek Lisans tezinde, nanokompozit üretimi için, polilaktik asit (PLA) matriksinin içinde katkı olarak h-BN nanolevhaları kullanmıştır. 3B baskıya uygun h-BN nanolevhaları/PLA nanokompozit filamentler hazırlanmış ve elektronik cihazların termal yönetimi için ısı dağıtan cihazların 3B baskısında kullanılmıştır. Hem bilyalı öğütme hem de kesme eksfoliasyonu yöntemleriyle h-BN eksfoliye edilmiştir. Her iki yöntemde de suda bir aydan fazla stabil olan birkaç katmanlı h-BN nanolevhalar elde edilmiştir. Daha sonra, h-BN/PLA filamenti üretilmiş ve termal yönetim uygulamaları için ısı soğurucu ve LED ampul tutucu cihazları basılmıştır. 3B baskılı h-BN/PLA ısı soğurucunun üst yüzeyinin sıcaklığı, 3B baskılı PLA'dan 6.3 °C daha yüksek ve alüminyum (Al) ısı soğurucudan 1.4 °C daha düşüktür. PLA'nın ısı yayma oranı, %4 0 h-BN eklemesi ile %320 artırılmıştır.

Toraman [21] tez çalışmasında karbon nanotüplerin ve poli eter eter keton (PEEK) polimerinin mekanik özelliklerine, CNT/PEEK arayüzüne etkileri, yoğunluk fonksiyoneli teorisi (DFT) kullanarak incelemiştir. PEEK polimeri 3.6 GPa seviyelerinde yüksek elastisite modülüne ve 370 ◦C gibi yüksek erime sıcaklığına sahip olduğu ifade edilmiştir. (CNT ilavesi ile takviye edildiğinde 390 ◦C seviyelerine artmaktadır. PEEK termoplastik bir polimer olup, uzay araçları, nükleer reaktörler, petrol kuyuları gibi zorlu şartlara uygundur.

Seydioğlu [19], yüksek lisans tezinde, poli-3-hidroksibütirat-ko-3-hidroksivalerat (PHBV) kopolimeri kullanılmıştır. PHBV'nin gaz bariyer, mekanik ve termal özelliklerini geliştirmek için yüksek termal stabilite, yüksek mekanik dayanım, yüksek termal iletkenlik gibi üstün özelliklere sahip nano hekzagonal bor nitrür (h-BN) kullanılarak PHBV biyonanokompozitleri geliştirilmiştir. Kompozit hazırlanmadan önce h-BN eksfoliye edilmiş ve

oktil(trietoksi)silan(OTES) kullanılarak yüzey geliştirme çalışmaları yapılmıştır. Modifiye edilen h-BN'nin daha sonra XRD, FTIR, TGA, DSC ile karakterizasyonu yapılmış ve belirlenen yükleme yüzdelerine göre, eriyik harmanlama yöntemi kullanılarak PHBV ile birleştirilmiştir. Hazırlanan nanokompozitler XRD, SEM, FTIR, TGA, DSC analizleri ile karakterize edilmiş, oksijen geçirgenliği ve mekanik özellikleri ölçülmüştür. PHBV/BN nanokompozitleri için %0.05'den %1'e dolgu yüklemesi ile oksijen geçirgenliği, difüzivitesi ve çözünürlüğü belirlenmiştir. BN nanoparçacıklarının %0.5'e kadar polimere eklenmesiyle gaz bariyer özelliğinde artış gözlenlenmiştir. Silanla muamele edilen h-BN ile hazırlanan nanokompozitlerin silansız numunelere göre daha başarılı olduğu görülmüştür. En iyi bariyer özellikleri, katkısız PHBV'ye kıyasla oksijen geçirgenliğinin (OP) %27.4 düşürdüğü görülen %0.5 oranında silanlı BN içeren nanokompozit numunesi için elde edilmiştir. Kompozitlerin mekanik ve termal özelliklerinin de BN'nin biyopolimere ilavesiyle geliştirildiği gösterilmiştir. TGA, bileşiklerin termal stabilitesinin katkısız PHBV'den daha yüksek olduğunu göstermiştir. Kompozitin Young modülü, %0.5 oranında silanlı BN varlığında % 12.7 oranında artmıştır. Daha yüksek yüklemede, PHBV matrisi içinde BN aglomerasyonu oluşmakta ve matris ile BN arasında uygun yapışmanın eksikliği yetersiz gerilim transferine neden olmaktadır.

Kaşgöz [20] Doktora tez çalışmasında elektromanyetik dalga kalkanlama ve RADAR sistemlerinden gizlenme uygulamalarına yönelik yüksek performansa ve özgün bir içeriğe sahip polimer kompozitlerin geliştirilmesi amaçlamıştır. Tez kapsamındaki deneysel çalışmalarda, kompozit yapıyı oluşturan taşıyıcı polimer bileşen olarak termoplastik poliüretan (TPU), dolgu bileşeni olarak ise; (i) farklı fiziksel özelliklere sahip karbon malzemeler, (ii) manyetik özellikli inorganik bileşikler ve (iii) özel olarak tasarlanan karbon-inorganik yapılı hibrit malzemeler kullanılmıştır. Eriyik harmanlama ve çözeltide karıştırma gibi farklı proses yöntemleri ile hazırlanan tek katmanlı kompozitlerin mikro-yapısal ve mekanik özellikleri taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve dinamik-mekanik analiz (DMA) cihazında gerçekleştirilen test/analiz çalışmaları ile belirlenmiştir. Örneklerin doğrusal akım altında elektriksel iletkenlik değerlerinin de incelendiği çalışmada kompozitlerin elektromanyetik özelliklerine ilişkin parametreler koaksiyel hat yöntemine göre vektör network analiz cihazında (VNA) ölçülmüş ve 2-14 GHz arasındaki elektromanyetik kalkanlama etkinlikleri (*Shielding Effectiveness*, *SE*T) ve yansıma kaybı *(Reflection Loss*, *RL*) değerleri hesaplanmıştır.

Kalaycı [22] gerçekleştirdiği tez kapsamında havacılık uygulamalarında kullanılan termoset kompozit malzemelerin birleştirme yöntemlerinde bor katkısı araştırılmıştır. Birleştirme yöntemi olarak yapıştırmalı birleştirme yöntemi seçilmiştir. Yapıştırmalı birleştirme yönteminde havacılık uygulamalarında da kullanılan cam elyaf ve karbon elyaf takviyeli epoksi matrisli termoset kompozit malzemeler ile hegzagonal bor nitrür (hBN) kullanılmıştır. Kullanılan cam elyaf ve karbon elyaf takviyeli termoset kompozit malzemeler vakum infüzyon yöntemiyle üretilmiştir. Yapıştırmalı birleştirme yönteminde yapıştırıcıya % 0, 1, 2 ve 3 hBN katkısı yapılmıştır. Hegzagonal bor nitrür (hBN) katkılı yapıştırıcının cam elyaf ve karbon elyaf takviyeli termoset kompozit malzemelere olan etkisi incelenmiştir. Bu araştırma sonucunda termoset kompozit malzemelerin yapıştırmalı birleştirmesinde yapıştırıcıya katılan hBN katkısının % 2 oranında olduğu durumda en iyi tek bindirmeli çekme gerilmesine sahip olduğu anlaşılmıştır. Bu araştırma sonucunda termoset kompozit malzemelerin yapıştırmalı birleştirmesinde yapıştırıcıya katılan hBN katkısının % 2 oranında olduğu durumda en iyi tek bindirmeli çekme gerilmesine sahip olduğu anlaşılmıştır. hBN katkısının, karbon elyaf takviyeli numunelerde, cam elyaf takviyeli numunelere göre daha çok etki gösterdiği anlaşılmıştır.

Kemaloğlu [23] tez çalışmasında, ekstrüzyon ve sıcak presleme gibi termoplastik isleme teknikleri ile hekzagonal bor nitrür (hBN) takviyeli termoplastik elastomer polimer kompozitlerden termal arayüzey malzemeleri (TAM)' ın gelistirilmesidir. Çalısmada farklı tane boyutu ve yapısında 5 farklı hBN kullanılmıstır. Matris olarak stiren-etilen-bütilen-stiren blok kopolimeri (SEBS) ile etilen-ko-vinil asetat kopolimerinin (EVA) farklı oranlarda karışımları kullanılmıstır. Hazırlanan kompozit malzemelerin morfolojik, termal, mekanik ve elektriksel özelikleri hBN yükleme oranı, hBN türü ve SEBS/EVA oranının fonksiyonu olarak incelenmistir. Bulgular, yüksek termal iletkenlikte hBN'nin tane boyutu ve tane yapısının kritik öneme sahip olduğunu göstermistir. Ayrıca matris ile hBN arasındaki etkilesim de hem mekanik özellikler hem de termal iletkenlik açısından etkili olduğu bulunmustur. Çalısmanın ikinci kısmında, hBN' nin polimer matriste dağılımını iyilestirmek ve ara yüzeydeki etkileşimi arttırmak amacıyla ilk kısımda en yüksek termal iletkenliğin elde edildiği hBN türü iki farklı silan bağlayıcı ile muamele edilmistir. Bulgular, silan bağlayıcı modifikasyonunun kompozitlerin termal iletkenliğini gelistirdiğini göstermistir.

3. YÖNTEM

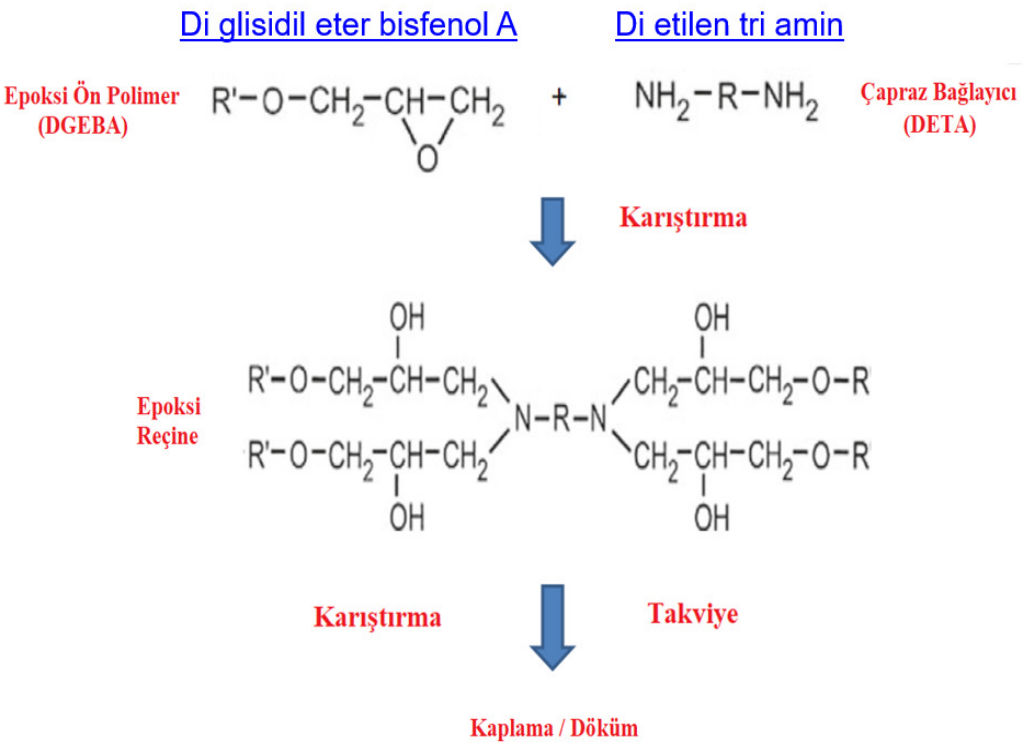
Tablo 3.1'de tez kapsamında üretilen polimer matrisli kompozit numunelerin içerikleri görülmektedir. Tez kapsamında termoset ve termoplastk olmak üzere iki grup kompozit üretilmiştir. Ayrıca termolastik kompozitler doğal (PLA) ve sentetik (PEEK) olmak üzere iki farklı grup olacak şekilde üretilmiştir.

Tablo 3.1: Polimer matrisli kompozit numuneler.

Termoset	**Termoplastik**	
Epoksi Matris	**PEEK Matris**	**PLA Matris**
Epoksi-10Al	PEEK-10Al	PLA-10Al
Epoksi-10Al2O3	PEEK-10Al2O3	PLA-10Al2O3
Epoksi-10Mg	PEEK-10Ti	PLA-10Mg
Epoksi-0.5CNT	PEEK-0.5CNT	PLA-0.5CNT
Epoksi-1.0CNT	PEEK-1.0CNT	PLA-1.0CNT
Epoksi-1.5CNT	PEEK-1.5CNT	PLA-1.5CNT
Epoksi-2.0CNT	PEEK-2.0CNT	PLA-2.0CNT
Epoksi-3.0CNT	PEEK-3.0CNT	PLA-3.0CNT
Epoksi-5.0CNT	PEEK-5.0CNT	PLA-5.0CNT
Epoksi-0.5Grafen		
Epoksi-1.0Grafen		
Epoksi-1.5Grafen		
Epoksi-2.0Grafen		
Epoksi-3.0Grafen		
Epoksi-5.0Grafen		
Epoksi-0.5SiC		
Epoksi-1.0SiC		
Epoksi-1.5SiC		
Epoksi-0.5BaTiO3		
Epoksi-1.0BaTiO3		
Epoksi-1.5BaTiO3		
Epoksi-0.5ZrO2		
Epoksi-1.0ZrO2		
Epoksi-1.5 ZrO2		

3.1 TERMOSET MATRİSLİ KOMPOZİT ÜRETİMİ

Tez kapsamında, termoset esaslı epoksi matrisli kompozitlerin üretiminde, öncelikle ağırlıkça % 65 sıvı epoksi ön polimer diglisidil-eter-bisfenol-A (DGEBA) ve ağırlıkça % 35 çapraz bağlayıcı (kürleme ajanı) sıvı epoksi sertleştirici malzeme dietilentriamin (DETA) karıştırılmıştır. Karışım homojen oluncaya kadar ve viskozitesi artmaya başlayana kadar karıştırılmıştır. Epoksit gruplarının reaksiyonları (çapraz bağlanma reaksiyonları) sonucu viskozitede artış yaşanmaya başladığında planlanan takviye malzemeleri (parçacık veya fiber) sıvı içerisine ilave edilmiş mekanik/fiziksel karıştırma işlemi sürdürülmüştür. Son olarak elde edilen viskoz epoksi matrisli kompozit malzeme uygun kalıp içerisine dökülmüştür. Ardından porozite ve gaz boşluklarının giderilmesi amacıyla şefaf film yardımı ile basınç uygulayarak epoksi matrisli polimer kompozit içerisindeki gaz boşlukları ve porozite giderilmiştir.

