KOCAELİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

KİMYA MÜHENDİSLİĞİ
ANABİLİM DALI

DOKTORA TEZİ

ÜZERİNE KALIPLAMA İLE ÜRETİLMİŞ TERMOSET KOMPOZİT – TERMOPLASTİK YAPILARDA ARAYÜZEYİN GELİŞTİRİLMESİ

NURSEL KARAKAYA

KOCAELİ 2020

KOCAELİ ÜNİVERSİTESİ

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

KİMYA MÜHENDİSLİĞİ

ANABİLİM DALI

DOKTORA TEZİ

ÜZERİNE KALIPLAMA İLE ÜRETİLMİŞ TERMOSET KOMPOZİT - TERMOPLASTİK YAPILARDA ARAYÜZEYİN GELİŞTİRİLMESİ

NURSEL KARAKAYA

Prof.Dr. Güralp ÖZKOÇ		
Danışman,	**Kocaeli Üniversitesi**	**.....**
Doç.Dr. Bağdagül KARAAĞAÇ		
Jüri Üyesi,	**Kocaeli Üniversitesi**	**.....**
Doç.Dr. Mehmet KODAL		
Jüri Üyesi,	**Kocaeli Üniversitesi**	**.....**
Prof.Dr. Cevdet KAYNAK		
Jüri Üyesi,	**Orta Doğu Teknik Üniversitesi**	**.....**
Prof.Dr. Nuri ERSOY		
Jüri Üyesi,	**Boğaziçi Üniversitesi**	**.....**
Prof.Dr. Melih PAPİLA		
Eş Danışman,	**Sabancı Üniversitesi**	

Enstitü Yönetim Kurulunun 20.03.2020 tarih ve 2020/13 nolu toplantısında II. tez danışmanı olarak atanmıştır.

Tezin Savunulduğu Tarih: 06.07.2020

ÖNSÖZ VE TEŞEKKÜR

"Üzerine Kalıplama ile Üretilmiş Termoset Kompozit – Termoplastik Yapılarda Arayüzeyin Geliştirilmesi" isimli bu çalışma, Kocaeli Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı'nda Doktora Tezi olarak hazırlanmıştır. Son yıllarda sanayileşmeyle beraber artan küresel ısınma ve hava kirliliği insanlığı tehdit eden boyutlara gelmiştir. Bu kapsamda, karbondioksit salınımı kontrol altına alınmaya çalışılırken, otomotiv ve havacılıkta araç ağırlığını azaltmak adına kompozit malzemelerin kullanımı her geçen gün yaygınlaşmaktadır. Kompozit malzemeler hafif parçalar üretilmesini sağlamanın yanısıra metalin kullanım ömründen daha uzun ömürlü, kimyasallara ve korozyona karşı dayanıklı ürünler üretilmesini de sağlamaktadır. Bu tez çalışmasında, kompozit malzemelerin yaygınlaşmasını sağlayacak şekilde, üzerine enjeksiyon yöntemiyle kenar, bağlantı noktası vb ince detayları termoplastikten oluşturulan termoset kompozitlerin elde edilmesi hedeflenmiştir. Çalışma ile ilk kez üzerine kalıplama ile hazırlanan termoset kompozit termoplastik yapıların mekanik ve morfolojik özellikleri tespit edilmiştir. Bu çalışma ile daha önce literatürde çalışılmamış, yeni nesil termoset kompozit termoplastik hibrit yapıların üretim teknolojisinin temellerinin atıldığı düşünülmektedir.

Bu tez çalışmasında doktora tez danışmanlığımı üstlenen, bilgi ve yardımlarını esirgemeyen, daima bana destek olan ve yol gösteren saygıdeğer hocam Prof. Dr. Güralp ÖZKOÇ'a teşekkürlerimi sunarım.

Kendisinden çok şey öğrendiğim ve doktora tez sürecinde de büyük desteğini gördüğüm, ikinci tez danışmanlığımı yapan Sabancı Üniversitesi'nden saygıdeğer hocam Sayın Prof. Dr. Melih PAPİLA'ya paha biçilmez katkılarından dolayı minnet ve şükranlarımı sunarım.

Tez izleme komitemde yer alan ve her zaman bana destek olup cesaretlendiren saygıdeğer hocalarım Sayın Doç. Dr. Bağdagül KARAAĞAÇ ve Doç. Dr. Mehmet KODAL'a teşekkürlerimi sunarım.

Şu andaki iş yerim ve benim için çok değerli bir bilgi yuvası olan Sabancı Üniversitesi, doktora tezimin gerçekleşmesinde önemli bir destek vermiştir. Doktora çalışmama izin veren Sabancı Üniversitesi'nin saygıdeğer dekanı ve saygıdeğer yöneticilerine şükranlarımı sunarım. Ayrıca doktora sürecinde destekleri ve bana olan güvenleri için Prof. Dr. Mehmet Ali GÜLGÜN, Prof. Dr. Cleva OW-YANG ve Prof. Dr. Güllü KIZILTAŞ ŞENDUR'a şükranlarımı sunarım.

Tez çalışmalarım kapsamında deneysel çalışmalar sırasında büyük desteğini gördüğüm, Dr. Abdulmounem Alchek Wis, Dr. Gülcan ÇORAPÇIOĞLU ve Yük. Müh. Serhat AYDIN'a teşekkürlerimi sunarım.

Çalışmalarda kullandığımız poliamid-6 malzemelerini ve gerekli her tür bilgiyi sağlayıp destek veren Eurotec'in değerli yöneticilerine teşekkür ederim. Ayrıca, sıcak eriyik yapıştırıcıların temini konusunda EMS-Griltech ve Ravago firmalarına teşekkür ederim.

Doktora eğitimim sırasında tüm süreçler hakkında desteğini esirgemeyen, deneysel çalışmalar hakkında da büyük desteğini gördüğüm sevgili arkadaşım Yük. Müh. Merve ERCAN KALKAN'a teşekkürlerimi sunarım. Tez yazım aşamasında desteğini esirgemeyen Dr. Attila ALKAN'a teşekkür ederim. Birçok aşamada bana destek olup cesaretlendiren sevgili arkadaşım Dr. Shalima SHAWUTI'ye teşekkürlerimi sunarım. Süregelen yoğun çalışmalarım sırasında yanımda olan, aynı ofisi paylaştığım sevgili iş arkadaşım Yük. Biyokimyager Sibel PÜRÇÜKLÜ'ye destekleri için teşekkür ediyorum. Doktora çalışmalarım sırasında yardımını esirgemeyen sevgili arkadaşım Yük. Müh. Emine BAYAR'a teşekkürü bir borç bilirim. En başta Semra HARMANDAR ve Zümrüt ALTINDAĞ olmak üzere, bu süreçte yardım ve desteklerini esirgemeyen tüm dostlarıma teşekkür ederim.

Eğitim hayatım boyunca beni bilime teşvik eden ve destekleyen anne ve babam Nimet ve Hasan KARAGÖZLÜ'ye hayatım boyunca bana verdikleri sonsuz emek, güven ve sevgileri için teşekkür ederim. Ablalarım Nilgün ERYİĞİT, Münevver AYBAR ve kardeşim Ertuğrul KARAGÖZLÜ'ye her zaman yanımda en güçlü destekçilerim oldukları için teşekkür ederim.

Canımdan çok sevdiğim kızım Defne KARAKAYA ve oğlum Emre KARAKAYA'ya bu yoğun ve stresli doktora sürecinde onlarla ilgilenemediğim anlar için beni anlayışla karşıladıkları ve bana daima yaşama sevinci verdikleri için sonsuz teşekkürlerimi sunuyorum. Bu süreçte benim yetişemediğim her konu ve alanda bana sonsuz destek olan ve kardeşim gibi sevdiğim Hülya PINAR'a gönülden teşekkür ederim.

Yaşamımız boyunca daima birbirimizi desteklediğimiz ve doktora yapmam konusunda beni motive eden sevgili eşim Selçuk KARAKAYA'ya da sabrı için sonsuz teşekkürlerimi ve şükranlarımı sunuyorum.

Bu tez çalışmasının yapılmasında ve uluslararası bilimsel etkinlik katılımlarında maddi destek sağlayan Kocaeli Üniversitesi Bilimsel Araştırmalar Proje Birimi'ne (KOU BAP 2017/120) teşekkür ederim.

Temmuz - 2020 Nursel KARAKAYA

İÇİNDEKİLER

ÖNSÖZ VE TEŞEKKÜR i
İÇİNDEKİLER iii
ŞEKİLLER DİZİNİ vi
TABLOLAR DİZİNİ x
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ xi
ÖZET xiii
ABSTRACT xiv
GİRİŞ 1
1. TEORİK BİLGİLER 5
1.1. Termoset Kompozitler 5
1.1.1. Cam elyaf takviyeli polimerik kompozitler 8
1.1.2. Karbon elyaf takviyeli polimerik kompozitler 10
1.1.3. Aramid elyaf takviyeli polimerik kompozitler 16
1.1.4. Diğer elyaflar ile takviyeli polimerik kompozitler 18
1.1.5. Parçacık takviyeli polimerik kompozitler 19
1.2. Termoplastikler 19
1.3. Kompozitlerde Kullanılan Bağlantı Yöntemleri 22
1.3.1. Mekanik bağlantılar 26
1.3.2. Yapıştırmalı bağlantılar 27
1.3.3. Hibrit bağlantılar 31
1.4. Kullanılan Deneysel Teknikler ve Cihazların Çalışma Prensipleri 32
1.4.1. Üretim teknikleri 32
1.4.1.1. Vakum torbalama ile kompozit eldesi 33
1.4.1.2. Çift vidalı ekstruder 35
1.4.1.3. Enjeksiyon kalıplama 36
1.4.2. Karakterizasyon yöntemleri 38
1.4.2.1. Üç nokta eğme testi 38
1.4.2.2. Tek tesirli bindirme testi 41
1.4.2.3. Dinamik mekanik analiz (DMA) 42
1.4.2.4. Diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC) 43
1.4.2.5. Işık mikroskobu 44
1.4.2.6. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) 45
1.4.2.7. Enerji dağılımlı X-Işını spektroskopi (EDS) 46
1.4.2.8. Temas açısı yöntemi ile yüzey karakterizasyonu 48
1.4.2.9. Pürüzlülük ölçümü 49
1.4.2.10. Mikro-CT 52
2. LİTERATÜR TARAMASI 53
2.1. Termoset ve Termoplastik Hibrit Yapıların Bağlanmasıyla İlgili Çalışmalar 58
2.2. Termoplastik Kompozitler İle Termoplastiklerin Bağlanmasıyla İlgili Çalışmalar 59
2.3. Üzerine Enjeksiyon İle İlgili Çalışmalar 59

2.4. Termoset Kompozitlerin Yapıştırıcı İle Birleştirilmesi İle İlgili Çalışmalar 61
3. MALZEME VE YÖNTEM 64
3.1. Malzemeler 64
3.2. Yöntem 66
3.2.1. Termoset kompozit hazırlanması sırasında kullanılan yöntemler 66
3.2.1.1. Vakum torbalama ile termoset kompozitlerin hazırlanması 66
3.2.1.2. Termoset kompozit kesim işlemi 68
3.2.2. Üzerine enjeksiyon sırasında kullanılan yöntemler 69
3.2.2.1. PA eriyiğinin hazırlanması 69
3.2.2.2. Üzerine enjeksiyonla kalıplama 70
3.2.3. Sıcak eriyik uygulaması sırasında kullanılan yöntemler 72
3.2.4. Karakterizasyon 73
3.2.4.1. Pürüzlülük ölçümü 74
3.2.4.2. Su temas açısı ölçümü 75
3.2.4.3. Üç nokta eğme 75
3.2.4.4. Tek tesirli bindirme (single lap) testi 76
3.2.4.5. Dinamik mekanik analiz (DMA) 79
3.2.4.6. Diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC) 80
3.2.4.7. Işık mikroskobu 80
3.2.4.8. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) 81
3.2.4.9. EDS 81
3.2.4.10. Mikro-CT 82
4. BULGULAR VE TARTIŞMA 83
4.1. Karbon ve Cam Elyaf / Epoksi Kompozit - PA6 Hibrit Yapıların Üzerine Enjeksiyon İle Hazırlanması ve Karakterizasyonu 83
4.1.1. Deney tasarımı - proses parametreleri ve yüzey özelliklerinin etkisinin incelenmesi 84
4.1.2. Üç nokta eğme ölçümleri 85
4.1.3. Su temas açısı ölçümleri 88
4.1.4. Pürüzlülük ölçümleri 90
4.1.5. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri ve EDS sonuçları 91
4.1.6. Mikro-CT ölçümleri 96
4.1.7. DSC ölçümleri 97
4.1.8. DMA (Dinamik Mekanik Analiz) ölçümleri 99
4.2. Karbon Elyaf / Epoksi Kompozit - PA6 Hibrit Yapılarda Sıcak Eriyik Yapıştırıcı Etkisinin İncelenmesi ve Karakterizasyonu 100
4.2.1. Deney tasarımı - sıcak eriyik tipi ve kalınlığının etkisinin incelenmesi 100
4.2.2. Tek tesirli bindirme (single lap) testi 101
4.2.3. Üç nokta eğme ölçümleri 105
4.2.4. DSC ölçümleri 106
4.2.5. DMA ölçümleri 107
4.2.6. Kırılma yüzeyi incelemeleri - ışık mikroskobu görüntüleri 109
4.2.7. Kırılma yüzeyi incelemeleri - SEM görüntüleri 113