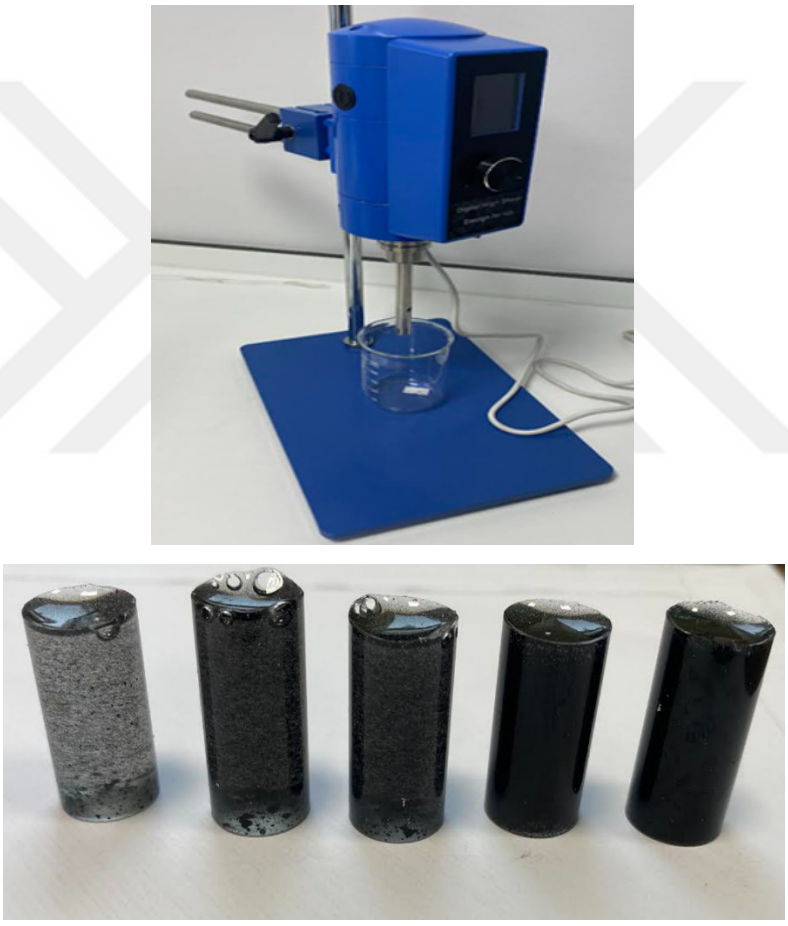


Şekil 3.1. Epoksi sentezi

Aşama 1: epoksi reçine matrisli polimer kompozit üretiminde, ağırlıkça % 65 epoksi ön polimer (DGEBA) ve ağırlıkça % 35 çapraz bağlayıcı ajan (DETA) mekanik/fiziksel olarak karıştırılmıştır.

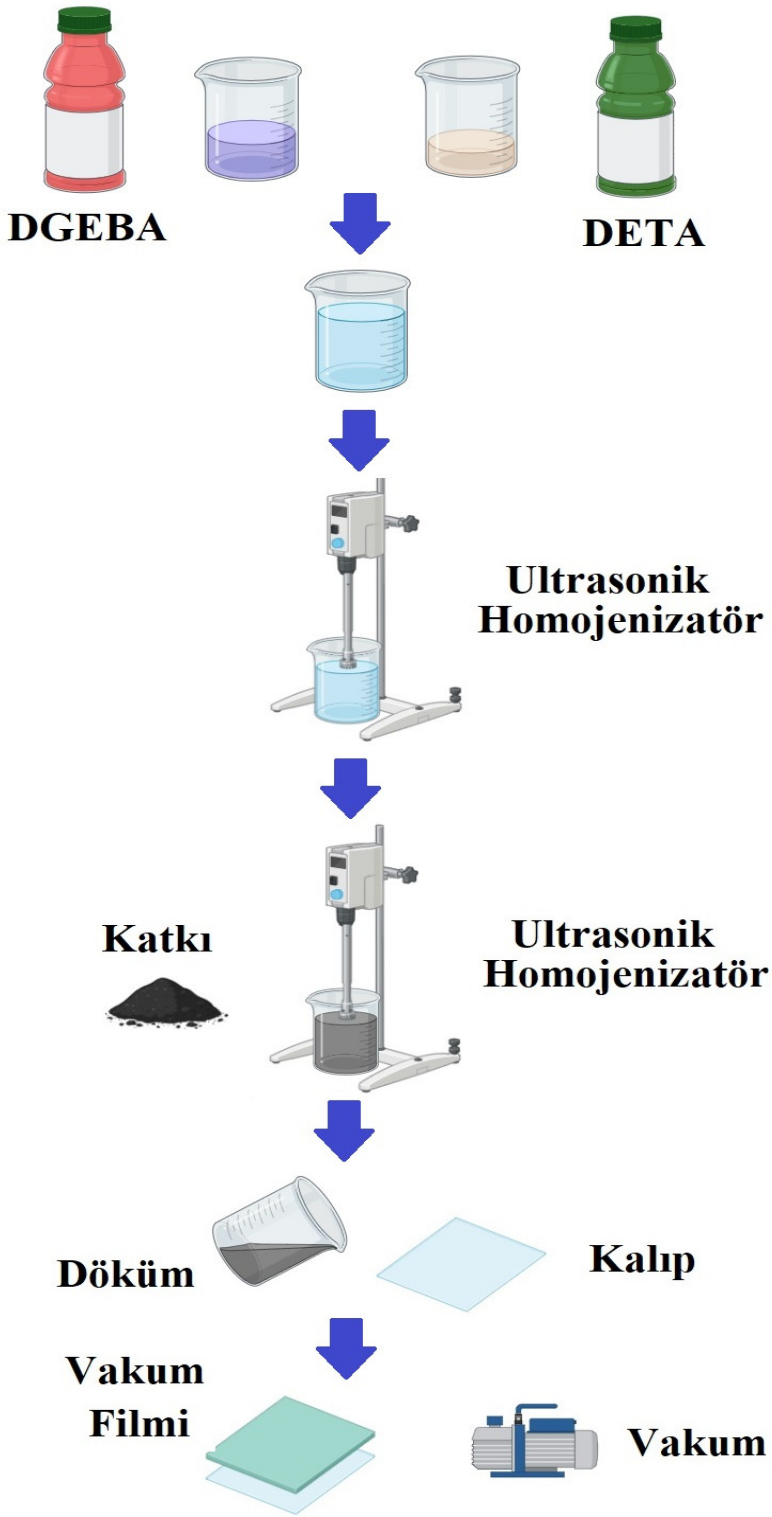
Aşama 2: Vizkozitede artış yaşanmaya bağladığında, takviyeler ilave edilmiş ve mekanik/fiziksel olarak karıştırılmıştır.

Aşama 3: Homojen karışım kalıp içerisine dökülmüştür.



Şekil 3.2. a) Ultrasonik homojenizatör ve b) farklı oranlarda CNT içeren epoksi kompozitler

Şekil 3.3'de epoksi matrisli kompozit üretimi aşamaları şematik olarak görülmektedir.



Şekil 3.3. Epoksi matrisli kompozit üretimi

3.2 TERMOPLASTİK MATRİSLİ KOMPOZİT ÜRETİMİ

Polilaktikasit (PLA) Matrisli Kompozitler

Şekil 3.4'de polilaktikasit (PLA) matrisli kompozit üretimi aşamaları şematik olarak görülmektedir.



Şekil 3.4: a) PLA matrisli kompozit üretimi ve b) numune fotoğrafı

Polietereterketon (PEEK) Matrisli Kompozitler

Şekil 3.5'de a) PEEK matrisli kompozit üretimi aşamaları ve b) sinterlenmiş PEEK matrisli kompozit numuneler görülmektedir.



Şekil 3.5: a) PEEK matrisli kompozit üretimi ve b) numuneler

3.3 KARAKTERİZASYON

Tez kapsamında üretilen numunelerin mikroyapıları optik mikroskop (Olympus) ve taramalı electron mikroskobu (SEM) yardımı ile incelenmiştir.

Numunelerin yoğunlukları geometrik yöntem ile belirlenmiştir.

Numunelerin mekanik özellikleri (elastisite modülü) tahribatlı basma testi (Devotrans, Türkiye) ve tahribatsız ultrasonik test (General Electric, USM Go) ile incelenmiştir.

Alaşımların sertlikleri mikro Vickers sertlik yöntemiyle belirlenmiştir (Zwick Roell).



Şekil 3.6: Mekanik testler a) Sertlik, b) çekme cihazları

Dinamik Mekanik Analiz (DMA)

Kompozit numunelerin mekanik özelliklerinin incelenmesinde dinamik mekanik analiz kullanılmıştır. Dinamik mekanik analiz (DMA) polimerlerin viskoelastik davranışlarını sıcaklığın, frekansın, zamanın fonksiyonu olarak tespit eder. Dinamik mekanik analiz polimerlerin elastiklik modüllerini, sönümleme davranışlarını, sünme ve gevşeme özelliklerini tespit etmek amacıyla yapılır. Dinamik mekanik analiz (DMA), camsı geçiş sıcaklığı (Tg), faz dönüşümleri, katkıların özelliklere etkilerini incelemede kullanılmaktadır.

Belirlenen parametreler

E*: Kompleks modül (maksimum gerilmenin maksimum genlemeye oranı)

E′ : Depolama modülü (faz farkı olmayan komponent)

E″ : Kayıp modülü (90° faz farkı olan komponent)

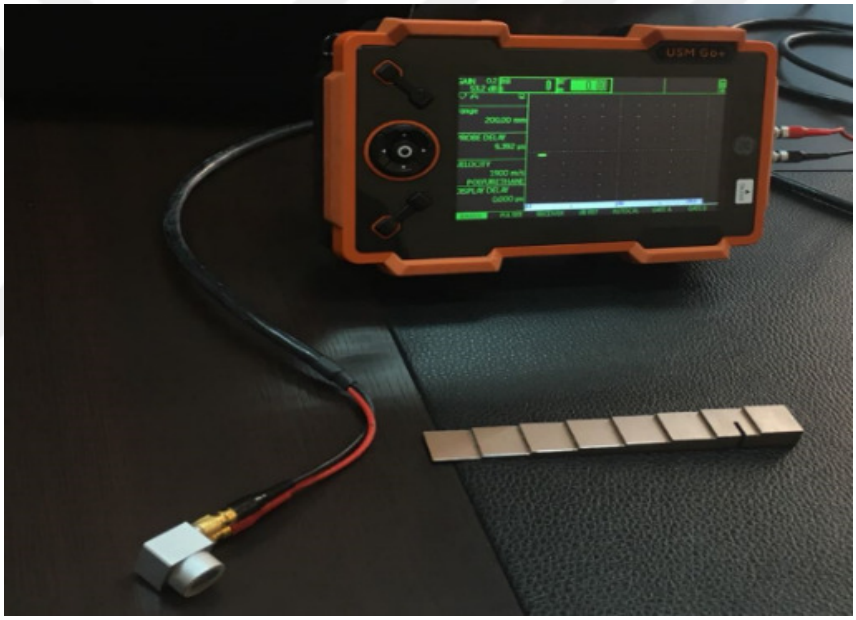
Tanjant delta (tan δ): mekanik kayıp faktörü

T_g (camsı geçiş): en büyük tan δ değerindeki sıcaklık

Ultrasonik Hız Ölçümü

Tez kapsamında üretilen numunelerin elastisite modüllerini (Young's modülü) belirlemek için her bir alaşımda tahribatsız muayene esaslı ultrasonik hız ölçümü yapılmıştır (General Electric, USM Go). Sinterlenmiş alaşımların elastisite modülü değerleri aşağıdaki eşitlik ile belirlenmiştir. Eşitlikte yer alan E elastisite modülünü, V_T ultrasonik boyuna hızı, V_L ultrasonik enine hızı, ρ yoğunluğu ifade etmektedir.

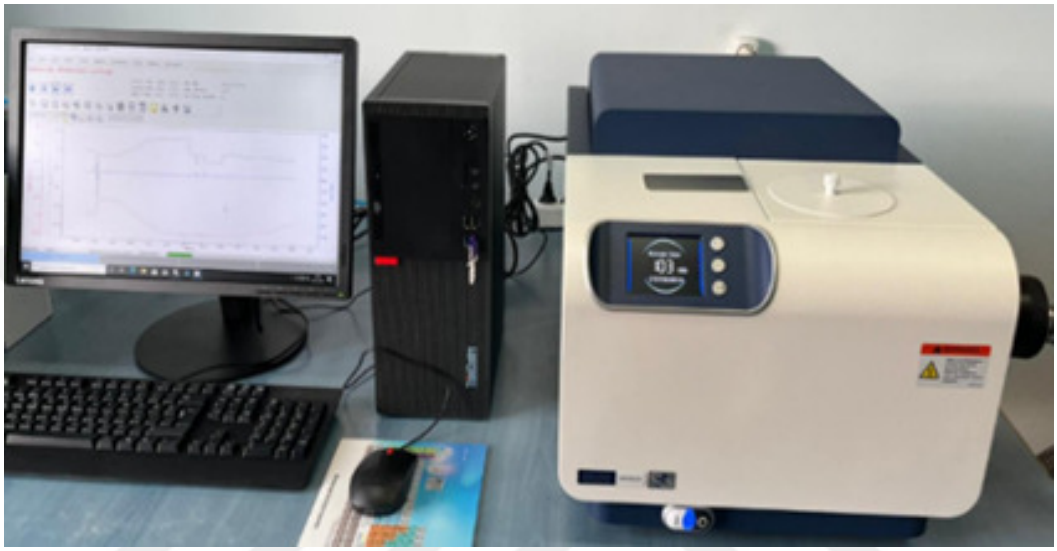
$$E = \rho V_T^{\,2} \frac{3V^2_L - 4V_T^{\,2}}{V_L^{\,2} - V_T^{\,2}}$$



Şekil 3.7: Ultrasonik muayene cihazı

DSC/TG Analizi

Tez kapsamında malzemelerin dönüşüm sıcaklıkları diferansiyel taramalı kalorimetre cihazı (DSC) ile belirlenmiştir ((Hitachi, Nexta DSC200). DSC cihazı, alaşım ısıtılırken alınan veya verilen enerji miktarını tespit eder. DSC cihazı, ısı akışı esaslı ölçüm yapar.



Şekil 3.8: Diferansiyel Taramalı Kalorimetre Cihazı

3.4 HESAPLAMALI MALZEME BİLİMİ

Hesaplamalı malzeme bilimi kapsamında ilk prensipler esaslı Cambridge sıralı toplam enerji paketi (CASTEP) hesaplamalı malzeme bilimi yazılımı ve Python yazılımı kullanılmıştır.

Malzemelerin fiziksel, mekanik, elektronik ve manyetik özellikleri incelenmiştir.

Teorik hesaplamalarda ilk prensipler (ab initio) esaslı yoğunluk fonsiyonel teorisi (DFT) yaklaşımı kullanılmıştır.

Pseudo-potansiyellerin hesaplanması Perdew-Burke-Ernzerhof (PBE) temelli "Genelleştirilmiş Gradyan Yaklaşımı (GGA)" kullanılarak yapılmıştır.

Elektron-iyon etkileşimleri için ultrasoft pseudo-potansiyeller kullanılmıştır.

Kullanılan kesilim enerjisi (cut-off) 500-600 eV değerindedir.

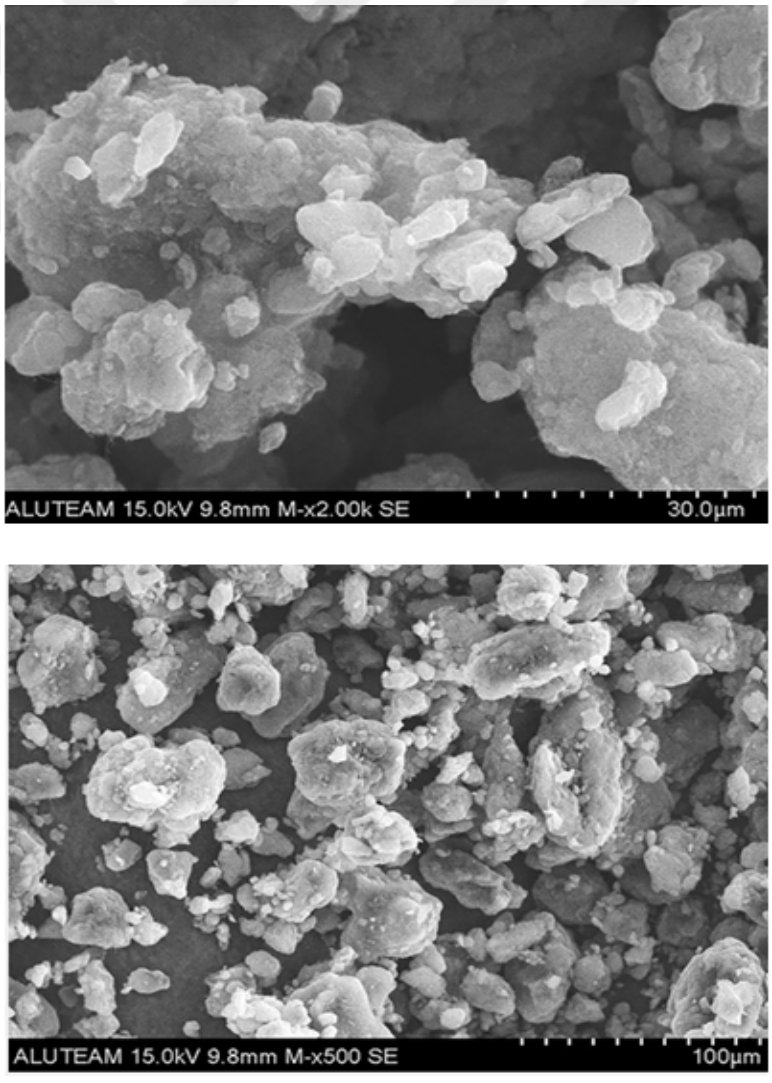
Kullanılan k-noktaları: 8x8x8, ve 12x12x12 değerindedir.

4 BULGULAR

4.1 MİKROYAPI

Hammaddeler

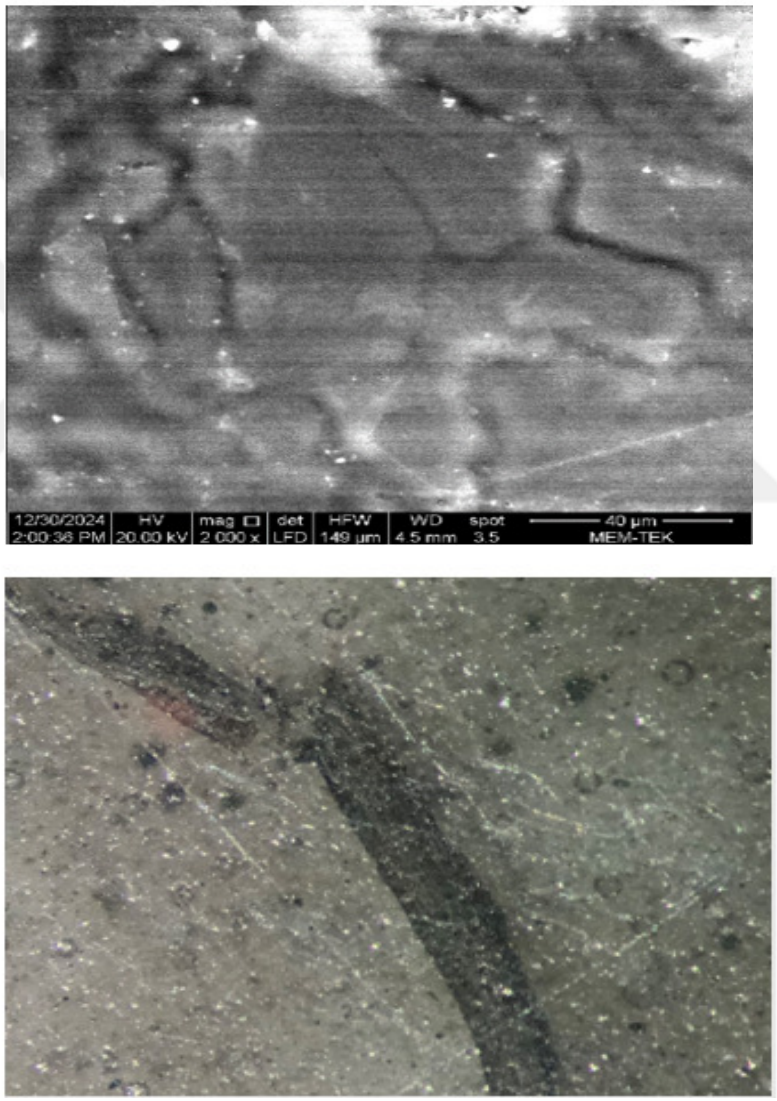
Şekil 4.1'de kompozit numune üretiminde takviye malzemesi olarak kullanılan karbon nanotüp (CNT) tozları görülmektedir. Genel olarak kullanılan karbon nanotüp (CNT) tozlarının homojen boyut dağılımına sahip oldukları söylenebilir.



Şekil 4.1 Karbon nano tüp SEM fotoğrafları

Epoksi Matrisli Kompozit Numuneler

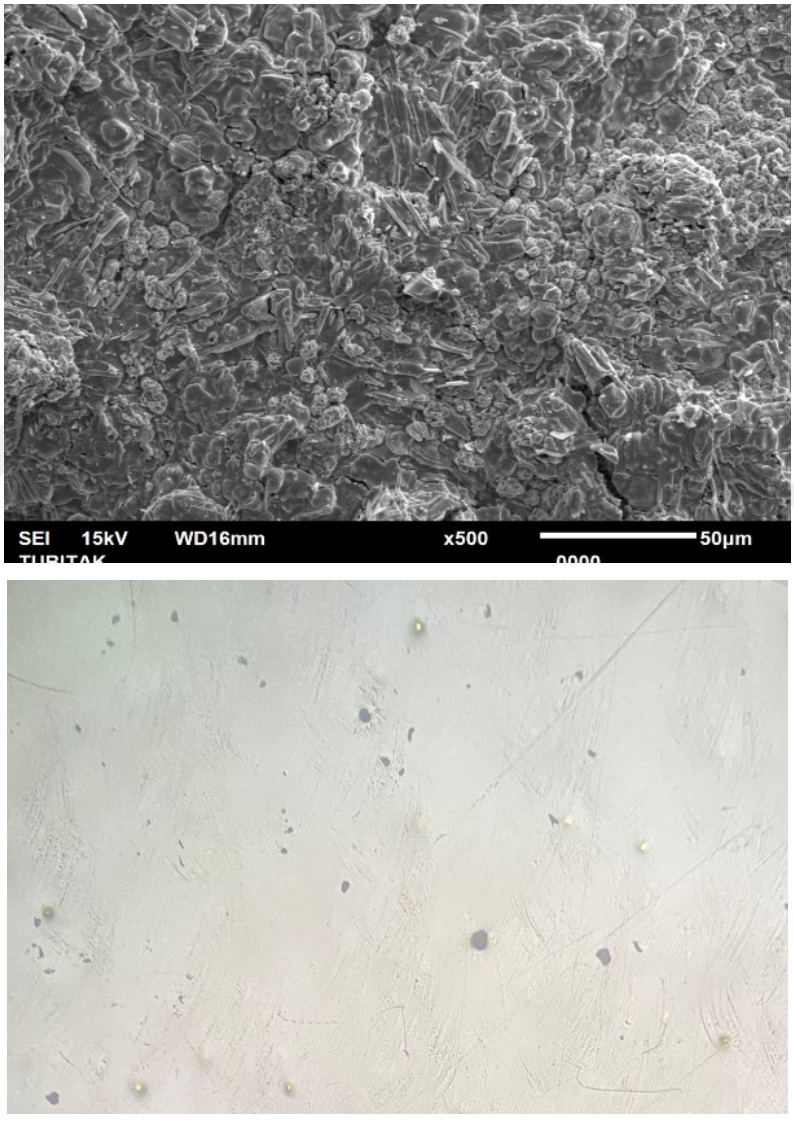
Şekil 4.2'de karbon nanotüp (CNT) tozu takviyeli epoksi matrisli kompozit malzemenin a) taramalı elektron mikroskobu (SEM) fotoğrafı ve b) optik mikroskop fotoğrafı görülmektedir. CNT tozlarının epoksi matris içerisinde homojen dağıldığı söylenebilir. Karbon nanotüp tozlarında aglomerasyonun önlenmesi için ultrasonik homojenizatörde hazırlanmış ve ardından epoksiye ilave edilmiştir.