5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER 122
KAYNAKLAR 126
EKLER 135
KİŞİSEL YAYINLAR VE ESERLER 139
ÖZGEÇMİŞ 141

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1. Kompozitlerin sınıflandırılması 5
Şekil 1.2. Farklı elyafların kopma dayanımı-modül diyagramı 10
Şekil 1.3. Karbon elyaf üretim süreci 12
Şekil 1.4. Karbon elyaf kullanım alanlarına örnekler; (a) Boeing 787 Dreamliner uçağında karbon elyaf kullanımı, (b) Dragon uzay kapsülünün ısı kalkanında karbon elyaf kullanımı, (c) McLaren firması tarafından üretilen aracın karbon elyaf monokok (İng. monocoque) şasisi, (d) Mazda RX-8 aracında kullanılan karbon elyaf takviyeli hidrojen tankı, (e) Crumpton (USA) firması tarafından üretilen karbon elyaf iskeletli bisiklet, (f) dünyada ilk kez %100 karbon elyaf ile üretilen Paragon Super Sport 28 tekne, (g) ESE firması tarafından çelik ve alüminyum jantlara alternatif olarak üretilen karbon elyaf jantlar, (h) SITA Composites s.r.l firması tarafından üretilen karbon elyaf rüzgar enerjisi türbin kanatları, (ı) yapıların sismik, balistik korunmasında, hasarlı bölgelerin onarımında ve su geçirmezlik sağlanmasında karbon elyaf kullanımı 13
Şekil 1.5. Global karbon elyaf talebi (x1000 ton), yüzde değerler yıldan yıla değişimi göstermektedir 14
Şekil 1.6. para-Aramid homopolimerin kimyasal yapısı 17
Şekil 1.7. para-Aramid elyaf yapısı 17
Şekil 1.8. Kevlar®'ın ticari formları; (a) pulpa, (b) iplik, (c) liflenmiş 18
Şekil 1.9. Naylon 6'nın kimyasal yapısı 20
Şekil 1.10. Naylon 6.6'nın kimyasal yapısı 21
Şekil 1.11. Naylon için yoğuşma reaksiyonu 21
Şekil 1.12. Polimer matrisli kompozitlerde kullanılan yapıştırmalı bağlantılar 24
Şekil 1.13. Mekanik bağlantı şekilleri 26
Şekil 1.14. Tek tesirli bindirme bağlantının yapısal davranışı 28
Şekil 1.15. Tek tesirli bindirme bağlantı içerisinde kayma geriliminin dağılımı 29
Şekil 1.16. Bindirme bağlantılarda bindirme uç kısımlarının alternatif modifikasyonları 30
Şekil 1.17. Yüzey katı oryantasyonunun etkisi 30
Şekil 1.18. Hibrit bağlantı 32
Şekil 1.19. Vakum torbalama prosesinin şematik gösterimi 34
Şekil 1.20. Vidaların dönme yönünün eriyik üzerine uygulanan basınca ve eriyiğin vida üzerinde ilerleme yönüne etkisi 35
Şekil 1.21. Laboratuvar tipi ekstrüderin çalışma prensibi 36
Şekil 1.22. Enjeksiyon cihazının kısımları 36
Şekil 1.23. Enjeksiyon kalıplama prosesinin adımları 37

Şekil 1.24. Eğme testi a) 3 nokta eğme şematik gösterimi b) 3 nokta eğme yükü altındaki örnekte oluşan kuvvetler c) 4 nokta eğme testi şematik gösterimi 39
Şekil 1.25. Eğme testi sonuçları 40
Şekil 1.26. Tek tesirli bindirme bağlantı a) Kayma numunesi b) Sade kayma 41
Şekil 1.27. DMA analizinde kuvvetin sinüsodial salınımı 42
Şekil 1.28. DSC termogramı 43
Şekil 1.29. SEM yapısını oluşturan elektron optik sistemi 45
Şekil 1.30. Örnek EDS spektrumu 47
Şekil 1.31. Hidrofilik, hidrofobik ve süperhidrofobik yüzeylerde temas açısı 48
Şekil 1.32. Katı yüzey üzerindeki su damlasını etkileyen yüzey gerilimleri 49
Şekil 1.33. Pürüzlülük ölçümü a) pürüzlülük ifadeleri b) örnek bir mekanik profil cihazı ölçümü c) optik profil cihazı ölçümü 50
Şekil 2.1. Bir araçta kullanılan polimer çeşitleri 53
Şekil 2.2. Otomotivde kullanılan kompozitler 54
Şekil 2.3. a) Hava yastığı modülü b) Organik hibrit kompozit parça 56
Şekil 2.4. Isıl presleme ve eş zamanlı üzerine enjeksiyon ile üretilen koltuk minderi yan elemanı 56
Şekil 3.1. Tek bir prepreg tabakasının yapısı 64
Şekil 3.2. Vakum torbalama süreci a) Soyma kumaşının kullanımı, b) Vakum battaniyesi ve naylonunun hazırlanması, c) Sızdırmazlık bandı uygulaması, d) Vakum torbasının vakuma alınması 67
Şekil 3.3. Kürlendirme için kullanılan pres a) Sıcak pres b) Vakum torbasının prese yerleştirilmesi 68
Şekil 3.4. Termoset kesim işlemi a) Su jeti, b) Termoset kompozit plakasının su jeti ile örnek çıkarıldıktan sonraki hali, c) Soyma kumaşı uygulanan kompozit örnekleri, d) Soyma kumaşı uygulanmayan kompozit örnekleri 69
Şekil 3.5. Laboratuvar ölçekli çift vidalı ekstrüder (DSM Xplore) 70
Şekil 3.6. Laboratuvar ölçekli enjeksiyon kalıplama cihazı (DSM Xplore) 71
Şekil 3.7. Hibrit örnekleri hazırlama adımları 71
Şekil 3.8. Sıcak eriyik uygulanan hibrit örnekleri hazırlama adımları 73
Şekil 3.9. Pürüzlülük ölçümü için kullanılan sistemler a, b, c) Mahr MarSurf M300C profilometre cihazı ve ölçüm (iğne) ucu d) Nanofocus 3D yüzey ölçüm 74
Şekil 3.10. Optik temas açısı ölçer a) KSV Attension Theta Lite cihazı b) Durağan damlacık yöntemi görüntüsü 75
Şekil 3.11. Üç nokta eğme testi için kullanılan sistemler a) Zwick Z100 çekme test cihazı, b) Test sırasında video kaydı almak için kullanılan sistem, c) Üç nokta eğme testinde numunenin görünümü, d) Video kaydından alınan örnek bir görüntü 76
Şekil 3.12. Tek tesirli bindirme örneği a) Örnek boyutları b) Örnek görünümü 77

Şekil 3.13. Tek tesirli bindirme testi detayları a) Test sırasında örneğin konfigürasyonu, b) Örneğin bükülmesini engelleyen özel aparat, c) Örneği CNC ile işleme aşaması, d) Çekme test cihazı çenelerinde örneğin yerleştirilmesi 78
Şekil 3.14. DMA testi detayları a) DMA cihazı, b) Numune yerleştirme şekli, c) DMA numunesi hazırlama aşamaları 79
Şekil 3.15. TA Q2000 marka DSC cihazı 80
Şekil 3.16. Nikon SMZ1500 ışık mikroskop 81
Şekil 3.17. Zeiss LEO Supra VP35 marka SEM cihazı 81
Şekil 3.18. Mikro-CT analizi a) Bruker SkyScan 1172 mikro-CT cihazı, b) Kullanılan örnek tutucu ve örneğin görüntüsü 82
Şekil 4.1. Kompozit ve hibrit numuneler için kullanılan adlandırma 85
Şekil 4.2. Hibrit numunelerin eğme dayanımı ve modülü 85
Şekil 4.3. Üç nokta eğme testi sırasında kullanılan video kayıt düzeneği 86
Şekil 4.4. Üç nokta eğme testi sırasında kompozit ve PA katmanları arasında gözlemlenen ayrılma anı 87
Şekil 4.5. Tipik eğme gerilimi – gerinimi (%) eğrileri a) Soyma kumaşı uygulanan b) Soyma kumaşı uygulanmayan hibrit örnekler 87
Şekil 4.6. Üç nokta eğme testinin gerilim - gerinim eğrilerinden elde edilen maksimum hasar ve hasar başlangıcı değerleri (MPa) 88
Şekil 4.7. Kompozit yüzeylerin temas açısı ve pürüzlülük değerlerinin hibrit örneklerin eğme dayanımı üzerine etkisi 90
Şekil 4.8. Kompozit yüzeylerin 3D pürüzlülük profilleri a) Soyma kumaşı uygulanmış karbon elyaflı kompozit (SKVK), b) Soyma kumaşı uygulanmış cam elyaflı kompozit (SKVC), c) Soyma kumaşı uygulanmamış karbon elyaflı kompozit (SKYK), d) Soyma kumaşı uygulanmamış cam elyaflı kompozit (SKYC) 91
Şekil 4.9. Kompozit yüzeylerin SEM görüntüleri a, b ve c) Soyma kumaşı uygulanmış cam elyaflı kompozit (SKVC) d, e ve f) Soyma kumaşı uygulanmış karbon elyaflı kompozit (SKVK) 92
Şekil 4.10. SKYK (Soyma kumaşı uygulanmamış karbon elyaflı kompozit) ve SKYC (Soyma kumaşı uygulanmamış cam elyaflı kompozit) kodlu kompozit yüzeylerin SEM görüntüleri 93
Şekil 4.11. Üç nokta eğme testi sonrasında kompozit yüzeylerin SEM görüntüleri 94
Şekil 4.12. Hibrit örneklerin temsili resimleri ve kesitten alınan SEM görüntüleri (SKY80K, SKV80K ve SKV80K 3 nokta eğme testi sonrası) 95
Şekil 4.13. SKY80K ve SKV80K hibrit örneklerine ait mikro-CT görüntüleri 96
Şekil 4.14. Üzerine enjekte edilen PA'in kristalinitesi ve başlangıç sıcaklığı (PA tabakasının kompozit ve kalıp tarafından) 97
Şekil 4.15. Hibrit örneklerin depo modülü 99