Şekil 4.2: CNT katkılı epoksi matrisli kompozit a) SEM, b) optik mikroskop fotoğrafları

PEEK Matrisli Kompozit Numuneler

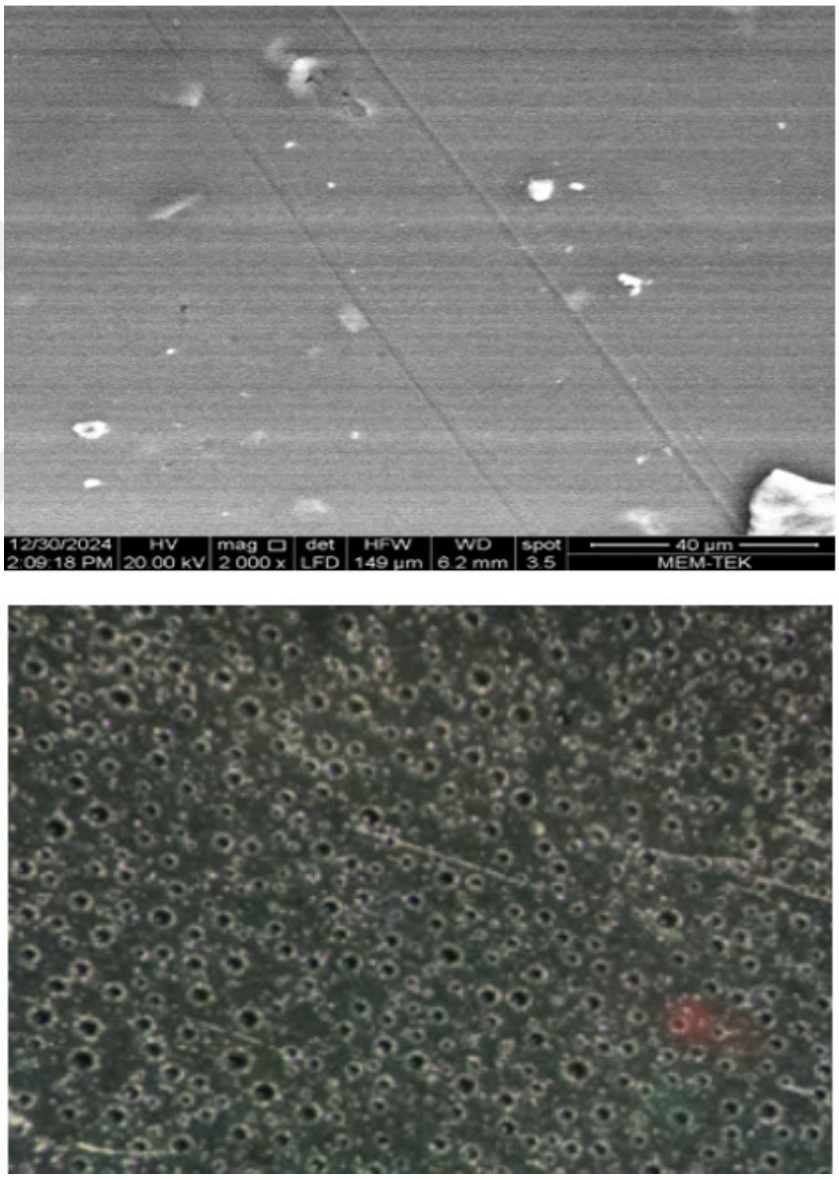
Şekil 4.3'de karbon nanotüp (CNT) tozu takviyeli PEEK matrisli kompozit malzemenin a) taramalı elektron mikroskobu (SEM) fotoğrafı ve b) optik mikroskop fotoğrafı görülmektedir. CNT tozlarının PEEK matris içerisinde homojen dağıldığı söylenebilir. Karbon nanotüp tozlarında aglomerasyonun önlenmesi için ultrasonik homojenizatörde hazırlanmış ve ardından PEEK içerisine ilave edilmiştir.



Şekil 4.3: CNT katkılı PEEK matrisli kompozit a) SEM, b) optik mikroskop fotoğrafları

PLA Matrisli Kompozit Numuneler

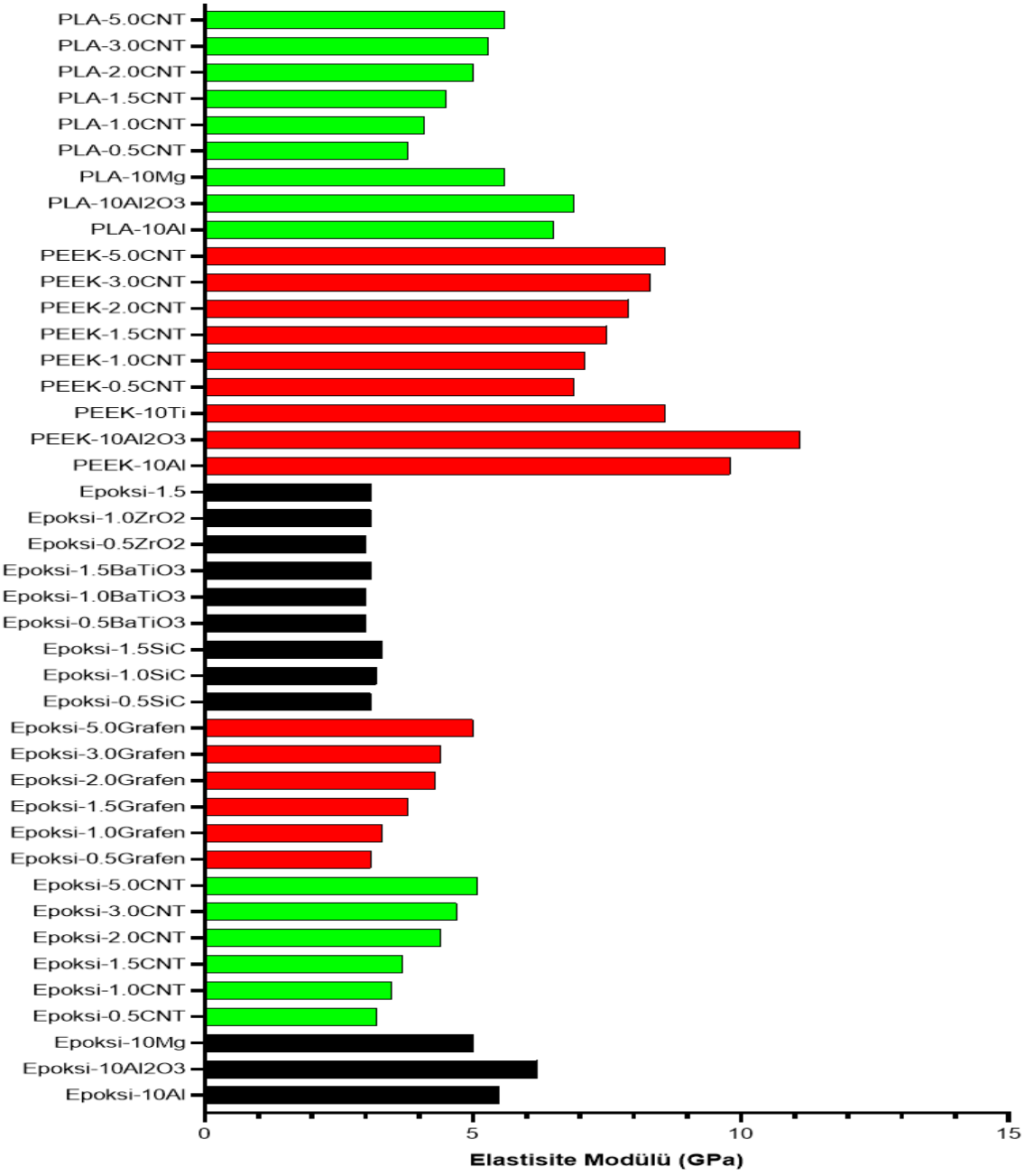
Şekil 4.4'de karbon nanotüp (CNT) tozu takviyeli PLA matrisli kompozit malzemenin a) taramalı elektron mikroskobu (SEM) fotoğrafı ve b) optik mikroskop fotoğrafı görülmektedir. CNT tozlarının PLA matris içerisinde homojen dağıldığı söylenebilir. Karbon nanotüp tozlarında aglomerasyonun önlenmesi için ultrasonik homojenizatörde hazırlanmış ve ardından PLA içerisine ilave edilmiştir.



Şekil 4.4: CNT katkılı PLA matrisli kompozit a) SEM, b) optik mikroskop fotoğrafları

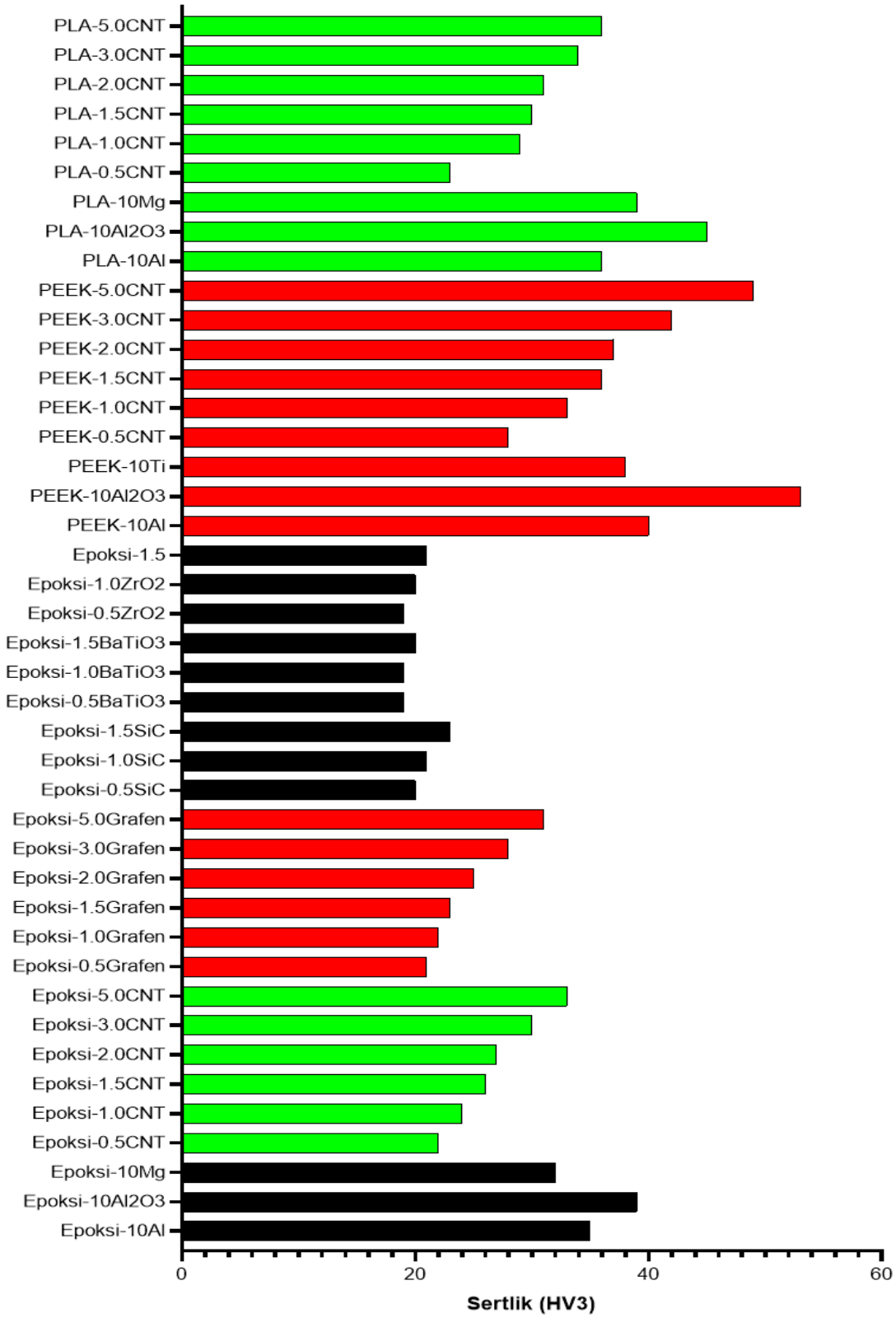
4.2 MEKANİK ÖZELLİKLER

Artan grafen ve CNT miktarı ile kompozitlerin elastisite modülü değerleri, sertlik değerleri ve darbe enerjisi absorblama değerleri artmıştır. Elastisite modülündeki ve sertlikteki artış CNT ve grafenin yüksek elastisite modülü ve sertlik değerlerine bağlanmıştır. Şekil 4.5'de polimer (PEEK, PLA, epoksi) matrisli kompozit malzemelerin elastisite modülü değerleri görülmektedir. En yüksek elastisite modülü PEEK matrisli kompozitlerde, daha sonra PLA matrisli kompozitlerde daha sonra epoksi matrisli kompozitlerde elde edilmiştir.



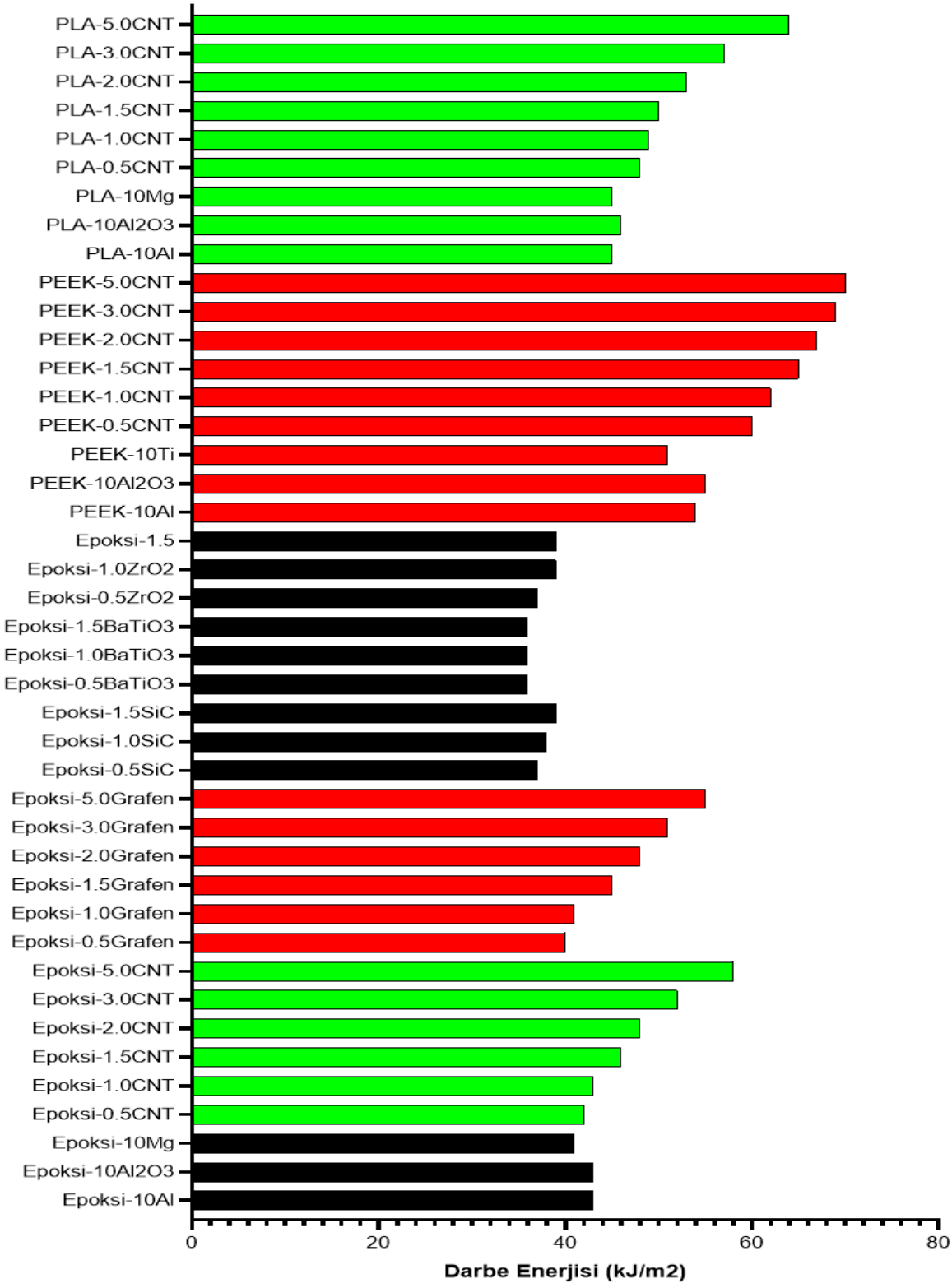
Şekil 4.5. Kompozit malzemelerin elastisite modülleri

Şekil 4.6'da PEEK, PLA, epoksi matrisli kompozit malzemelerin sertlik değerleri görülmektedir. En yüksek sertlik PEEK matrisli kompozitlerde, daha sonra PLA matrisli kompozitlerde daha sonra epoksi matrisli kompozitlerde elde edilmiştir.



Şekil 4.6. Kompozit malzemelerin sertlik değerleri

Şekil 4.7'de PEEK, PLA, epoksi matrisli kompozit malzemelerin darbe enerjisi değerleri görülmektedir. En yüksek darbe enerjisi değeri PEEK matrisli kompozitlerde, daha sonra PLA matrisli kompozitlerde daha sonra epoksi matrisli kompozitlerde elde edilmiştir.



Şekil 4.7. Kompozit malzemelerin darbe enerjisi absorblama kapasiteleri

Dinamik Mekanik Analiz (DMA) Sonuçları

Dinamik mekanik analiz polimer veya polimer matrisli kompozit malzemelerin viskoelastik özelliklerini zamana, sıcaklığa, frekansa veya bunların kombinasyonuna bağlı olarak belirlenmesinde kullanılan bir karakterizasyon yöntemidir.

Tez kapsamında çeşitli katkıların polimer matrisli kompozit numunelerin depolama modülü (storage modulus, E^I) ve kayıp modülü (loss modulus, E^{II}) değerlerine etkileri incelenmiştir. Ayrıca, katkıların polimer matrisli kompozit numunelerin camsı geçiş sıcaklığı ve tan delta (faz farkı) değerlerine etkileri araştırılmıştır.

Genel olarak, depolama modülü (E^I) elastik gerilmenin elastik genlemeye oranı olarak tanımlanabilir. Depolama modülü bir malzemenin rijitliğinin ölçüsüdür. Depolama modülü polimerlerin elastik karakterlerinin ölçüsüdür.

Kayıp modülü (E^{II}) malzeme içerisinde genellikle sürtünme yoluyla kaybedilen (harcanan) enerjiyi temsil etmektedir. Kayıp modülü polimerlerin viskoz karakterlerinin ölçüsüdür.

Faz farkı (tan delta), kayıp modülünün (E^{II}) depolama modülüne (E^I) oranıdır ve malzeme uyumunu ifade eder.

Faz farkının en yüksek değerde olduğu sıcaklık seviyesine polimer malzemenin camsı geçiş sıcaklığı denir. Camsı geçiş sıcaklığı (Tg), polimerin malzemelerin gevrek/kırılgan fazdan yumuşak/sünek faza geçiş yaptığı sıcaklıktır. Kırılgan olan amorf fazında yumuşak kauçuk karakterli faza dönüştüğü sıcaklıktır.

Tablo 4.1'de PEEK, PLA, epoksi matrisli kompozit malzemelerin depolama modülü, kayıp modülü ve Tg değerleri görülmektedir. En yüksek modül değerleri PEEK matrisli kompozitlerde, daha sonra PLA matrisli kompozitlerde daha sonra epoksi matrisli kompozitlerde elde edilmiştir.

Tablo 4.1. Kompozit malzemelerin DMA sonuçları

	Depolama Modülü, E^I (GPa)	Kayıp Modülü, E^{II} (MPa)	Tg (°C)
Epoksi-10Al	5.6	452	59
Epoksi-10Al2O3	6.1	488	68
Epoksi-10Mg	5.3	448	58
Epoksi-0.5CNT	2.1	233	40
Epoksi-1.0CNT	2.4	258	44
Epoksi-1.5CNT	3.0	350	46
Epoksi-2.0CNT	3.2	389	50
Epoksi-3.0CNT	5.6	450	60
Epoksi-5.0CNT	8.0	591	68
Epoksi-0.5Grafen	2.1	221	39
Epoksi-1.0Grafen	2.3	240	40
Epoksi-1.5Grafen	2.8	332	44
Epoksi-2.0Grafen	3.2	371	47
Epoksi-3.0Grafen	5.5	446	57
Epoksi-5.0Grafen	7.8	582	66
Epoksi-0.5SiC	1.9	204	40
Epoksi-1.0SiC	2.0	215	41
Epoksi-1.5SiC	2.2	220	42
Epoksi-0.5BaTiO3	1.8	200	39
Epoksi-1.0BaTiO3	1.9	202	40
Epoksi-1.5BaTiO3	1.9	205	40
Epoksi-0.5ZrO2	1.8	202	41
Epoksi-1.0ZrO2	1.8	211	42
Epoksi-1.5 ZrO2	1.9	216	42
PEEK-10Al	7.4	545	157
PEEK-10Al2O3	8.1	600	162
PEEK-10Ti	7.6	560	154
PEEK-0.5CNT	7.0	510	144
PEEK-1.0CNT	7.1	512	145
PEEK-1.5CNT	7.3	540	150
PEEK-2.0CNT	8.0	590	152
PEEK-3.0CNT	8.3	601	153
PEEK-5.0CNT	9.0	628	159
PLA-10Al	4.5	480	71
PLA-10Al2O3	5.3	500	75
PLA-10Mg	4.1	461	69
PLA-0.5CNT	4.1	463	61
PLA-1.0CNT	4.1	465	62
PLA-1.5CNT	4.2	466	63
PLA-2.0CNT	4.3	470	65
PLA-3.0CNT	4.7	490	68
PLA-5.0CNT	5.3	507	70

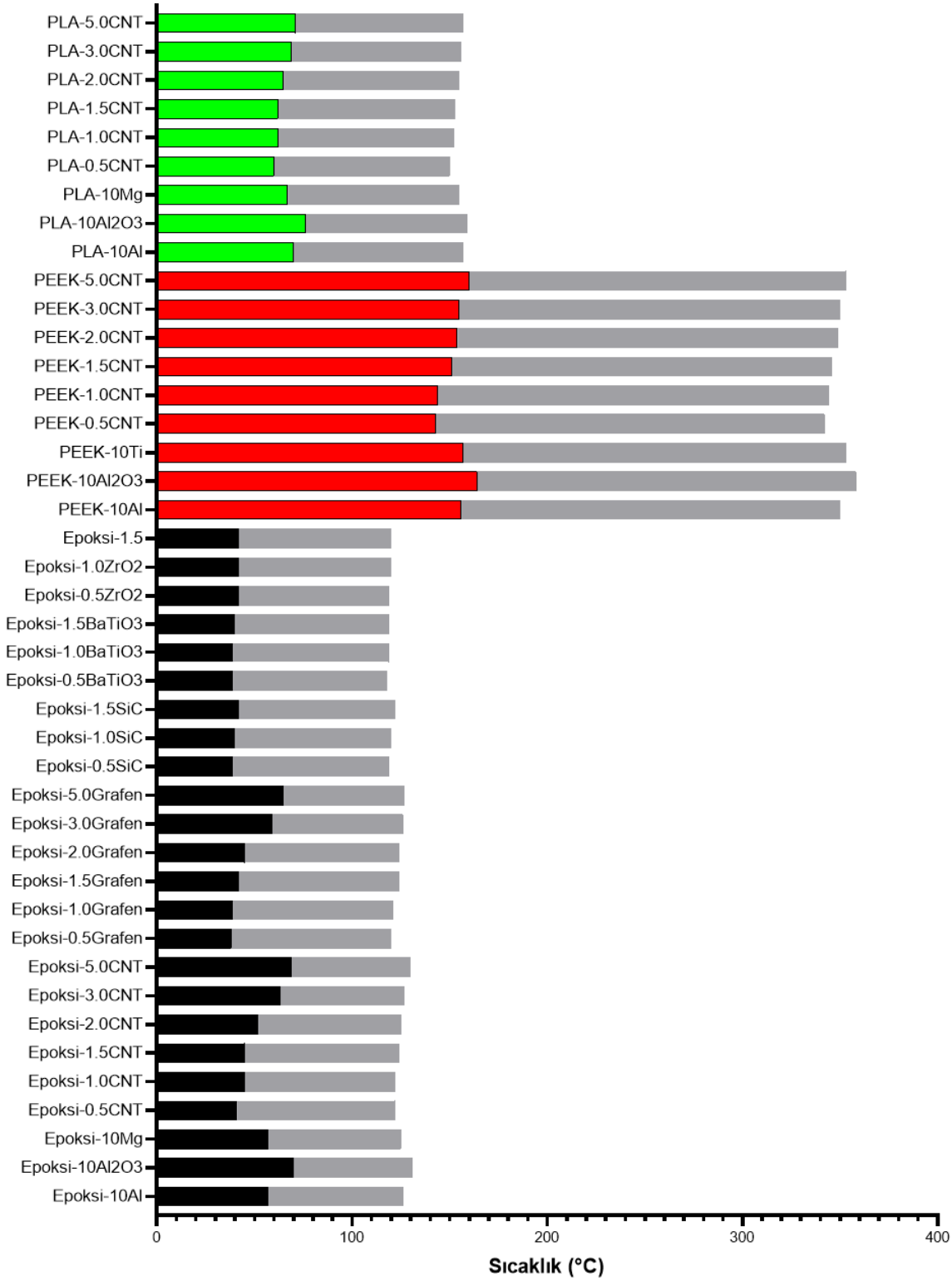
DSC Sonuçları

Şekil 4.8'de PEEK, PLA, epoksi matrisli kompozit malzemelerin DSC sonuçları (Tg ve Tm) görülmektedir. En yüksek Tg ve Tm eğerleri PEEK matrisli kompozitlerde, daha sonra PLA matrisli kompozitlerde daha sonra epoksi matrisli kompozitlerde elde edilmiştir

Karbon nanotüp (CNT), grafen, tozu katkısının camsı geçiş sıcaklığı (T_g) ve erime sıcaklığının (T_m) artmasına neden olduğu görülmektedir.

Artışın nedeninin karbon nanotüp (CNT), grafen, tozunun yüksek erime sıcaklığı olduğu düşünülmektedir.

Genel olarak tüm katkılar epoksinin T_g ve T_m sıcaklıklarının artmasına neden olmuştur.