Şekil 4.16. Farklı sıcak eriyik yapıştırıcılar ile hazırlanan hibrit örneklerin tek tesirli bindirme testi sonucunda tipik mukavemet – yerdeğiştirme eğrileri a) 22G b) 20P c) PO d) TPU 101
Şekil 4.17. Farklı sıcak eriyik yapıştırıcılar ile hazırlanan hibrit örneklerin tek tesirli bindirme testi sonuçları a) Kayma mukavemeti b) Yerdeğiştirme 102
Şekil 4.18. Farklı sıcak eriyik yapıştırıcılar ile hazırlanan hibrit örneklerin tek tesirli bindirme testi sonuçları a) Eğrinin Eğimi b) Ayrılma Enerjisi 104
Şekil 4.19. Farklı sıcak eriyik yapıştırıcılar ile hazırlanan hibrit örneklerin üç nokta eğme testi sonuçları a) Eğme Gerilimi b) Eğme Modülü c) Eğme Gerinimi 105
Şekil 4.20. NH ve TPU kodlu hibrit örneklerin dinamik mekanik testi tipik sonuçları a) Depo Modülü b) tan delta 108
Şekil 4.21. Olası hasar modları 110
Şekil 4.22. Tek tesirli bindirme testi sonrası kırık yüzeylerin fotoğrafı a) görüntülemenin şematik olarak gösterimi b) NH c) 22G-25 d) 22G-100 e) 20P-25 f) 20P-100 g) TPU-25 h) TPU-100 111
Şekil 4.23. Tek tesirli bindirme testi sonrası ayrılan kompozit yüzeylerin ışık mikroskobu görüntüleri a) NH b) 22G-25 c) 22G-100 d) 20P-25 e) 20P-100 f) TPU-25 g) TPU-100 112
Şekil 4.24. NH'ın kırılma yüzeylerine ait SEM görüntüleri a) kompozit yüzeyi b) PA6 yüzeyi 115
Şekil 4.25. 22G'nin kırılma yüzeylerine ait SEM görüntüleri a) 22G-25'in kompozit yüzeyi b) 22G-25'in PA6 yüzeyi 116
Şekil 4.26. 22G'nin kırılma yüzeylerine ait SEM görüntüleri a) 22G-100'ün kompozit yüzeyi b) 22G-100'ün PA6 yüzeyi 117
Şekil 4.27. 20P'nin kırılma yüzeylerine ait SEM görüntüleri a) 20P-25'in kompozit yüzeyi b) 20P-25'in PA6 yüzeyi 118
Şekil 4.28. 20P'nin kırılma yüzeylerine ait SEM görüntüleri a) 20P-100'ün kompozit yüzeyi b) 20P-100'ün PA6 yüzeyi 119
Şekil 4.29. TPU'nun kırılma yüzeylerine ait SEM görüntüleri a) TPU-25'in kompozit yüzeyi b) TPU-25'in PA6 yüzeyi 120
Şekil 4.30. TPU'nun kırılma yüzeylerine ait SEM görüntüleri a) TPU-100'ün kompozit yüzeyi b) TPU-100'ün PA6 yüzeyi 121

TABLOLAR DİZİNİ

Tablo 1.1. Takviye amaçlı kullanılan bazı elyafların özellikleri 7
Tablo 1.2. PAN esaslı karbon elyafların özellikleri 11
Tablo 1.3. Katran esaslı karbon elyafların özellikleri 11
Tablo 1.4. Karbon elyaf ürünleri ve kullanım alanları 15
Tablo 1.5. Sürekli ve yönlenmiş cam, karbon, aramid elyaf takviyeli epoksi matris kompozitlerin özellikleri 18
Tablo 1.6. Polimer matrisli kompozitlerde yapıştırmalı ve mekanik bağlantı karşılaştırması 22
Tablo 2.1. Kompozit matrisi olarak termoset ve termoplastiklerin avantaj ve dezavantajları 55
Tablo 3.1. Tezde kullanılan malzemelerin bilgileri 65
Tablo 3.2. Sıcak eriyik malzemelerin uygulama detayları 72
Tablo 4.1. İncelenen parametreler ve numune kodları 84
Tablo 4.2. Saf PA ve saf kompozitin üç nokta eğme testi sonuçları 88
Tablo 4.3. Temas açısı, pürüzlülük ve eğme dayanımı sonuçları 89
Tablo 4.4. Kompozit yüzeylerin EDS analizi sonuçları 94
Tablo 4.5. Numune kodları ve sıcak eriyik yapıştırıcı bilgileri 100
Tablo 4.6. Sıcak eriyik yapıştırıcıların termal özellikleri 106
Tablo 4.7. Hibrit örneklerin dinamik mekanik özellikleri 107
Tablo 4.8. Hibrit örneklerin tek tesirli bindirme testi sonrası hasar modu 110

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

E' : Elastik / Depo modülü, (MPa)
E'' : Viskoz / Kayıp modülü, (MPa)
ΔH : Entalpi değişimi (J)
T_c : Kristallenme sıcaklığı (^oC)
T_g : Camsı geçiş sıcaklığı (^oC)
T_m : Erime sıcaklığı (^oC)
T_{onset} : Erime başlangıç sıcaklığı (^oC)
tan δ : Tanjant delta
$\%X_c$: Kristallenme derecesi
Θ : Temas açısı (^{o})

Kısaltmalar

3D : 3 Boyutlu
ABS : Acrylonitrile Butadiene Styrene (Akrilonitril Bütadien Stiren)
Aramid : Poly Para-Fenilenterefitalamid (Aromatik Poliamid)
BMC : Bulk Molding Composite (Hazır Kalıplama Hamuru)
BMU : Basic Microstructral Unit (Temel Mikroyapısal Birim)
BSE : Back Scattered Electron (Geri Saçılan Elektron)
CF : Carbon Fiber (Karbon Elyaf)
CFRP : Carbon Fiber Reinforced Plastic (Karbon Elyaf Takviyeli Plastik)
DMA : Dynamic Mechanical Testing (Dinamik Mekanik Test)
DSC : Differential Scanning Calorimetry (Diferansiyel Taramalı Kalorimetri)
EDS : Energy-Dispersive X-Ray Spectroscopy (Enerji Dağılımlı X-Işını Spektroskopi)
EMU : Elemental Microtextural Unit (Elementel Mikrodokusal Birim)
FWHM : Full Width at Half Maximum
GF : Glass Fiber (Cam Elyaf)
HIPS : High Impact Polystyrene (Yüksek Darbe Dayanımlı Polistiren)
LM : Light Microscope (Işık Mikroskobu)
PA : Polyamid (Poliamid, Naylon)
PA6 : Polyamid 6 (Poliamid 6)
PAN : Polyacrylonitrile (Poliakrilonitril)
PE : Polyethylene (Polietilen)
PP : Polypropylene (Polipropilen)
PS : Polystyrene (Polistiren)
PVC : Polyvinyl Chloride (Polivinil Klorür)
RTM : Resin Transfer Molding (Reçine transfer kalıplama)
SE : Secondary Electron (İkincil Elektron)
SEM : Scanning Electron Microscope (Taramalı Elektron Mikroskop)
SMC : Sheet Molding Composite (Hazır Kalıplama Pestili)

SRIM : Structural Reaction Injection Molding (Yapısal Reaksiyon Enj. Kalıplama
TEM : Transmission Electron Microscope (Geçirimli Elektron Mikroskopu)
TPU : Thermoplastic Polyurethane (Termoplastik Poliüretan)
TP : Thermoplastic (Termoplastik)
TS : Thermoset (Termoset)

ÜZERİNE KALIPLAMA İLE ÜRETİLMİŞ TERMOSET KOMPOZİT - TERMOPLASTİK YAPILARDA ARAYÜZEYİN GELİŞTİRİLMESİ

ÖZET

Son yıllarda karbondioksit emisyonunu kontrol altına alabilmek amacıyla araç ağırlığı ve yakıt tüketimini azaltmak için, kompozit malzemelerin yaygın kullanımı gündeme gelmiştir. Buna yönelik olarak, yapılan bu çalışmada yapısal parçalarda kullanılabilecek hibrit yapıların üretimini sağlamak için alternatif bir bağlantı yöntemi olarak, termoset kompozitlerle termoplastiklerin üzerine kalıplama prosesi kullanılarak birleştirilmesi incelenmiştir. Bu kapsamda, termoplastik olarak poliamid-6 (PA6) ve termoset kompozit olarak ise cam ve karbon elyaf takviyeli epoksi bazlı kompozit kullanılmıştır. Çalışmanın ilk aşamasında, arayüzey yapışmayı etkileyen üç ana faktör incelenmiştir: takviye edici elyaf türü (karbon ve cam), kalıplama işlemi sırasında kullanılan kalıplama sıcaklığı (30^oC ve 80^oC) ve pürüzlülük amacıyla soyma kumaşının kompozit yüzeye uygulanması. Yapılan deneysel çalışmalar, soyma kumaşı uygulaması, daha yüksek kalıp sıcaklığı (80^oC) ve karbon elyaf takviyeli kompozit yüzeyin daha iyi yapışma ile sonuçlandığını ortaya koymuştur. İkinci aşamada, hibrit yapının arayüzeyinde sıcak eriyik formunda yapıştırıcı uygulamasının etkisi araştırılmıştır. Deney sonuçları, sıcak eriyik tipi ve yapıştırıcı kalınlığının, hibrit bağlantı performansı üzerindeki etkilerini vurgulamıştır. Termoplastik poliüretan (TPU) bazlı sıcakta eriyen yapıştırıcı, tek tesirli bindirme testi ve DMA analizinden elde edilen bulgulara göre diğerlerine (kopoliesterler, poliolefin) kıyasla daha iyi yapışma özellikleri sergilemiştir. Optik mikroskop ve SEM ile görüntülenen kırılma yüzeyleri de bu parametrelerin sinerjik etkisini doğrulamıştır. Genel sonuç olarak, arayüzey kimyasının uygun olması halinde, üzerine enjeksiyon teknolojisinin termoset kompozitlerin termoplastik hibrit yapıların üretimi için kullanım potansiyeli taşıdığı kanaatine varılmıştır.

Anahtar Kelimeler: Arayüzey, Hibrit Yapı, Sıcak Eriyik, Üzerine Kalıplama, Yapışma.

IMPROVEMENT OF THE INTERFACE IN THERMOSETTING COMPOSITES - THERMOPLASTIC STRUCTURES PRODUCED THROUGH OVERMOLDING

ABSTRACT

In recent years, widespread use of composite materials seems to be a practical and promising solution for fuel economy and reduction of vehicle weight in order to keep carbon dioxide emission under control. For this purpose, in this study overmolding of thermoplastics on thermoset composites was investigated as an alternative joining method in order to enable production of hybrid structures. Polyamide-6 (PA6) was used as thermoplastic; glass and carbon fiber reinforced composites were used as thermoset composites. In the first phase of this thesis, three main factors affecting the interface adhesion were studied: type of reinforcing fiber (carbon and glass), moulding temperature during overmolding process (30^{o}C and 80^{o}C), and application of peel ply on composite surface for the purpose of roughness. Overall testing studies reveal that, peel ply application, higher mould temperature (80^{o}C) and composite surface with carbon fiber reinforcement resulted in better adhesion. In the second phase, the influence of hot melt adhesive application at the interface between the thermoset composite and thermoplastic part was investigated. The experimental scheme highlighted the effects of hot melt type and adhesive layer thickness on the performance of these hybrid joints. Thermoplastic polyurethane (TPU) based hot melt adhesive performed better adhesion characteristics among others (copolyesters, polyolefin) according to findings from single lap shear test and DMA analysis. The fracture surfaces observed with optical microscopy and SEM also confirmed the synergistic effect of these parameters. It can be concluded that, if proper interface chemistry is achieved, overmolding technology has great potential to be used for production of thermoset composite - thermoplastic hyrid structures.

Keywords: Interface, Hybrid Structure, Hot Melt, Overmolding, Adhesion.

GİRİŞ

Küresel ısınma çağımızın en büyük problemlerinden biridir. Sera gazının, küresel ısınmaya ve iklim değişikliklerine neden olduğu bilinmektedir. Petrol türevli fosil yakıtların kullanımının artması ve aynı zamanda bitki örtüsünün hızla azalması, atmosferdeki karbondioksit oranının artmasına sebep olmaktadır.

Sera gazı etkisinin neden olduğu küresel ısınma, çağımızın önemli çevre sorunu olarak gösterilmektedir. Petrol türevli fosil yakıtların kullanılması ve bunun yanında bitki örtüsünün azalmasından dolayı atmosferdeki karbondioksit (CO_2) miktarı artış göstermektedir. Farklı regülasyonlar ile emisyon değerleri kontrol altına alınmaya çalışılmaktadır.

Sera gazı emisyonunun %23'ü global ulaşım enerji kullanımından kaynaklanmaktadır. Yakıt tüketimi ve CO_2 salınımını doğrudan etkilediğinden, araç ağırlığının azaltılması, pratik ve umut veren bir çözüm olarak görünmektedir. Araç ağırlığındaki %10'luk azalma, yakıt ekonomisini %7 oranında iyileştirmektedir. Araç ağırlığının azaltılmasında kullanılan yollardan birisi de; hafif malzemeler kullanılmasıdır. Dolayısıyla, demir ve demir dışı metaller yerine polimer ve kompozitlerin kullanılması, ve polimerlerin spesifik dayanım ve diriliğinin / rijitliğinin (İng. stiffness) arttırılması alanlarında araştırmalar yapılmaktadır.