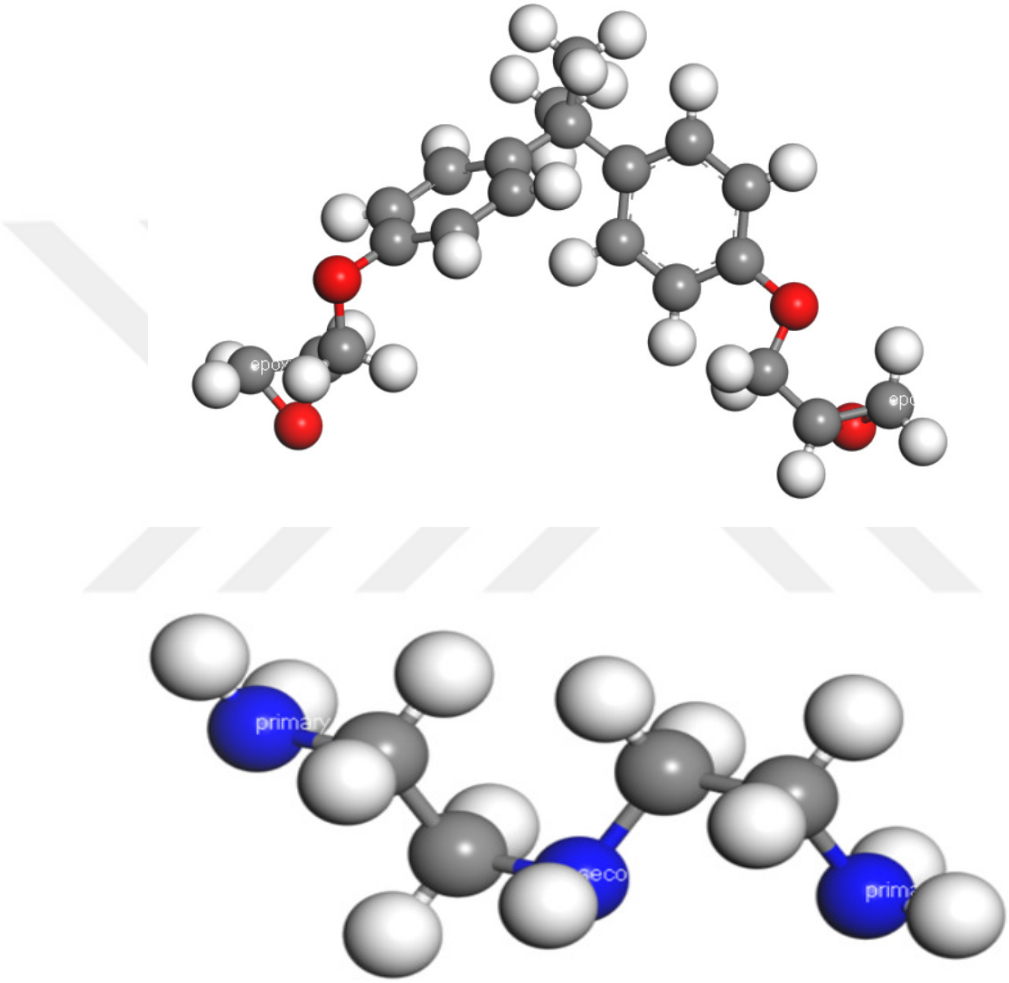
Şekil 4.8. Kompozit malzemelerin DSC sonuçları

4.3 HESAPLAMALI MALZEME BİLİMİ SONUÇLARI

CASTEP programında yoğunluk fonksiyon teorisi (DFT) kullanılarak; bir malzemenin fiziksel büyüklükleri hesaplanmaktadır. Bu yöntemde pseudo potansiyelleri kullanılmaktadır. Bu potansiyel sadece valans elektronlarında etkin olan bir potansiyeldir. Enerjinin koordinata göre birinci türevi sisteme etki eden kuvveti verir. Kuvvetler sıfır olduğunda sistemin denge durumunu elde edilir. Enerjinin birinci türevinden sistem geometrisi elde edilir (geometrik optimizasyonu). Atomların yer (pozisyon) tercihleri yoğunluk fonsiyonel teorisi (DFT) ile incelenmiştir. Pseudo-potansiyellerin hesaplanması Perdew-Burke-Ernzerhof (PBE) temelli "Genelleştirilmiş Gradyan Yaklaşımı (GGA)" kullanılarak yapılmıştır. Elektron-iyon etkileşimleri için ultrasoft pseudo-potansiyeller kullanılmıştır. Geometrik optimize k noktaları ve kesilim kinetik enerjisi kullanılmıştır.

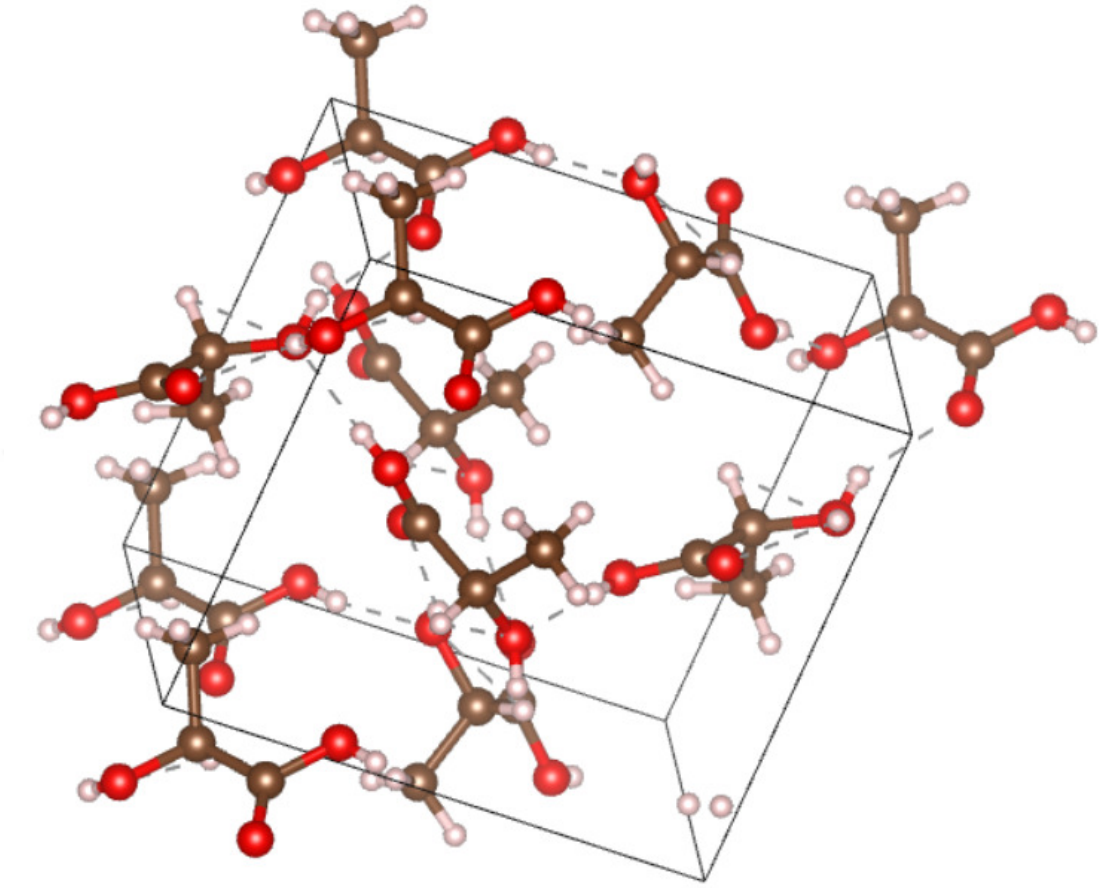
Epoksi

Şekil 4.9'da epoksi reçine hammaddelerinin yapıları ve durum yoğunlukları görülmektedir. a) diglisidil-eter bisfenol-A (DGEBA), b) dietilen-triamin (DETA). Öncelikle geometri optimizasyonu gerçekleştirilmiş ardından hesaplama ve analizler yapılmıştır.



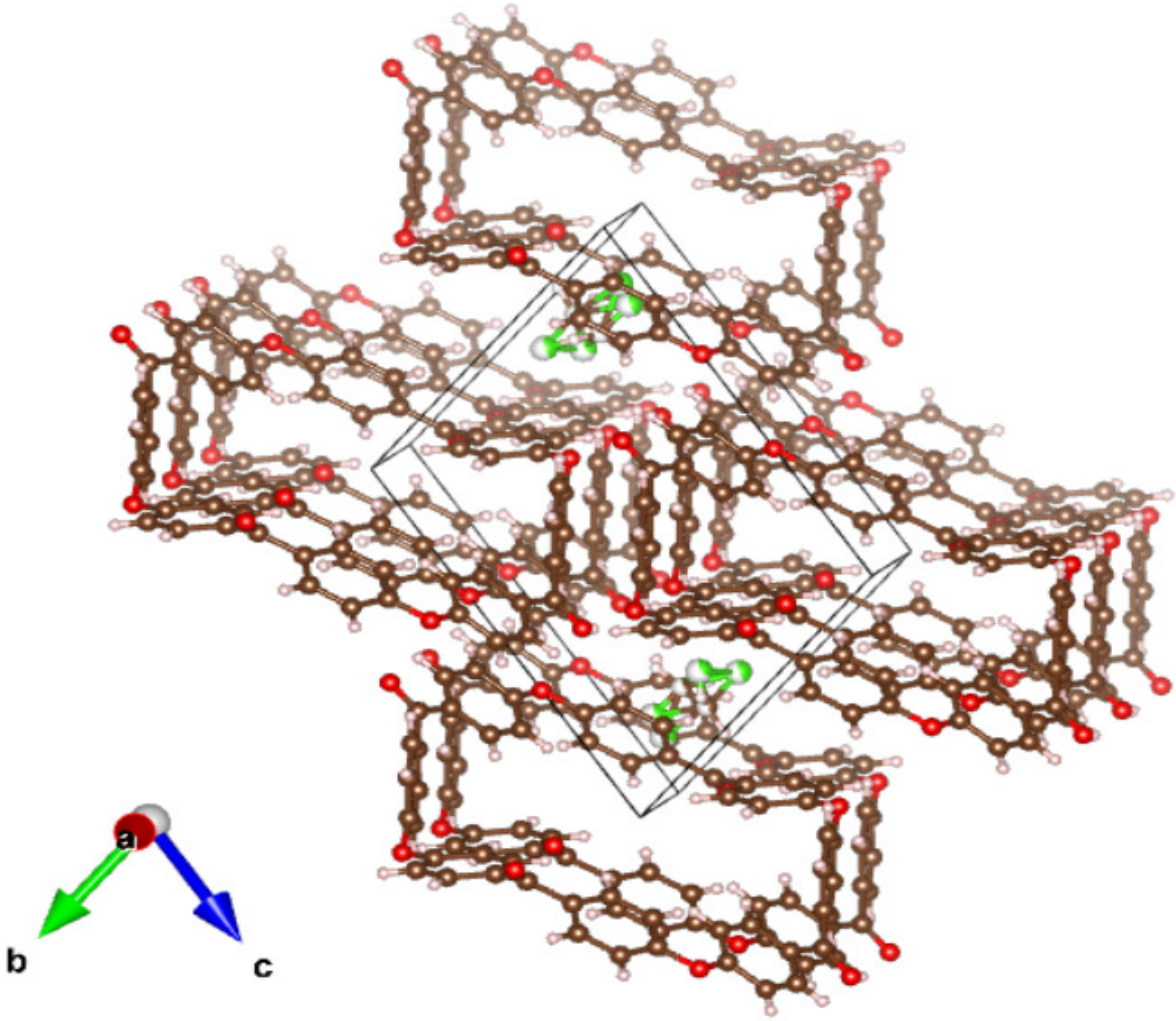
Şekil 4.9. Epoksi yapısı a) DGEBA, b) DETA

Şekil 4.10'da polilaktik asit (PLA) yapısı görülmektedir.



Şekil 4.10. Polilaktik asit (PLA) yapısı

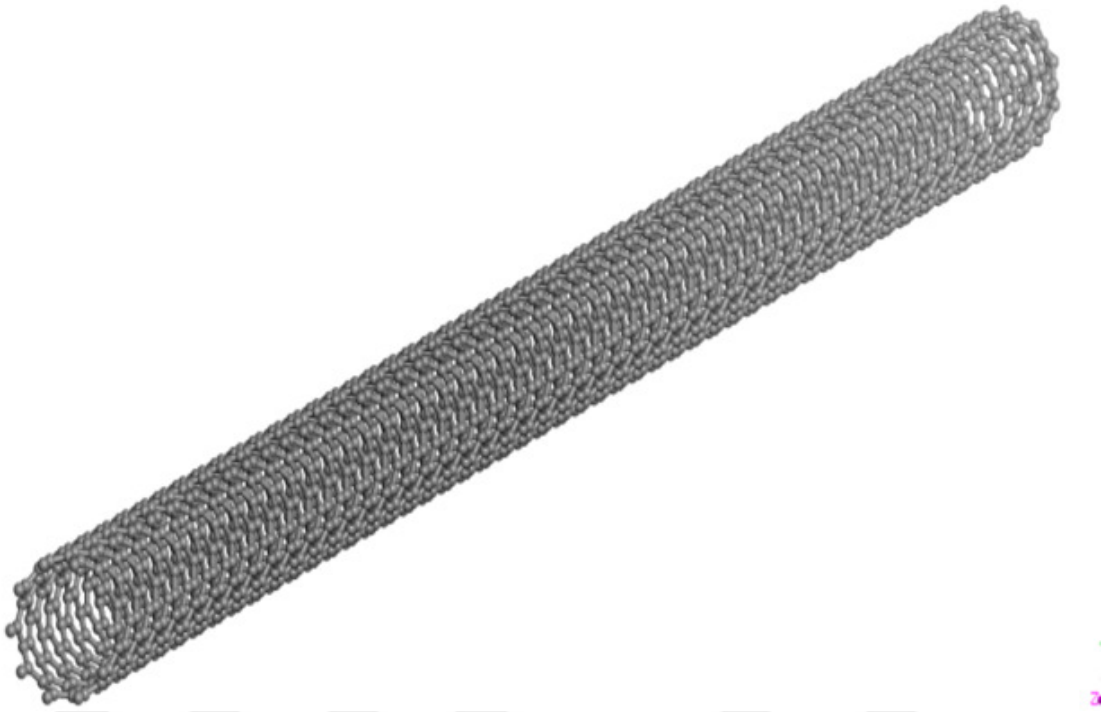
Şekil 4.11'de polietereterketon (PEEK) yapısı görülmektedir.