Yük taşıyan otomotiv yapılarında karbon elyaf (CF) takviyeli kompozitlerin (İng. carbon fiber reinforced composite) kullanılması, araç ağırlığını ve yakıt tüketimini azaltmak için büyük bir potansiyel sağlamaktadır. Ağırlık azaltmaya ek olarak, parçaların sayısı önemli ölçüde azaltılabilir, bu da yüksek hacimli kompozit otomobil konseptini uygun maliyetli hale getirebilir.

Polimerik kompozit malzemeler, hafif olduğundan ve yüksek özgül sertlik ve mukavemetleri nedeniyle havacılık, inşaat ve otomotiv endüstrileri gibi çok çeşitli yapısal (İng. structural) uygulamalarda kullanılmaktadır. Küçük yelkenli teknelerde ve ev ürünlerinde kullanılan düşük performanslı cam elyaf / polyesterden, askeri uçak ve

uzay aracında kullanılan yüksek performanslı karbon elyaf / epoksi sistemlerine kadar çeşitli malzemeler kullanılmaktadır.

Kompozit malzeme kullanımının halen gelişmekte olduğu sektörlerden biri de otomotiv endüstrisidir. Yüksek hacimli otomotiv yapılarında kompozit malzemelerin mevcut kullanımı, gövde panelleri, tekerlek yuvaları veya enerji emici tamponlar gibi ikincil dış yapılarla sınırlıdır. Bununla birlikte, polimer kompozit malzemelerin avantajlarını otomotiv yapılarında kullanma potansiyeli daha yüksektir. Elyaf takviyeli plastiklerin gövde yapısına sokulması, mevcut metalik gövde yapılarına kıyasla ağırlığı % 50 - 67 oranında azaltabilir. Karbon elyaf takviyeli plastik (CFRP; Carbon Fiber Reinforced Plastic), çelik ve alüminyum gibi malzemelere kıyasla yüksek özgül sertlik ve mukavemet sunmaktadır. CFRP parçalar şu anda yılda 500 adetten daha az üretilen yüksek kaliteli spor araçlarda önemli hacimlerde kullanılmaktadır [1].

Otomotiv yapılarında yük taşıyan kompozit parçaların kullanılmaya başlanması, malzeme, imalat ve montaj süreçlerinde yeni talepleri beraberinde getirmektedir. Kompozit otomotiv gövde yapılarının yüksek hacimli üretimini gerçekleştirmek için yeni malzeme ve üretim konseptlerinden faydalanılması gerekecektir [1]. Kompozit yapısal parçaların üretimini ve montajını sağlamak için güvenilir ve uygun maliyetli bağlantı teknolojileri geliştirilmelidir.

Özellikle ısıl dayanım ve mukavemet gerektiren uygulamalarda, termoset matrisli kompozitler iyi performans göstermektedir. Bunun yanısıra, termoset kompozit teknolojisinin bütün detayları yıllardır bilinmektedir. Ancak, termoset kompozitin üretim prosesindeki kaynaklama ve karmaşık şekillerde üretme zorluğundan dolayı, kenar, bağlantı noktası vb ince detayları oluşturmak mümkün olamamaktadır. Dolayısıyla, termoplastik matrisli kompozitler hakkında yapılan çalışmalar ve paralelinde özellikle otomotivde termoplastik matrisli kompozitlerin kullanımı artış göstermektedir.

Bu tez çalışması ile termoset kompozit – termoplastik hibrit yapıların (İng. hybrid structure) geliştirilmesi hedeflenmiştir. Bu amaçla, termoset kompozitler ile termoplastiklerin üzerine enjeksiyon (İng. overmolding) yöntemiyle birleştirilmesi hakkında çalışmalar yapılmıştır. Tez çalışmasında, termoset kompozit - termoplastik

hibrit yapılar elde etmek amacıyla, üzerine enjeksiyon prosesi için en uygun yüzey hazırlama (İng. surface preparation) ve proses şartları belirlenmesi hedeflenmiştir.

Bu sayede, termoset kompozitin yüksek mukavemet ve ısıl dayanım özelliklerinden faydalanırken, kolay bir şekilde bağlantı noktaları ve ince detaylar termoplastik malzeme ile üretilebilecektir. Ayrıca, üretim sırasında oluşan hatalı veya ömrünü tamamlamış parçalardan termoplastik kısım kolaylıkla ısı ile sökülerek geri kazanılabilecektir.

Hibrit yapıların pek çok alanda ve endüstride uygulama potansiyeli olmasından dolayı, katma değeri yüksek ürün geliştirme için büyük önem taşımaktadır. Ayrıca üzerine enjeksiyon prosesi ile hibrit yapıların üretiminin literatüre önemli katkılar sağlayacağı düşünülmektedir. Yapılan literatür araştırmasında, termoset kompozit - termoplastik hibrit yapıların üzerine enjeksiyon ile elde edilmesine yönelik ciddi bir çalışma bulunamamıştır. Endüstriyel olarak da hali hazırda böyle bir uygulamanın varlığına rastlanmamıştır. Bu yöntemle termoset kompozit - termoplastik hibrit yapı eldesinin çok yeni bir araştırma konusu olması, ilk defa bu tez çalışmasında kullanılmış olması, çalışmanın özgün değerini oluşturmaktadır.

Bu yeni teknolojide, çözülmesi gereken en önemli teknik konunun termoplastik ile termoset arayüzey uyumu olduğu düşünülmektedir.

Yapılan tez çalışmasının literatürde henüz incelenmemiş birçok konuya ışık tutacağı düşünülmektedir:

- İlk defa, tamamen kürlenmiş epoksi bazlı termoset kompozitlerin termoplastiklerle üzerine enjeksiyon yöntemi ile birleştirilmesi incelenmiştir.
- Bahsedilen süreçte, takviye malzemesinin arayüz yüzeyindeki etkisini incelemek için dönüşümlü olarak karbon elyaf ve cam elyaflı termoset kompozitler kullanılmıştır. Ayrıca, enjeksiyon süreç parametreleri özellikle de kalıp sıcaklığının etkisi araştırılmıştır. Üçüncü parametre olarak, soyma kumaşı (İng. peel ply) uygulamasıyla oluşturulan kompozit yüzey pürüzlülüğünün etkisi incelenmiştir.
- İlk defa, üzerine enjeksiyon ara yüzeyinde sıcak eriyiklerin (İng. hot melt) kullanımı ele alınmıştır. Bu amaçla, sıcak eriyik yapıştırıcı tipi (dört tip) ve

yapıştıcı kalınlığının (iki farklı kalınlık) bağlantı performansı üzerindeki etkileri incelenmiştir.

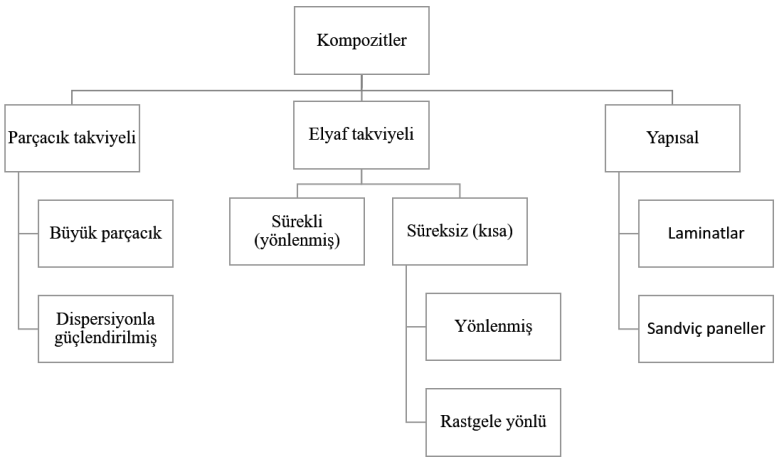
Bu tez çalışması kapsamında, Bölüm 1'de teorik bilgiler ve sonrasında 1.1'de termoset kompozitler hakkında genel bilgi verilmiş, 1.2'de termoplastik malzemelerden bahsedilmiştir. Bölüm 1.3'de ise kompozitlerde kullanılan birleştirme / bağlantı (İng. joining) yöntemleri hakkında bilgi verilmiştir. Bölüm 1.4'de çalışmada kullanılan deneysel teknikler ve cihazların çalışma prensipleri hakkında teorik bilgi verilmiştir. Bölüm 2'de ilgili literatür taramalarına yer verilmiştir. Bölüm 3'de çalışmada kullanılan malzemeler ve yöntemler hakkında detaylı bilgi verilmiştir. Bölüm 4'de çalışma kapsamında elde edilen deneysel bulgular sebep sonuç ilişkileri ile tartışılmıştır. Bölüm 5'te tespit edilmiş olan tüm sonuçlar özetlenmiş ve önerilerde bulunulmuştur. Bu çalışma ile, ileride bu alanda çalışma yapacak olan araştırmacılara ışık tutmak amacıyla elde edilen sonuçlardan hareketle, merak uyandıracak önerilerde bulunulmuştur.

1. TEORİK BİLGİLER

Bu tez çalışmasında üzerinde çalışılan termoset kompozit ve termoplastik malzemeler hakkında literatürde ve sanayide birçok çalışma bulunmaktadır. Bu bölümde, öncelikle bu malzemeler hakkında bilgi verilmiş, sonrasında bu malzemelerin birleştirilmesi için mevcutta kullanılan yöntemler anlatılmıştır. Sonrasında, tez çalışmasında kullanılan karakterizasyon yöntemlerinin temelleri hakkında bilgi verilmiştir.

1.1. Termoset Kompozitler

Kompozitler, matris (İng. matrix) ve takviye malzemesi adı verilen iki bileşenden oluşmaktadır. Matris, polimer, metal veya seramik esaslı malzeme olabilirken, takviye malzemesi çelik, karbür, aramid, naylon, cam veya karbon elyaf veya parçacık (İng. particle) yapıda malzeme olabilmektedir. Kompozit malzeme, en az 2 malzemenin makro boyutta birleşmesiyle oluşmaktadır. Bu malzemelerin üretimindeki amaç, kullanım sırasında gerekli olan özellikleri (ör. dayanım, hafiflik veya esneklik vb) verebilecek birden fazla malzemenin özelliklerini bir arada elde etmektir. Şekil 1.1'de kompozit malzemelerin sınıflandırmasına yönelik bir şema verilmiştir.



Şekil 1.1. Kompozitlerin sınıflandırılması [2]

Kompozit ürünlerin günümüzde mühendisler, tasarımcılar, üreticiler ve yöneticiler tarafından yaygın olarak kabul görmesindeki en önemli etken sunduğu değişik performans avantajlarıdır. Bu üstün yanlar şu başlıklar altında özetlenebilir:

Yüksek mukavemet, hafiflik, tasarım esnekliği, boyutsal kararlılık, yüksek dilektrik direnç, korozyon dayanımı, yüzey uygulamaları, düşük araç / gereç maliyeti.

Bu çalışmada bahsedilen kompozitler; termoset veya termoplastik matrisli, tek ya da çok yönde takviye özelliği sağlayacak şekilde, cam elyafı (GF) ve / veya diğer takviye malzemelerinden yeterli miktarda (uzunluk ve ağırlıkça) katılmış bir polimer matristir.

Elyaf takviyeli kompozitler için, matris fazı çeşitli fonksiyonlara hizmet etmektedir. İlk olarak, elyafları birbirine bağlar ve harici olarak uygulanan bir gerilimin (İng. stress) elyaflara iletildiği ve dağıtıldığı ortam görevi görür; uygulanan yükün sadece çok küçük bir kısmı matris fazı tarafından sönümlenmektedir. Ayrıca, matris malzemesi sünek (İng. ductile) olmalıdır. Ek olarak, elyafın elastik modülü (E'; İng. elastic modulus) matrisinkinden çok daha yüksek olmalıdır. Matrisin ikinci işlevi, mekanik aşınma veya çevre ile kimyasal reaksiyonların sonucunda oluşacak yüzey hasarından elyafları korumaktır [2].

Kompozit endüstrisi üretim proseslerindeki farklı yöntemlerden dolayı termoset ve termoplastik kompozitler olarak ikiye ayrılmıştır. İlk olarak termoset kompozitler hakkında bir gelişme sağlanmıştır. Son zamanlarda takviyeli termoplastik kompozitler hakkında da hızlı bir büyüme yaşanmaktadır. Termoplastiklerin özellikleri ve maliyetlerindeki olumlu gelişmelere bağlı olarak bu eğilimin devam etmesi beklenmektedir.

Termoplastik reçineler ısıtıldıklarında yumuşarlar ve ısıtılmış sıvı haldeyken şekillendirilebilirler. Soğutulduklarında ise katılaşırlar ve bu işlem tersinir (İng. reversible) olarak tekrar edilebilir. Moleküler seviyede, sıcaklık yükseldikçe, artan moleküler hareket ile ikincil bağlanma kuvvetleri azalır, böylece bir gerilim uygulandığında bitişik zincirlerin nispi hareketi kolaylaşır. Erimiş bir termoplastik polimerin sıcaklığı, moleküler titreşimlerin birincil kovalent bağları kıracak kadar şiddetli hale geldiği noktaya yükseltildiğinde ise geri dönüşümsüz bozunma meydana gelir [2].

Termoset reçineler ilk hallerinde genelde sıvı veya düşük ergime noktasındaki katılardır. Son ürüne yönelik olarak kullanıldığında termoset reçineler bir katalizörün, ısının ya da her ikisinin yardımıyla sertleşme aşamasına geçerler. Bu ürünler,

şekillendirilecekleri kalıpta tepkimeye sokulup elde edilirler. Sertleşme tamamlandıktan sonra katı termoset reçineler orijinal sıvı haline döndörülemezler. Ayrıca bu malzemeler çözünmezler. Üretildikten sonra tekrar proses edilemezler. Katı hale getirildikten sonra tekrar ısıtıldıklarında, yumuşamaz, ergimezler, katı hallerini korurlar. Ancak, polimer sistemini oluşturan polimer zincirindeki bağlar ısıtılmaya karşı bir sınır değere kadar direnebilirler. Belli yüksek sıcaklık değerlerine ulaşıldığında bağlar kopabilir ve termoset malzeme bozunarak, tersimez şekilde tepki verir. Termoset malzemeler, klasik yöntemle (ısıtıp soğutularak) şekillendirilemezler.

İlk ısıl işlem sırasında, bitişik moleküler zincirler arasında kovalent çapraz bağlar oluşur. Bu bağlar zincirleri bir arada tutarak yüksek sıcaklıklarda titreşim ve dönme hareketlerine direnmesini sağlar. Çapraz bağlama genellikle zincir mer birimlerinin %10 ila 50'sinin çapraz bağlanması ile gerçekleşir. Sadece aşırı sıcaklıklara ısıtıldığında, bu çapraz bağlar kopar ve polimer bozulmasına neden olur. Termoset polimerler genellikle termoplastiklerden daha sert ve güçlüdür ve daha iyi boyutsal kararlılığa sahiptir. Kompozit endüstrisinde kullanılan en yaygın termoset reçineler; doymamış polyesterler, vinilesterler, epoksiler, fenolikler ve poliüretanlardır [2].

Kompozit malzemelerde takviye amacıyla kullanılan bazı elyafların özellikleri Tablo 1.1'de verilmiştir.

Tablo 1.1. Takviye amaçlı kullanılan bazı elyafların özellikleri [2]

Malzeme	Özgül Ağırlık	Çekme Dayanımı (GPa)	Spesifik Dayanım (GPa)	Elastisite Modülü (GPa)	Spesifik Modül (GPa)
Alüminyum oksit	3,95	1,38	0,35	379	96
Aramid	1,44	3,6-4,1	2,5-2,85	131	91
Karbon	1,78-2,15	1,5-4,8	0,7-2,7	228-724	106-407
Cam	2,58	3,45	1,34	72,5	28,1
Bor	2,57	3,6	1,40	400	156
Silikon karbür	3,0	3,9	1,30	400	133
UHMWPE	0,97	2,6	2,68	117	121

1.1.1. Cam elyaf takviyeli polimerik kompozitler

Cam elyaf (GF) takviyeli polimerik kompozitler, polimer matrisi içinde bulunan sürekli veya süreksiz cam elyaflardan oluşan bir kompozittir; endüstride en fazla miktarda bu kompozitten üretilmektedir. Lif haline getirilen cam elyaf E-cam olarak adlandırılmakta ve cam elyaf çapları genellikle 3 ila 20 μm arasında değişmektedir [2].

Kimyasal bileşimini değiştirerek, camların mekanik, elektriksel, kimyasal, optik ve termal özelliklerinin ve liflere çekilme kolaylığının değiştirilebileceği bulunmuştur. Yaklaşık %80 SiO_2 ve B_2O_3 (tipik olarak %13), Na_2O (%4) ve az miktarda Al_2O_3 ve K_2O içeren Pyrex camı, soda-kireç camından daha güçlüdür ve daha düşük bir termal genleşme katsayısına sahiptir, fakat lif haline o kadar kolay getirilememektedir. Plastik takviyesi olarak kullanmak amacıyla daha kolay lif çekilebilen çeşitli bileşimler tasarlanmıştır. Takviyeli plastiklerde en yaygın olarak kullanılan cam çeşidi, Pyrex bileşiminden türetilen bir kireç-borosilikat cam olan E-cam'dır [3].

Sıvı cam, belirli bir bileşim için uygun bileşenlerin (örneğin E-cam için kum, metal tuzları, borik asit) 1600°C'ye kadar yüksek sıcaklık fırınında karıştırılmasıyla oluşturulur. Sıvı, camın filamanlara (İng. filament) çekildiği, 4000'e kadar delik içerebilen elektrikle ısıtılan platin alaşımı burçlardan (İng. bushing) geçirilir. Filamanların çapı prensip olarak 2.6 ila 27.3 μm arasında değişebilir ve bileşim, viskozite, uç çapı (tip diameter), çekme sıcaklığı (İng. drawing temperature) ve soğutma hızı ile kontrol edilir. Filamanlar birlikte bir iplik (İng. strand) (sıkıca birleştirilmiş) veya fitil (ing. roving) (gevşekçe birleştirilmiş) halinde çekilir, soğutulur ve özel organik kimyasal formülasyonlar ile kaplanır. Bu kaplamanın (İng. sizing) amacı film oluşumu, yağlama, camın aşınmasını engellemek ve polimer matris ile uyumluluk sağlamaktır [3].

Elyaf oluşturma aşamasından toplanan filamanlar, yüksek hızlı bir sarıcı vasıtasıyla bir tüpe sarılabilir. Takviyeli plastiklerde kullanılan iplikler genellikle 9.1 ila 23.5 μm aralığında çaplara sahip filamanlar içerir. Sürekli iplikler, diğer termoset uygulamaları için uygun olacak şekilde, fitiller, dokuma fitiller, kumaşlar (İng. fabric) ve hasırlar (İng. mat) gibi çeşitli başka biçimlere dönüştürülebilir. Ayrıca, kısa iplikler (İng. chopped strand) üretmek için belirli uzunluklarda kesilebilir veya çeşitli termoplastik

ve termoset uygulamaları için daha ince boyutlara öğütülebilir. İlk hammadde karışımının bileşimini değiştirerek, farklı tipte camlar üretilebilir [3].

Cam elyaf takviyesi çeşitli nedenlerle popüler bir malzemedir:

- Erimiş halden kolayca yüksek mukavemetli elyaf çekilebilir.
- Kolayca temin edilebilir ve çok çeşitli kompozit üretim teknikleri kullanılarak ekonomik olarak cam takviyeli plastik kompozit imal edilebilir.
- Elyaf olarak nispeten güçlüdür ve plastik bir matrise eklendiğinde çok yüksek özgül mukavemete sahip bir kompozit elde edilebilir.
- Çeşitli plastiklerle birleştirildiğinde, kompoziti çeşitli korozif ortamlarda kullanılabilir kılan kimyasal tepkimezliğe sahiptir [2].

Cam elyaflar, karbon veya aramid gibi diğer elyaflı takviyelerle karşılaştırıldığında nispeten yüksek bir mukavemet ve makul bir maliyet, ancak daha düşük bir modül (İng. modulus) ile karakterize edilir.

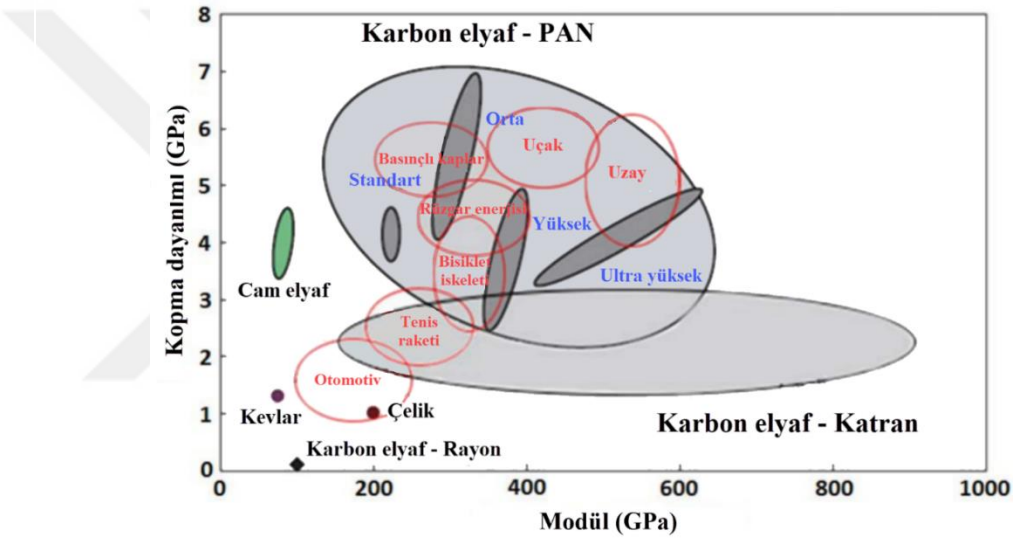
Cam elyaf yanmaz özelliktedir. Mükemmel yüksek sıcaklık direncine ve kimyasal dirence sahiptir ve yüzey silanol grupları yoluyla çeşitli reçinelere veya uyumlaştıcılara kimyasal yatkınlık göstermektedir [3].

Cam elyafların ilk uygulamaları, ısıyla sertleşen reçinelerde sürekli (uzun) takviyelerdi. Süreksiz (kısa) cam elyaf takviyeli termoplastikler ilk olarak 1940'ların sonlarında yani 1950'lerin başında cam takviyeli naylon ve polistiren olarak geliştirilmiştir ve o tarihten itibaren çeşitli ticari ve mühendislik termoplastiklerinde cam elyafın kullanımında önemli bir artış olmuştur [3].

Birçok cam elyaf takviyeli kompozit uygulaması vardır: otomotiv ve deniz aracı gövdeleri, plastik borular, saklama kapları ve endüstriyel zeminler. Ulaştırma endüstrisi, araç ağırlığını azaltmak ve yakıt verimliliğini artırmak için her geçen gün artan miktarda cam elyaf takviyeli plastik kullanmaktadır. Otomotiv endüstrisi tarafından bir dizi yeni uygulama halen araştırılmaktadır [2].

1.1.2. Karbon elyaf takviyeli polimerik kompozitler

Yaklaşık 7 µm çapındaki binlerce lifin bir araya gelmesinden oluşan karbon elyaf, çeliğe göre yaklaşık 3 kat daha dayanıklı ve 5 kat daha hafif bir hammaddedir [4–10]. Karbon elyaf üretiminde üç öncül madde (İng. precursor) kullanılır, bunlar Rayon, PAN (poliakrilonitril), ve zifttir (petrol katranı zifti ve kömür katranı zifti). Bunlardan kullanımı en yaygın olan PAN (poliakrilonitril) esaslı karbon elyaflardır. Şekil 1.2 farklı karbon elyafların kopma dayanımı-modül diyagramını kullanım yerleri ile birlikte göstermektedir [11]. PAN ve katran esaslı (İng. pitch based) karbon elyafların bazı özellikleri Tablo 1.2 ve 1.3'te verilmiştir [9].



Şekil 1.2. Farklı elyafların kopma dayanımı-modül diyagramı [11]

Karbon elyaflar tamamen kristalin değildir, ancak hem grafitik hem de kristalin olmayan bölgelerden oluşmaktadır. Kristalin olmayan bu alanlar, grafitin karakteristiği olan altıgen karbon ağlarının üç boyutlu sıralı düzenlemesinden yoksundur [2].