Şekil 4.11. Polietereterketon (PEEK) yapısı

Karbon Nanotüp (CNT)

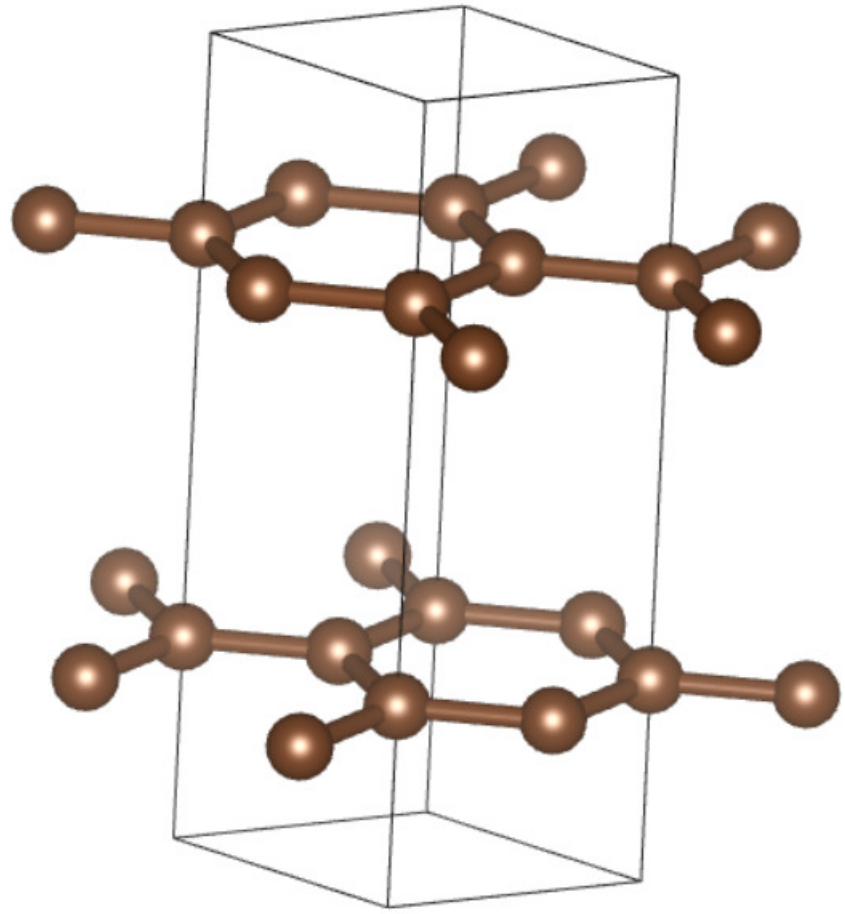
Şekil 4.12'de tek duvarlı karbon nanotüp (CNT) yapıları görülmektedir.



Şekil 4.12. Tek duvarlı karbon nanotüp yapıları

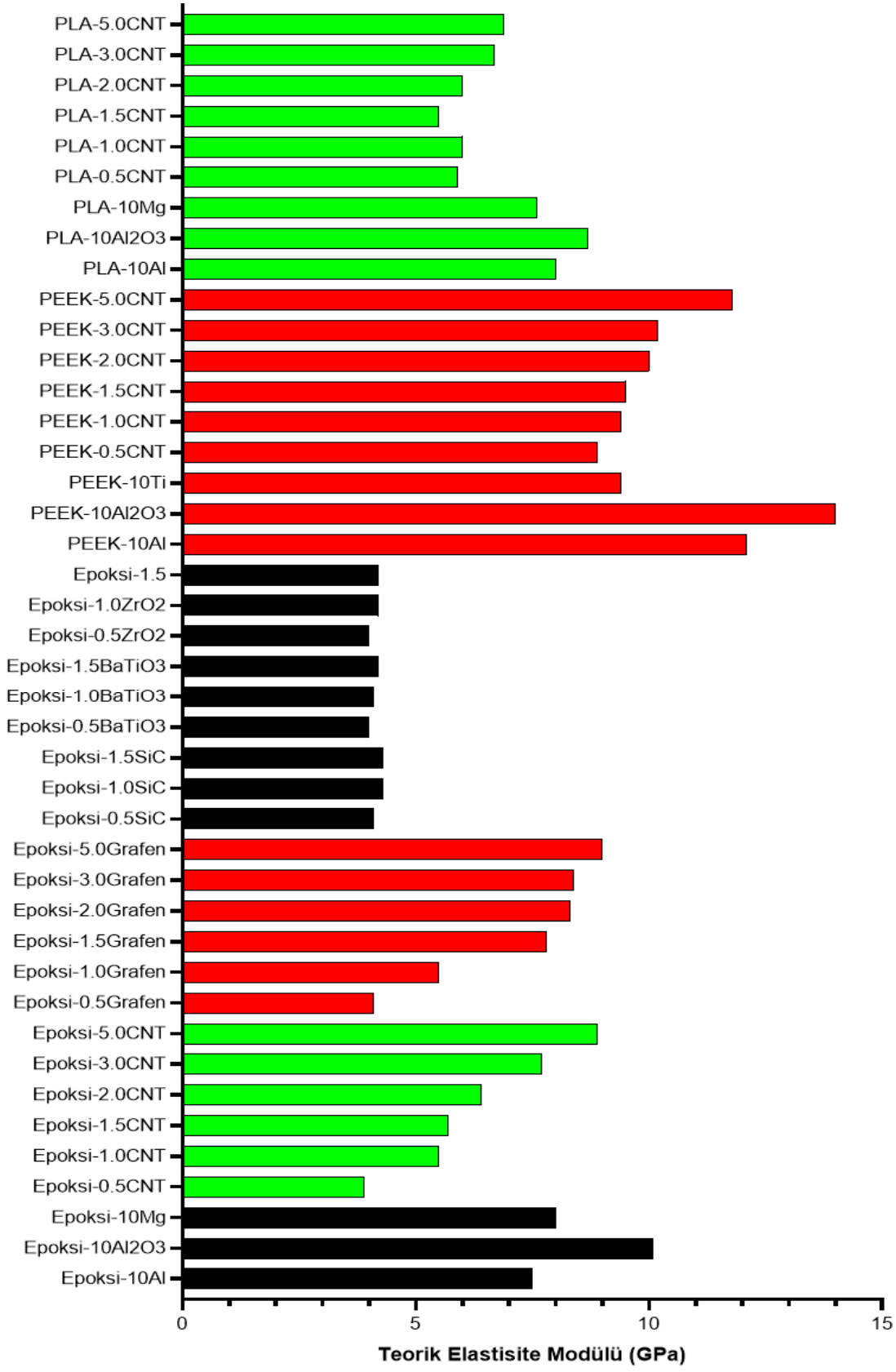
Grafen

Şekil 4.13'de grafen yapısı görülmektedir.



Şekil 4.13. Grafen yapısı

Şekil 4.14'de kompozitlerin hesaplanan elastisite modülleri değerleri görülmektedir.



Şekil 4.14. Kompozitlerin hesaplanan elastisite modülleri

5 TARTIŞMA

Bu tez çalışmasında, yüksek sıcaklık uygulamaları için parçacık takviyeli polimer matrisli kompozit malzemelerin üretimi ve karakterizasyonu gerçekleştirilmiştir. Geliştirilen polimer matrisli kompozit malzemelerin havacılık uygulamalarına yönelik olması amaçlanmıştır. Kompozit üretiminde matris malzemesi olarak termoset polimerler ve termoplastik polimerler kullanılmıştır. Termoset esaslı polimer olarak epoksi kullanılmıştır. Termoplastik esaslı polimer olarak polietereterketon (PEEK) kullanılmıştır. Ayrıca doğal polimer esaslı termoplastik polilaktikasit (PLA) kullanılmıştır. Parçacık takviye malzemesi olarak karbon nanotüp, grafen kullanılmıştır. Termoset polimer (epoksi) matrisli kompozit numuneler el yatırma (döküm) yöntemi kullanılarak üretilmiştir. Termoplastik polimer matrisli (PEEK, PLA) kompozitler toz presleme-sinterleme ve toz sıcak presleme yöntemleri ile üretilmiştir. Üretilen kompozit malzemelerin mikroyapısı ve mekanik özellikleri incelenmiştir. Malzemelerin mukavemeti, sertliği, elastisite modülü, enerji absorblama kapasitesi gibi mekanik özellikleri belirlenmiştir. Ayrıca numunelerin elastiklik özellikleri camsı geçiş sıcaklıkları dinamik mekanik analiz (DMA) testi ile incelenmiştir. Numunelerin sıcaklık dayanımları ve camsı geçiş sıcaklıkları diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) testi ile incelenmiştir. Numunelerin mekanik özellikleri ilk prensipler esaslı yoğunluk fonksiyonel teorisi (DFT) ile teorik olarak incelenmiştir. Teorik ve deneysel sonuçlar karşılaştırılmıştır.

SEM fotoğraflarına göre, CNT tozlarının epoksi, PLA ve PEEK matris içerisinde homojen dağıldığı söylenebilir. Karbon nanotüp tozlarında aglomerasyonun önlenmesi için ultrasonik homojenizatörde hazırlanmış ve ardından epoksiye ilave edilmiştir.

Kompozit malzemelerin elastisite modülü değerleri ultrasonik cihaz ile ultrasonik hız yardımı ile belirlenmiştir. En yüksek elastisite modülü PEEK matrisli kompozitlerde, daha sonra PLA matrisli kompozitlerde daha sonra epoksi matrisli kompozitlerde elde edilmiştir.

Kompozit malzemelerin sertlik değerleri Vickers sertlik cihazı ile incelenmiştir. En yüksek sertlik PEEK matrisli kompozitlerde, daha sonra PLA matrisli kompozitlerde daha sonra epoksi matrisli kompozitlerde elde edilmiştir.

Kompozit malzemelerin darbe enerjisi düşen ağırlık yöntemi ile incelenmiştir. En yüksek darbe enerjisi değeri PEEK matrisli kompozitlerde, daha sonra PLA matrisli kompozitlerde daha sonra epoksi matrisli kompozitlerde elde edilmiştir.

Mekanik test sonuçlarına göre, artan grafen ve CNT miktarı ile kompozitlerin elastisite modülü değerleri, sertlik değerleri ve darbe enerjisi absorblama değerleri artmıştır. Elastisite modülündeki ve sertlikteki artış CNT ve grafenin yüksek elastisite modülü ve sertlik değerlerine bağlanmıştır. CNT ve grafen katkısı sonucu numunelerde darbe enerjisinde artış gerçekleşmiştir.

DSC testleri ile Tg ve Tm değerleri belirlenmiştir. En yüksek Tg ve Tm eğerleri PEEK matrisli kompozitlerde, daha sonra PLA matrisli kompozitlerde daha sonra epoksi matrisli kompozitlerde elde edilmiştir. DSC sonuçlarına göre, karbon nanotüp (CNT), grafen, tozu katkısının camsı geçiş sıcaklığı (T_g) ve erime sıcaklığının (T_m) artmasına neden olduğu görülmektedir. Artışın nedeninin karbon nanotüp (CNT), grafen, tozunun yüksek erime sıcaklığı olduğu düşünülmektedir. Genel olarak tüm katkılar epoksinin T_g ve T_m sıcaklıklarının artmasına neden olmuştur.

DMA testi ile kompozit malzemelerin depolama modülü, kayıp modülü ve Tg değerleri belirlenmiştir. En yüksek modül değerleri PEEK matrisli kompozitlerde, daha sonra PLA matrisli kompozitlerde daha sonra epoksi matrisli kompozitlerde elde edilmiştir. Dokur [11] tez çalışmasında, karbon fiber esaslı polimerik matrisli kompozitlerin yüksek sıcaklık altında ısıl davranışları ve mekanik özellikleri incelenmiştir. Takviye elemanı olarak karbon fiber, polimerik matris olarak da fenolik reçine kullanılmıştır. Görür [18], Yüksek Lisans tezinde, nanokompozit üretimi için, polilaktik asit (PLA) matriksinin içinde katkı olarak h-BN nanolevhaları kullanmıştır. 3B baskıya uygun h-BN nanolevhaları/PLA nanokompozit filamentler hazırlanmış ve elektronik cihazların termal yönetimi için ısı dağıtan cihazların 3B baskısında kullanılmıştır. Toraman [21] tez çalışmasında karbon nanotüplerin ve poli eter eter keton (PEEK) polimerinin mekanik özelliklerine, CNT/PEEK arayüzüne etkileri, yoğunluk fonksiyoneli teorisi (DFT) kullanarak incelemiştir. PEEK polimeri 3.6 GPa seviyelerinde yüksek elastisite modülüne ve 370 ◦C gibi yüksek erime sıcaklığına sahip olduğu ifade edilmiştir. (CNT ilavesi ile takviye edildiğinde 390 ◦C seviyelerine artmaktadır.