PAN esaslı bir karbon elyafın grafen tabakalarının dalgalı kurdela benzeri kristalitleri bulunmaktadır [9]. Bu kristalitler az veya çok eksene paralel şekilde yerleşmiştir. Her bir kristalit çoklu tabakadan oluşmaktadır. Her tabaka grafen olarak isimlendirilen hekzagonal yapıda (İng. structure) düzenlenmiş karbon atomlarından meydana gelmektedir. Tabaka içindeki kuvvetli C-C kovalent bağları yüksek dayanım ve sertlik verirken tabakalar arasındaki zayıf van der Waals bağları ısı ve elektrik iletiminin

artmasına neden olur [9]. PAN esaslı karbon elyafın elementel mikro dokusal birimi (EMU; İng. Elemental Microtextural Unit) birçok temel mikroyapısal birimden oluşur (BMU; İng. Basic Microstructral Unit) [12].

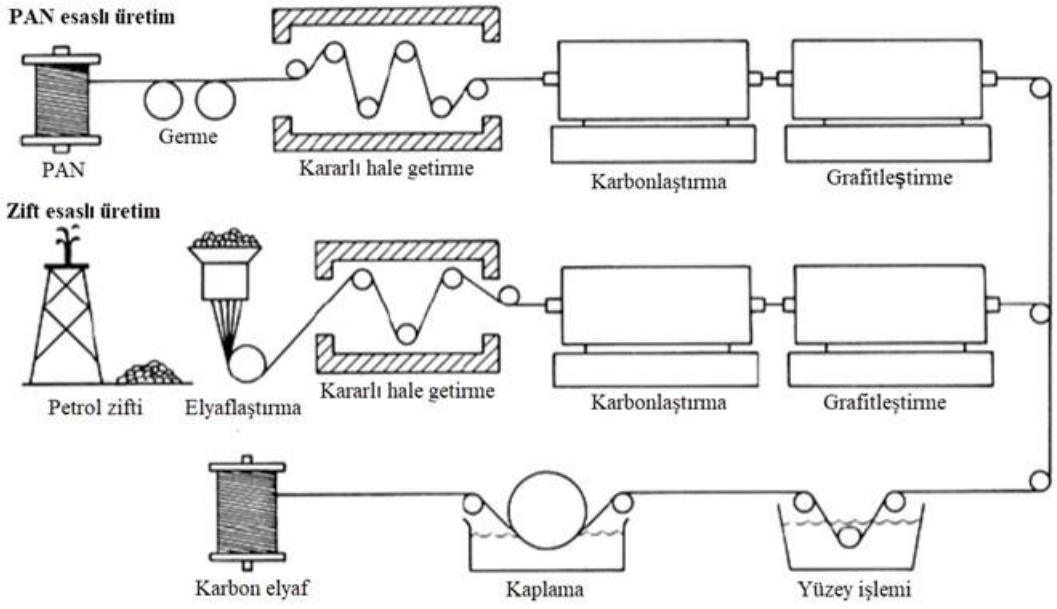
Tablo 1.2. PAN esaslı karbon elyafların özellikleri [9]

Özellik	Birim	Ticari	Uzay-Uçak Endüstrisi		
		Standart modül	Standart modül	Orta modül	Yüksek modül
Modül	GPa	228	220-241	290-297	345-448
Kopma dayanımı	MPa	380	3450-4830	3450-6200	3450-5520
Kopmada uzama	%	1,6	1,5-2,2	1,3-2,0	0,7-1,0
Elektriksel özdirenç	μΩ.cm	1650	1650	1450	900
Isıl iletkenlik	W/m.K	20	20	20	50-80
Isıl genleşme katsayısı (eksen yönünde)	10^{-6}.K	-0,4	-0,4	-0,55	-0,75
Yoğunluk	g/cm^3	1,8	1,8	1,8	1,9
Karbon içeriği	%	95	95	95	99+
Lif çapı	μm	6-8	6-8	5-6	5-8
Önemli üreticiler		Zoltek, Fortafil, SGL	BP Amaco, Hexcel, Mitsubishi Rayon, Toho, Toray, Tenax, Soficar, Formosa		

Tablo 1.3. Katran esaslı karbon elyafların özellikleri [9]

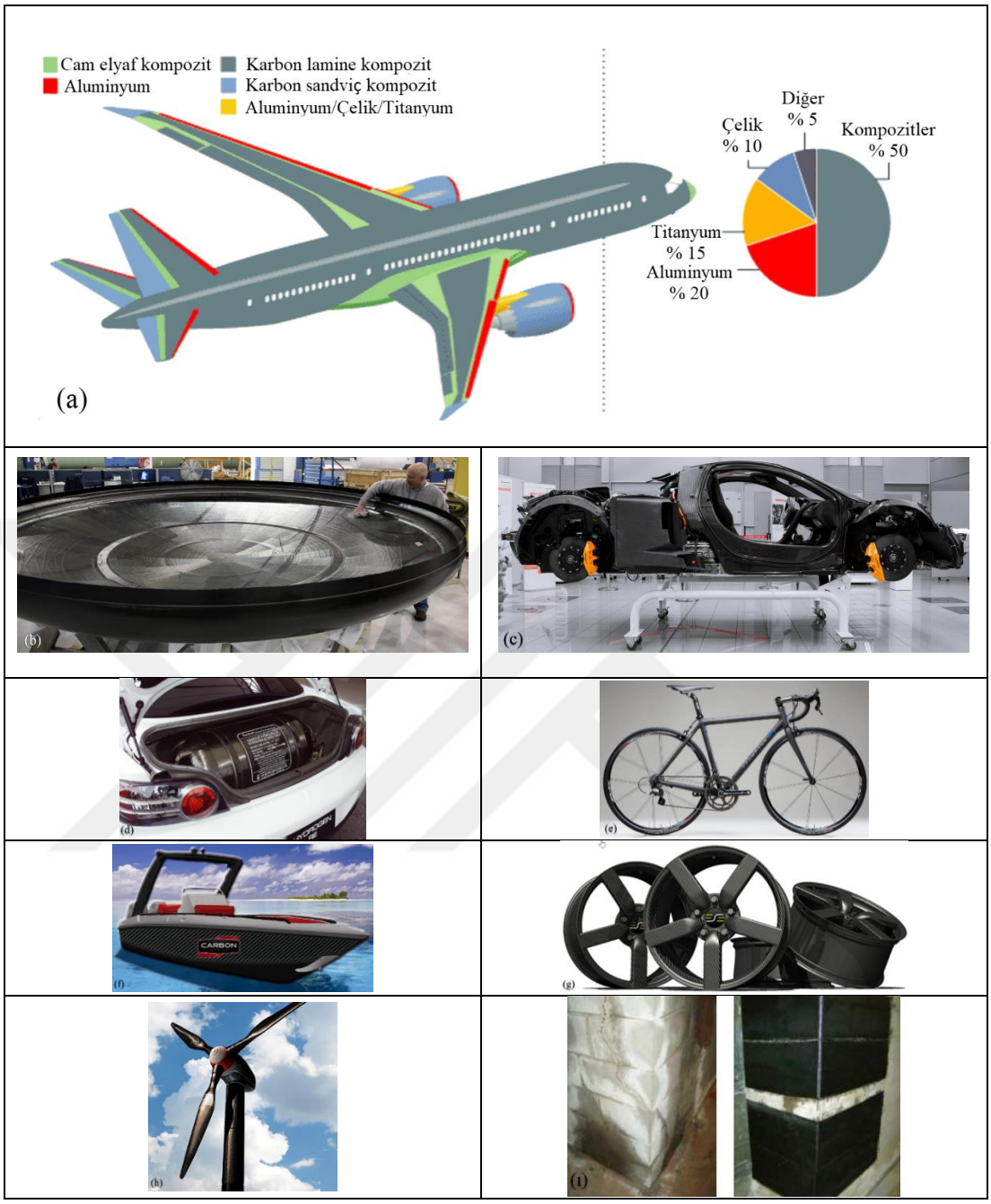
Özellik	Birim	Düşük modül	Yüksek modül	Ultra yüksek modül
Modül	GPa	170-241	380-620	690-965
Kopma dayanımı	MPa	1380-3100	1900-2750	2410
Kopmada uzama	%	0,9	0,5	0,4-0,27
Elektriksel özdirenç	μΩ.cm	1300	900	220-130
Isıl iletkenlik	W/m.K	-	-	400-1100
Isıl genleşme katsayısı (eksen yönünde)	10^{-6}.K	-	-0,9	-1,6
Yoğunluk	g/cm^3	1,9	2,0	2,2
Karbon içeriği	%	97+	99+	99+
Lif çapı	μm	11	11	10
Önemli üreticiler		BP Amaco, Mitsubishi Kasei	BP Amaco, Mitsubishi Kasei	BP Amaco

PAN ve katran esaslı karbon elyaf üretim süreçleri Şekil 1.3'de gösterilmiştir [9]. Öncül madde elde edildikten sonra, üretimin ilk aşaması olan germe ve ısı uygulanmasıyla (200-300°C), oksijen atmosferinde moleküllerin daha da yönlendirilmesi ve çapraz bağlanması işlemidir. Böylece moleküller sonraki yüksek sıcaklık piroliz işlemlerinde bozulmaya uğramayacak kararlı hale getirilirler (İng. stabilization). Bir sonraki aşama standart ve orta modül elyaf eldesi için 1000 ile 2000 ^{o}C arasında inert atmosferde (genellikle saf N_2) piroliz işlemidir. Bu karbonlaştırma (İng. carbonization) işlemi ile karbon içeriği % 95'e çıkarılır. Yüksek modül elyaf eldesi için karbonlaştırma sonrasında 2000-3000 ^{o}C'de inert atmosferde (Ar veya N_2) grafitleştirme (İng. graphitization) işlemi gerçekleştirilir ve karbon içeriği % 99'un üzerine çıkarılır. Son aşama, yüzeyi temizlenmesi ve fonksiyonel grupların yüzeye bağlanmasıdır. Bu işlem (İng. sizing) elyafın matriks reçineleri ile kuvvetli bağ oluşturmasını sağlar [8,9].



Şekil 1.3. Karbon elyaf üretim süreci [9]

Karbon elyaf, ağırlıklı olarak; uzay ve havacılık sektöründe, kara ve deniz taşımacılığında, endüstriyel malzemelerde, bina ve alt yapı güçlendirmelerinde, rüzgar santrallerinde, spor malzemelerinde, uçak ve roket sistemlerinde, kişisel koruyucu ekipmanlarda, basınçlı kaplarda yoğun olarak tercih edilmektedir (Şekil 1.4) [10,13–21].



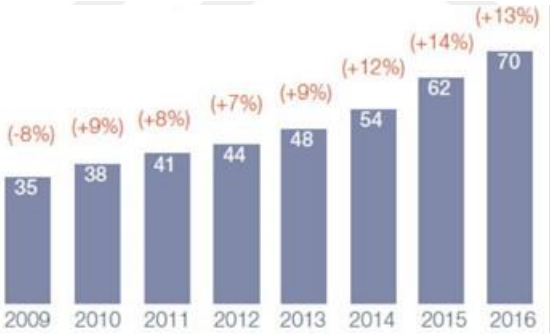
Şekil 1.4. Karbon elyaf kullanım alanlarına örnekler; (a) Boeing 787 Dreamliner uçağında karbon elyaf kullanımı [13], (b) Dragon uzay kapsülünün ısı kalkanında karbon elyaf kullanımı [14], (c) McLaren firması tarafından üretilen aracın karbon elyaf monokok (İng. monocoque) şasisi [15], (d) Mazda RX-8 aracında kullanılan karbon elyaf takviyeli hidrojen tankı [16], (e) Crumpton (USA) firması tarafından üretilen karbon elyaf iskeletli bisiklet [17], (f) dünyada ilk kez %100 karbon elyaf ile üretilen Paragon Super Sport 28 tekne [18], (g) ESE firması tarafından çelik ve alüminyum jantlara alternatif olarak üretilen karbon elyaf jantlar [19], (h) SITA Composites s.r.l firması tarafından üretilen karbon elyaf rüzgar enerjisi türbin kanatları [20], (ı) yapıların sismik, balistik korunmasında, hasarlı bölgelerin onarımında ve su geçirmezlik sağlanmasında karbon elyaf kullanımı [21]

Karbon, ileri teknoloji polimer matrisli kompozitlerde en yaygın kullanılan yüksek performanslı bir elyaf malzemesidir. Bunun nedenleri şu şekilde sıralanabilir [2]:

- Karbon elyaflar, tüm takviye edici elyaf malzemeler arasında en yüksek spesifik modül ve mukavemete sahiptir.
- Yüksek gerilme modülü ve mukavemetlerini yüksek sıcaklıklarda dahi koruyabilirler; bununla birlikte yüksek sıcaklıkta oksidasyon bir sorun olabilir.
- Oda sıcaklığında karbon elyaflar nemden, çeşitli solventler ile asitler ve bazlardan etkilenmez.
- Bu elyaflar üstün fiziksel ve mekanik özellikler sergilediğinden bu elyafları içeren kompozitlerin özel mühendislik özelliklerine sahip olmasını sağlar.

Nispeten ucuz ve düşük maliyetli olan elyaf ve kompozit üretim süreçleri geliştirilmiştir [2].

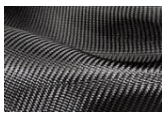
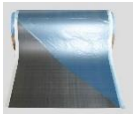
Stratejik bir ürün olan karbon elyafa talep (global bazda) Şekil 1.5'de verilmiştir. Şekilde verilen yüzde değerler yıldan yıla değişimi göstermektedir [22].



Şekil 1.5. Global karbon elyaf talebi (x1000 ton), yüzde değerler yıldan yıla değişimi göstermektedir [22]

Ülkemizde karbon elyaf üretimi PAN esaslı olarak 2009 yılında AKSA Akrilik Kimya Sanayii A.Ş. tarafından Yalova tesislerinde yıllık 1500 ton kapasite ile başlamıştır. Firma, Dow Chemical Company ile 2012'de 50:50 ortaklığa giderek DowAksa adını almıştır. DowAksa, 2019 yılı rakamları ile yıllık 3500 ton üretim yapmakta olup bu rakam dünya karbon elyaf üretiminin %3'ünü oluşturmaktadır. Tablo 1.4, karbon elyaf ürünleri ve kullanım alanlarını göstermektedir [23–30].

Tablo 1.4. Karbon elyaf ürünleri ve kullanım alanları [23–30]

Ürün	Görünüm	Kullanım alanları
Lif (İng. Filament); bükümlü, bükümsüz ve bükümlü-bükümsüz; çok sayıda sayısız liften oluşan bir iplik [24]		CFRP, CFRTP veya C/C kompozitler için reçine takviye malzemesi*. Uçak/havacılık sanayi, spor eşyaları ve endüstriyel parçalar
Kesik iplik (İng. Staple yarn); kesik liflerden eğirilen iplik [25]		Isı yalıtım malzemesi, Sürtünme önleyici malzeme, C/C kompozit parçalar
Dokunmuş kumaş (İng. Woven fabric); Lif ya da kesik iplikten dokunan kumaş [26]		CFRP, CFRTP veya C/C kompozitler için reçine takviye malzemesi*. Uçak/havacılık sanayi, spor eşyaları ve endüstriyel parçalar
Örgü (İng. Braid); Lif ya da tovdan yapılan iplik örgüsü [27]		Tüp şeklindeki ürünlerin desteklenmesinde kullanılan reçine takviye malzemesi
Kırpılmış elyaf (İng. Chopped fiber); Kaplanmış ya da kaplanmamış kırpık elyaf [28]		PA, PPA, PC, PPS, PP, PEEK, epoksi, beton ve lastik karışımına katılarak; ilgili malzemenin mekanik performansını, aşınma özelliklerini, elektriksel iletkenliğini ve ısı direncini iyileştirir **. Elyaf uzunluğu: 0,3 - 120 mm
Öğütülmüş (İng. Milled); elyafın değirmende öğütülmesiyle üretilen toz [28]		Termoplastik, termoset ürünlerde ve katmanlı üretimde (İng. additive manufacturing); malzemenin mekanik performansını, aşınma özelliklerini, elektriksel iletkenliğini ve ısı direncini iyileştirmek için kullanılır. Elyaf uzunluğu: 80 - 300 µm
Keçe halı (İng. Felt, Mat); Kesik ipliğin taraklanması ve organik bağlayıcılarla kuvvetlendirilmesi ile üretilir [29]		Isı yalıtım malzemesi, korozyona dayanıklı süzgeç taban malzemesi
Kağıt (İng. Paper); ıslak ya da kuru kağıt üretim yöntemiyle kesik iplikten yapılmış kağıt [26]		Anti-elektrostatik tabakalar, elektrodlar, hoparlör konu ve ısıtma plakası. Kalınlığı 90 µm – 3,1 mm arasında
Ön reçinelenmiş kompozit (İng. Prepreg); karbon elyaftan oluşan yarı sertleştirilmiş tabaka şeklinde ara ürün [30]		Uçak/havacılık sanayi, spor eşyaları ve hafiflik ve üstün performans gerektiren endüstriyel parçalar

(*) CFRP: karbon elyaf takviyeli plastik, CFRTP: karbon elyaf takviyeli termo plastik, C/C: karbon/karbon, (**) PA: poliamid, PPA: polifitalamid, PC: polikarbonat, PPS: polifenilen sülfit, PP: polipropilen, PEEK: polieter eter keton

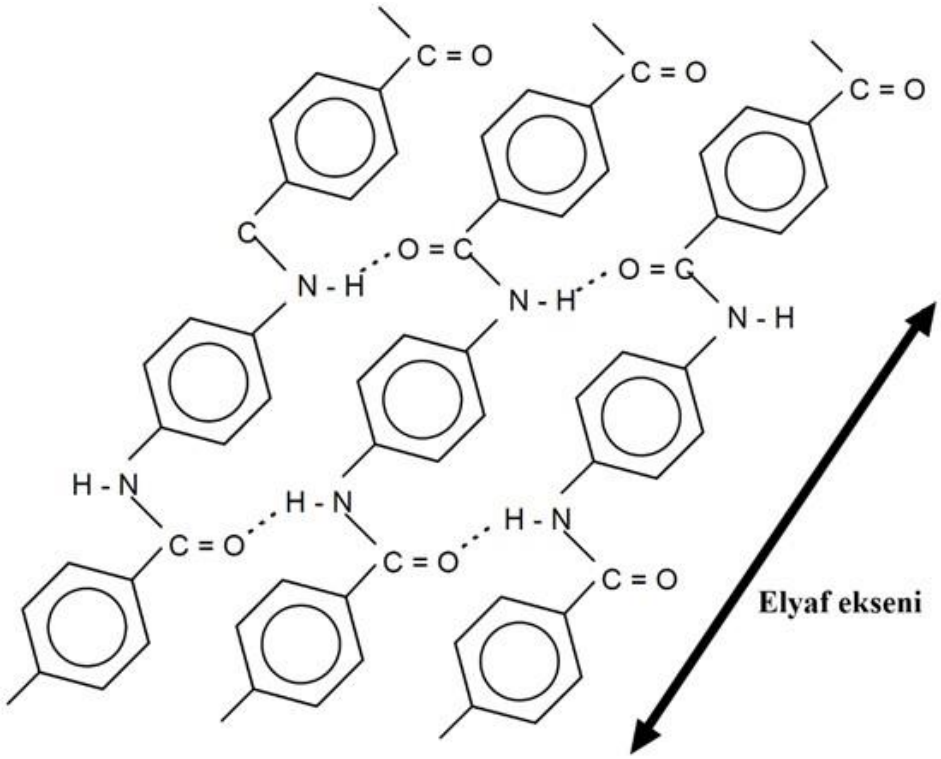
1.1.3. Aramid elyaf takviyeli polimerik kompozitler

Aramid elyaflar, 1970'lerin başında bulunan yüksek mukavemetli, yüksek modüllü malzemelerdir. Özellikle metallerden daha üstün ağırlık - mukavemet oranına sahip olması dikkati çekmektedir. Kimyasal olarak, bu malzeme grubu poli parafenilen tereftalamid olarak bilinir. Aramid, aromatik poliamid için kısaltma olarak kullanılmaktadır. Çok sayıda aramid malzeme bulunmaktadır; en yaygın ikisinin ticari isimleri Kevlar ve Nomex'tir [2].

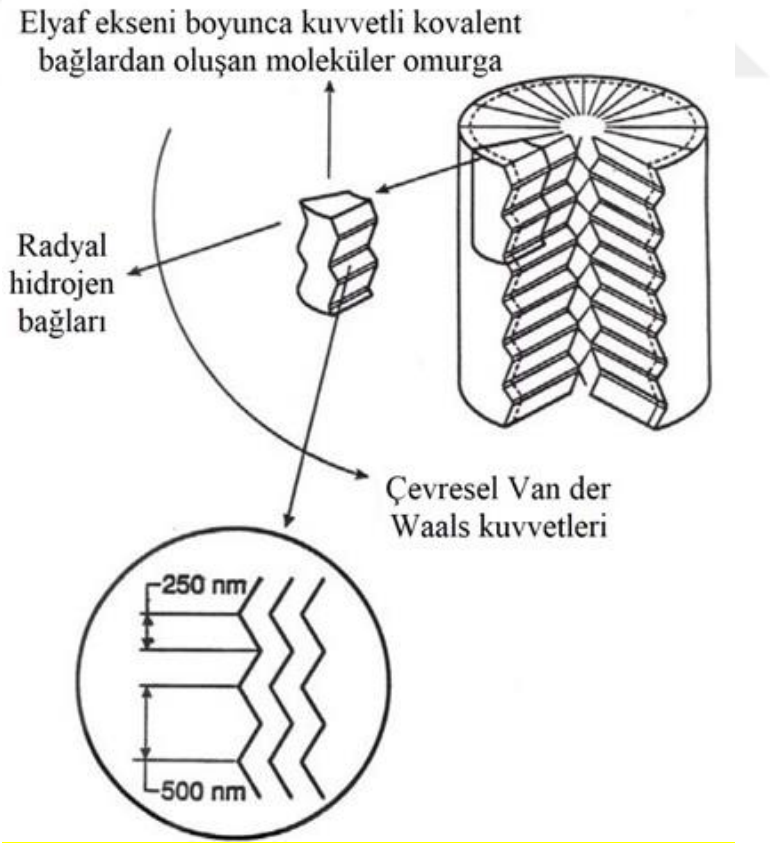
Sentez sırasında rijit moleküller, sıvı kristal alanları olarak elyaf ekseni yönünde hizalanmaktadır. Mekanik olarak, bu elyaflar diğer polimerik elyaflardan daha yüksek olan uzunlamasına gerilme mukavemeti ve modülüne sahiptir; ancak basma yönünde nispeten zayıftır. Ayrıca, bu malzeme tokluğu, darbe dayanımı ile sürünme ve yorulma hasarına karşı direnci ile bilinir. Aramidler termoplastik olmasına rağmen, yine de yanmaya karşı dirençlidir. Mekanik özelliklerini korudukları sıcaklık aralığı nispeten yüksek sıcaklıklardır; -200 ve 200 ^{o}C arasındadır. Güçlü asit ve bazlar tarafından bozunabilirler, ancak diğer çözücü ve kimyasallarla nispeten tepkimezler [2].

1970'lerde Kevlar® ticari adı ile ilk para-aramid elyaf DuPont firması tarafından üretilmiştir. Yüksek özgül mukavemet ve modül ile mükemmel kimyasal ve ısıl kararlılığa sahiptir. Aromatik halka ısıl kararlılık sağlarken, para yapısı nedeniyle yüksek mukavemet ve modül sergilemektedir. Başlangıçta sürekli elyaf olarak üretilirken, 1980'lerde kısa elyaf, liflenmiş (İng. staple) ve pulpa (İng. pulp) olarak da üretilip geniş kullanım alanları bulmuştur. Homopolimerin kimyasal yapısı Şekil 1.6'da, elyafın yapısı ile birincil ve ikincil bağların durumu da Şekil 1.7'de gösterilmiştir. Şekil 1.8'de DuPont tarafından üretilen Kevlar'ın ticari formları verilmiştir. Günümüzde para-aramid elyaf Twaron® ticari adıyla Teijin (önceleri Akzo) firması tarafından da üretilmektedir [31].