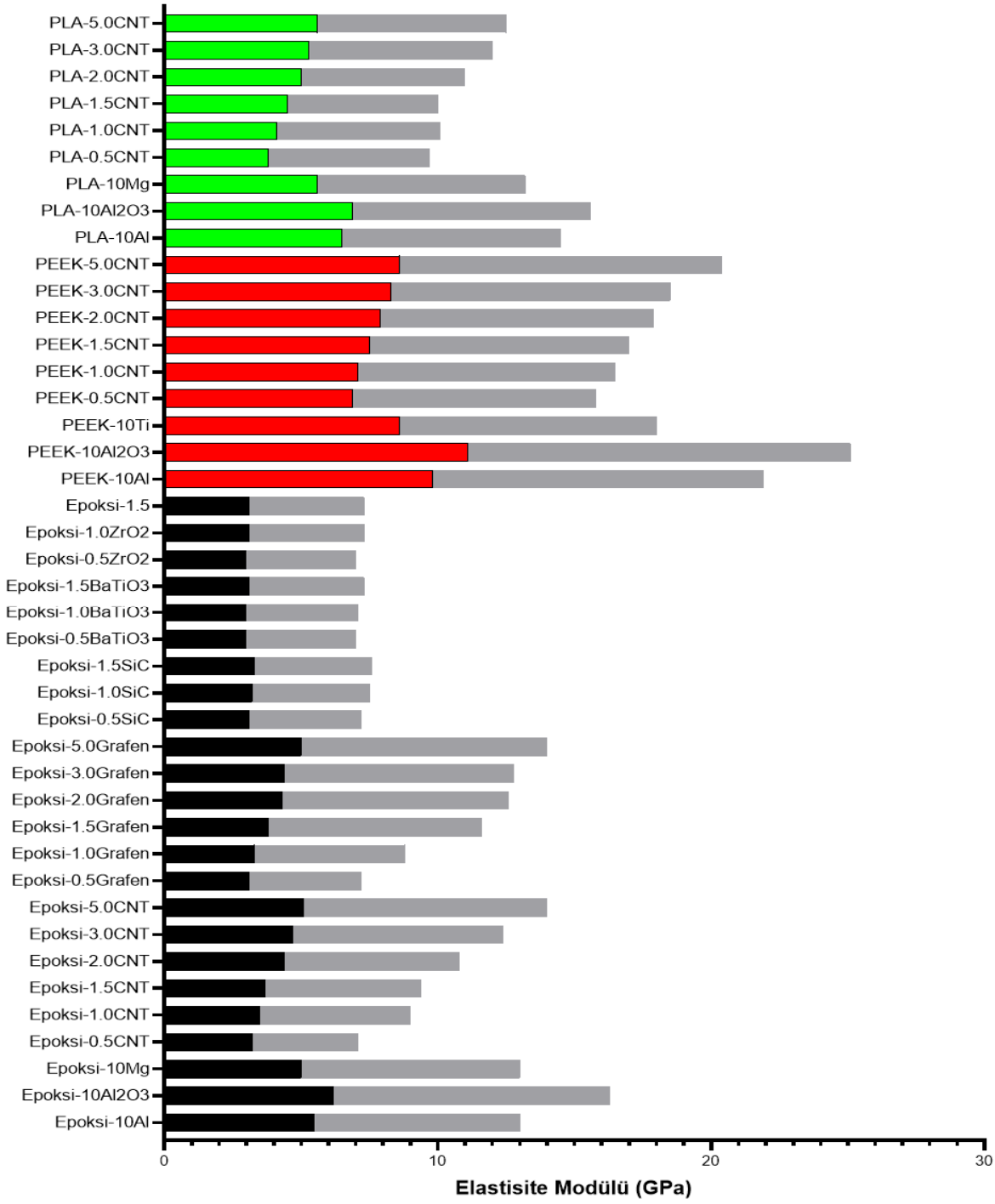
Tablo 5.1'de epoksi matrise yapılan çeşitli katkı maddelerinin etkilerinin karşılaştırılması görülmektedir.

- Karbon nanotüp (CNT) ve grafen ilavesi yüksek sıcaklık dayanımını ve mekanik özellikleri önemli oranda arttırmaktadır.
- Grafen korozyon dayanımı ve mekanik özellikler geliştirmekte, aynı zamanda radar absorblama özelliklerini arttırmaktadır. Dezavantajı maaliyetinin yüksek olmasıdır.
- Al_2O_3 ilavesi yüksek sıcaklık dayanımını orta düzeyde artırmaktadır. Sertlik değerini artırmakta fakat darbe enerjisi absorblama miktarını azaltmakta ve malzemeyi gevrekleştirmektedir.
- SiC ilavesi yüksek sıcaklık dayanımını orta düzeyde artırmaktadır. Sertlik değerini artırmakta fakat darbe enerjisi absorblama miktarını azaltmakta ve malzemeyi gevrekleştirmektedir.
- ZrO_2 ilavesi yüksek sıcaklık dayanımını az da olsa artırmaktadır. Sertlik değerini artırmakta fakat darbe enerjisi absorblama miktarını azaltmakta ve malzemeyi gevrekleştirmektedir.
- $BaTiO_3$ ilavesi yüksek sıcaklık dayanımını az da olsa artırmaktadır. Sertlik değerini az da olsa artırmakta fakat darbe enerjisi absorblama miktarını azaltmakta ve malzemeyi gevrekleştirmektedir.

Tablo 5.1. Katkı maddelerinin etkilerinin karşılaştırılması

	T_m	T_g	Elastisite Modülü	Darbe Direnci	Sertlik	Maliyet
CNT	++++	+++	++++	++	++++	----
Grafen	++++	+++	++++	++	++++	----
Al	+	+	+	-	+	++++
Al_2O_3	+++	+++	+++	-	++++	++++
SiC	++	++	++	-	+++	+
$BaTiO_3$	+	+	+	-	+	+
ZrO_2	+	+	+	-	+++	+

Şekil 5.1'de deneysel ve teorik elastisite modülleri görülmektedir. Teorik ile deneysel elastisite modülleri arasında % 40-70 fark oluşmuştur. Mevcut bilgisayar kapasitesinden dolayı belirli boyutta yapı üretilebilmesi ve hesaplamaların orta hassasiyet modunda gerçekleştirilmesi sonucu veriler arasında fark oluşmuştur. Ayrıca mikroyapıdaki hatalar sonuçları etkilemiştir.



Şekil 5.1. Kompozitlerin teorik ve deneysel elastisite modülleri

6 SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu tez çalışmasında, yüksek sıcaklık uygulamaları için parçacık takviyeli polimer matrisli kompozit malzemelerin üretimi ve karakterizasyonu gerçekleştirilmiştir. Geliştirilen polimer matrisli kompozit malzemelerin havacılık uygulamalarına yönelik olması amaçlanmıştır. Kompozit üretiminde matris malzemesi olarak termoset polimerler ve termoplastik polimerler kullanılmıştır. Termoset esaslı polimer olarak epoksi kullanılmıştır. Termoplastik esaslı polimer olarak polietereterketon (PEEK) kullanılmıştır. Ayrıca doğal polimer esaslı termoplastik polilaktikasit (PLA) kullanılmıştır. Parçacık takviye malzemesi olarak karbon nanotüp, grafen kullanılmıştır. Termoset polimer (epoksi) matrisli kompozit numuneler el yatırma (döküm) yöntemi kullanılarak üretilmiştir. Termoplastik polimer matrisli (PEEK, PLA) kompozitler toz presleme-sinterleme ve toz sıcak presleme yöntemleri ile üretilmiştir. Üretilen kompozit malzemelerin mikroyapısı ve mekanik özellikleri incelenmiştir. Malzemelerin mukavemeti, sertliği, elastisite modülü, enerji absorblama kapasitesi gibi mekanik özellikleri belirlenmiştir. Ayrıca numunelerin elastiklik özellikleri camsı geçiş sıcaklıkları dinamik mekanik analiz (DMA) testi ile incelenmiştir. Numunelerin sıcaklık dayanımları ve camsı geçiş sıcaklıkları diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) testi ile incelenmiştir. Numunelerin mekanik özellikleri ilk prensipler esaslı yoğunluk fonksiyonel teorisi (DFT) ile teorik olarak incelenmiştir. Teorik ve deneysel sonuçlar karşılaştırılmıştır.

Genel Sonuçlar:

(1) Havacılık uygulamalarında parçacık takviyeli epoksi, PEEK ve PLA matrisli kompozit malzemeler nispeten yüksek sıcaklık bölgelerinde kullanılma potansiyeline sahiptir.
(2) PEEK matrisli kompozitler 300-320 ºC sıcaklıklara kadar, PLA matrisli kompozitler 130-140 ºC sıcaklıklara kadar, epoksi matrisli kompozitler 100-110 ºC sıcaklıklara kadar kullanılabilir.
(3) Grafen tozu katkısı PEEK, PLA ve epoksi matrisli kompozitlerin yüksek sıcaklık dayanımını artırmıştır.
(4) Karbon nanotüp (CNT) tozu katkısı PEEK, PLA ve epoksi matrisli kompozitlerin yüksek sıcaklık dayanımını artırmıştır.
(5) DSC grafiklerine göre, CNT, grafen tozu katkısının camsı geçiş (T_g) ve erime (T_m) sıcaklıklarının artmasına neden olmuştur.
(6) DMA verilerine göre, artan grafen, CNT tozu miktarı ile beraber depolama modülü (E^I) ve kayıp modülünde (E^{II}) artış faz farkında (tan delta) azalış meydana gelmiştir. Ayrıca camsı geçiş sıcaklığında artış yaşanmıştır.
(7) Genel olarak üretilen tüm malzemeler içerisinde PEEK-5CNT kompozitinin yüksek sıcaklık dayanımı, yüksek elastisite modülü, yüksek darbe direnci özelliklerini beraber gösterdiğinden optimum malzeme olduğu sonucuna varılmıştır.
(8) Teorik ve deneysel elastisite modülleri arasında % 40-70 arasında değişen farklar oluşmuştur. Mevcut bilgisayar kapasitesinden dolayı belirli boyutta yapı üretilebilmesi ve hesaplamaların orta hassasiyet modunda gerçekleştirilmesi sonucu teorik ve deneysel veriler arasında fark oluşmuştur. Ayrıca deneysel malzemelerde mikroyapıda tamamen homojen yapı olmaması ve hataların bulunmasının sonuçları etkildiği söylenebilir.

KAYNAKLAR

[1] Strong A.B., 2008, *Fundamentals of composites manufacturing, materials, methods and applications,* Society of Manufacturing Engineers, USA

[2] F.C. Campbell, 2010, *Structural composite materials*, ASM International

[3] ASTM Handbook, 2001, Composites, Volume 21, ASM International

[4] Aydın, C., 2023, *Yüksek Sıcaklık Uygulamaları İçin Farklı Silika Formları ile Ablatif Termoset Kompozitlerin Geliştirilmesi.* Yüksek Lisans Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı.

[5] Kumar C.V., Gharde S. Kandasubramanian B. 2022, *Polymer composites as ablative material,* Wiley-VCH, USA

[6] Mağdala M.Ö., 2009, *Isı Kalkanları İçin Kalıplanabilir Karbon Fenolik Kompozit Üretimi ve Karakterizasyonu.* Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı.

[7] Küçük İ.E.., 2024, *Development of Silica Fiber Reinforced Polybenzoxazine Composite Filled with Alumina Particles as Ablative Material.* Yüksek Lisans Tezi, ODTÜ, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı.

[8] Kocaman M.., 2022, *Yüksek Sıcaklık Endüstriyel tekerlek Uygulamaları İçin Polimer Esaslı Kompozit Malzeme Geliştirilmesi ve İncelenmesi.* Yüksek Lisans Tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı.

[9] Critchley J.P.., Knight G.J. Wright W.W 1983, *Heat-resistant polymers: technological usefull materials.* Springer.

[10] Aras S.., 2023, *Termal koruma sistemleri için ablatif polimerik kompozitlerin üretimi ve karakterizasyonu.* Yüksek Lisans Tezi, Bursa Teknik Üniversitesi, Kimya Mühendisliği.

[11] Dokur M.M.., 2009, *karbon fiber esaslı polimerik matrsli kompozitlerin üretimi ve karakterizasyonu.* Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği.

[12] Dokur M.M.., 2024, *PEEK matrisli kompozitlerin nanomalzemeler ile mekanik performansının iyileştirilmesi.* Yüksek Lisans Tezi, Bursa Teknik Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği.

[13] Kaygınok F.., 2022, *Evaluation of thermal, rheological and dynamic mechanical properties CNT reinforced PEI and PEEK coposites; a comparative study.* Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği.

[15] https://analyzing-testing.netzsch.com/tr/hizmetler/sozlesme-test [ziyeret 01.02.2025]

[16] Kevin P. Menard. *Dynamic mechanical analysis*. 1999, CRC Press. USA

[17] Sperling L.H.. *Introduction to physical polymer science*. Fourth edition. 2006. Wiley.

[18] Görür, M.C., 2022, *3B Baskılı Hekzagonal Bor Nitrürü Nanolevhaları/Polilaktik Asit Nanokompozitleri.* Yüksek Lisans Tezi, ODTÜ, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı,.

[19] Seydioğlu, R., 2018, *Biyonanokompozitlerin Bariyer ve Termal Özelliklerine Bor Nitrürün Etkisi.* Yüksek Lisans Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi, Kimya Mühendisliği,

[20] Kaşgöz, A., 2017, *Elektromanyetik Dalga Kalkanlama Özelliğine Sahip Polimer Kompozitlerin Geliştirilmesi ve Yapı-Performans Özelliklerinin Geliştirilmesi.* İstanbul Üniversitesi, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, Doktora Tezi.

[21] Toraman G., 2018, Karbon Nanotüplerin Polietereterketon ve Arayüzlerinin Yoğunluk Fonksiyonel Teorisi ve Moleküler Dinamik Simulasyonları, ODTÜ, Fizik

[22] Kalaycı A. 2021, Havacılık Uygulamaları İçin Bor Katkılı Termoset Kompozit malzemelerin Birleştirme Yöntemleri, Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği

[23] Kemaloğlu Ş. 2009, Termal Arayüzey Malzemesi Olarak Kullanılabilecek Polimer/Bor Nitrür Mikro ve Nano Kompozitlerin Üretimi, Kocaeli Üniversitesi, Kimya Mühendisliği

[24] Yalman Ü, 2023, *Kenevir Dolgulu Polipropilen Kompozitlern Hazırlanması ve Reolojik Özellikleri*, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Üniversitesi-Cerrahpaşa, Kimya Mühendisliği