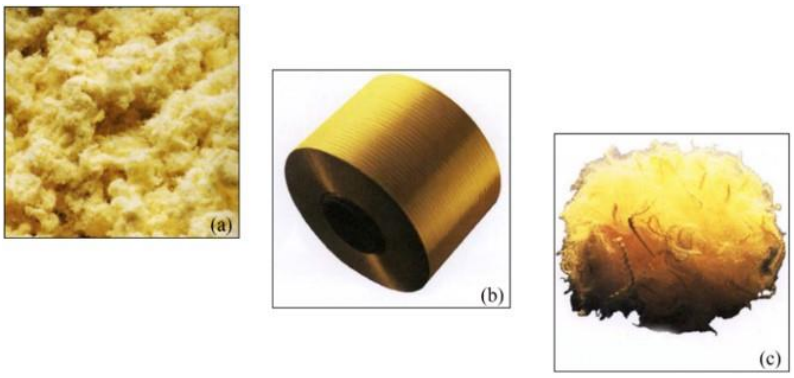
Aramid elyafları çoğunlukla polimer matrisli kompozitlerde kullanılır; yaygın matris malzemeleri epoksiler ve polyesterlerdir. Elyaflar nispeten esnek ve biraz sünek olduğundan, en yaygın olarak tekstil operasyonları ile işlenebilirler. Aramid kompozitlerin tipik uygulamaları, balistik ürünler (kurşun geçirmez yelekler), spor malzemeleri, lastikler, halatlar, füze kutuları, basınçlı kaplardır. Bunun yanında, otomotiv fren ve debriyaj balatalarında ve contalarda asbestin yerini almaktadır [2].



Şekil 1.6. para-Aramid homopolimerin kimyasal yapısı [31]



Şekil 1.7. para-Aramid elyaf yapısı [31]



Şekil 1.8. Kevlar'ın ticari formları; (a) pulpa, (b) iplik, (c) liflenmiş [31]

Sürekli ve yönlenmiş cam, karbon ve aramid elyaf takviyeli epoksi kompozitlerin tipik özellikleri Tablo 1.5'de verilmiştir.

Tablo 1.5. Sürekli ve yönlenmiş cam, karbon, aramid elyaf takviyeli epoksi matris kompozitlerin özellikleri [2]

Özellik (* Boyuna – Enine)	Cam (E-Cam)	Karbon (Yüksek modül)	Aramid (Kevlar 49)
Özgül ağırlık	2,1	1,6	1,4
Çekme Modülü (GPa)*	45 - 12	145- 10	76 – 5,5
Çekme Dayanımı (MPa)*	1020 - 40	1240 - 41	1380 – 30
Max Uzama*	2.3 – 0,4	0,9 – 0,4	1,8 – 0,5

1.1.4. Diğer elyaflar ile takviyeli polimerik kompozitler

Cam, karbon ve aramidler, polimer matrislerine dahil edilen en yaygın elyaf takviyeleridir. Çok daha az miktarlarda kullanılan diğer elyaf malzemeler bor, silikon karbür ve alüminyum oksittir. Bu elyafların çekme modülü, çekme dayanımı, spesifik dayanım ve elyaf formundaki spesifik modülleri Tablo 1.1'de verilmiştir. Bor elyaf takviyeli polimer kompozitler askeri uçak bileşenlerinde, helikopter rotor kanatlarında ve bazı spor ürünlerinde kullanılmaktadır. Silikon karbür ve alümina elyafları tenis raketlerinde, devre kartlarında ve roket burun konilerinde kullanılır [2].

Tasarım özelliklerini karşılayan sürekli elyaf takviyeli plastikleri imal etmek için, elyaflar polimer matris içinde eşit olarak dağıtılmalı ve mümkünse hepsi aynı yönde yönlendirilmelidir. Bu malzemelerin faydalı ürünlerinin üretildiği yeni geliştirilen teknikler arasında pultruzyon, filaman sargısı ve prepreg üretim işlemleri sayılabilmektedir [2].

1.1.5. Parçacık takviyeli polimerik kompozitler

Parçacık takviyeli kompozitler, polimere işleme sırasında silika unu, cam boncuklar, hatta kumun karıştırılmasıyla elde edilir. Parçacık takviyeli kompozitlerde, dolgu maddesinin mukavemete katkısı çok daha az verimli olmaktadır. Sertlik, dayanım ve tokluk bakımından küçük bir kazanç vardır, ancak elyaf takviyeli bir kompozitten çok daha azdır. Avantajı, düşük maliyetlerinde ve sert bir dolgu maddesinin verebileceği iyi aşınma direncinde yatmaktadır [32].

1.2. Termoplastikler

Termoplastik, Latince "ısı ile şekillendirilebilen" anlamına gelir. Katı madde tekrar ısıtılıp ergitilebilir ve soğutulup katılaştırılabilir. Tamamen tersinir olan bu dönüşüm tekrarlanabilir. Termoplastikler uygun çözücülerde çözünebilir ve böylece "çözücü döküm" gibi yöntemlerle şekillendirilebilirler.

Muhtemelen en fazla sayıda farklı polimerik malzeme plastik sınıflandırması altındadır. Polietilen, polipropilen, polivinil klorür, polistiren ve florokarbonlar hepsi plastik olarak sınıflandırılabilir. Çok çeşitli özellik kombinasyonlarına sahiptirler. Bazı plastikler çok sert ve kırılgandır; diğerleri esnektir, gerildiğinde elastik ve plastik deformasyonlar sergiler ve bazen kırılmadan önce önemli ölçüde deformasyon gösterir. Bu sınıflandırma kapsamına giren polimerler herhangi bir derecede kristalliğe sahip olabilirler ve tüm moleküler yapılar ve konfigürasyonlar (doğrusal, dallı, izotaktik, vb.) mümkündür [2].

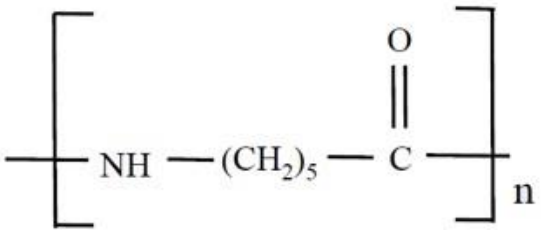
En yaygın kullanılan polimerler termoplastiklerdir. Dünya çapında üretilen polimerlerin neredeyse % 85'i termoplastiktir. Karakteristik geçiş sıcaklıklarının tipine bağlı olarak amorf ve kristalin olmak üzere iki geniş sınıfa ayrılabilirler. Amorf termoplastikler camsı geçiş sıcaklığı (T_g) ile karakterize edilir. T_g üzerinde modül hızla azalır ve polimer sıvıya benzeri özellikler sergiler. Amorf termoplastikler normalde T_g'nin üzerindeki sıcaklıklarda işlenir. Camsı geçiş sıcaklığı polivinil klorür (PVC) için 65°C kadar düşük iken poliamidimid (PAI) için 295°C kadar yüksek olabilir. Kristalin termoplastikler veya daha doğrusu yarı kristalin termoplastikler %20 ila 90 arasında değişen farklı kristallik derecelerine sahip olabilir. Kristalin termoplastikler normalde kristalin fazın erime sıcaklığının ve amorf fazın T_g'si üzerinde işlenir. Erime

sıcaklıkları polieterketon (PEK) için 365°C kadar yüksek, düşük yoğunluklu polietilen (LDPE) için 110°C kadar düşük ve etilen-vinil asetat (EVA) kopolimerleri için daha da düşük olabilir. Soğutulduktan sonra kristalizasyon hızla, tercihen birkaç saniye içinde gerçekleşmelidir. İlave kristalizasyon genellikle soğutmadan sonra ve eriyik işlemeyi takip eden ilk birkaç saat içinde gerçekleşir [3].

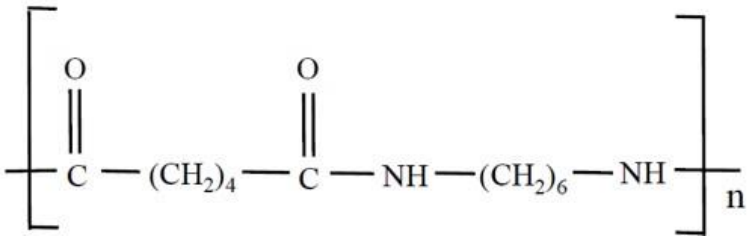
Toplam termoplastik üretiminin % 70'inden fazlası büyük hacimli, düşük maliyetli ticari reçinelerden oluşmaktadır: farklı yoğunluklarda polietilenler (PE), izotaktik polipropilen (PP), polistiren (PS) ve polivinil klorür (PVC). Performans ve maliyet olarak bir sonraki kademede akrilikler, akrilonitril-bütadien-stiren (ABS) terpolimerleri ve yüksek darbe dayanımlı polistiren (HIPS) vardır. Asetaller, poliamidler, polikarbonat, polyesterler, polifenilen oksit ve bunların karışımları gibi mühendislik plastikleri, yüksek performanslı uygulamalarda giderek daha fazla kullanılmaktadır. Sıvı kristal polimerler, polisülfonlar, poliimidler, polifenilen sülfür, polieterketonlar ve floropolimerler, yüksek T_g veya T_m değerleri (290-350°C) nedeniyle ileri teknoloji alanlarında daha fazla yer edinmiştir [3].

Bu tez çalışması kapsamında, termoplastik olarak kullanılan naylonun ana hammaddesi kömür ya da petroldür. Naylonun genel adı poliamid (PA) olup doğrusal polimer amid grupları ile bağlanan monomer birimleriden oluşur. En yaygın kullanılanlar naylon 6 ve naylon 6.6'dır, rakamlar tekrar birim (ler) inde bulunan karbon atomlarının sayısını verir.

Naylon 6, kaprolaktamdan, naylon 6.6 ise adipik asit ve hekzametilendiamin arasındaki yoğunlaşma reaksiyonundan elde edilir. Kimyasal yapıları Şekil 1.9 ve Şekil 1.10'da verilmiştir [32]. Bu çalışmada poliamid 6 (PA6) kullanılmıştır.



Şekil 1.9. Naylon 6'nın kimyasal yapısı [32]



Şekil 1.10. Naylon 6.6'nın kimyasal yapısı [32]

Aynı zamanda doğrusal bir polimer olan naylon, bir yoğuşma reaksiyonu ile elde edilir. İki farklı molekül, daha büyük bir molekül ve bir yan ürün (genellikle H_2O) vermek üzere reaksiyona girer; büyük moleküllerin uçları aktiftir ve bir polimer zinciri oluşturur (Şekil 1.11) [32].



Şekil 1.11. Naylon için yoğuşma reaksiyonu [32]

II. Dünya Savaşı'ndan sonra termoplastiklerin artan gelişimi, birçok iyileştirme ve yeni gelişmeyi beraberinde getirmiş ve günümüzde polimer işleme makineleri ve teknolojilerinin çeşitliliğine yol açmıştır. Termoplastikler için, ekstrüzyon (İng. extrusion) en popüler işleme yöntemidir, tüm ticari termoplastiklerinin yaklaşık % 50'si profil, boru ve boru, film, levha, tel ve kablo üretmek için ekstrüzyon işleminde kullanılır. Enjeksiyon kalıplama (İng. injection molding), bir sonraki en popüler işleme yöntemi olarak takip eder ve işlenen tüm ticari termoplastiklerin yaklaşık % 15'dir. Diğer yaygın yöntemler arasında üflemeli kalıplama (İng. blow molding), rotomolding, termoforming ve perdahlama (İng. calendaring) bulunmaktadır [3].

Termoplastik bir ürünün imalatı için kullanılabilecek üretim yöntemi, üretim ölçeği, makinenin ve kalıbın maliyeti ve münferit işlemlerin yetenekleri ve sınırlamaları ile belirlenir. Örneğin, karmaşık ve hassas şekiller, enjeksiyon kalıplama ile, içi boş nesneler üflemeli kalıplama veya döner kalıplama ile, bunun yanısıra sürekli uzunluktaki parçalar ekstrüzyon ile elde edilebilir [3].

1.3. Kompozitlerde Kullanılan Bağlantı Yöntemleri

Yapıştırmalı bağlantı (İng. adhesive bonding) ve mekanik bağlantı (İng. mechanical fastening) polimer matrisli kompozitler için yaygın birleştirme / bağlantı (İng. joining) yöntemleridir. Genel olarak, Tablo 1.6'da listelenen avantajları nedeniyle mekanik bağlantı yerine yapıştırmalı bağlantı tercih edilir. Hazır kalıplama pestili (SMC; İng. Sheet molding compounds) ve karbon elyaf takviyeli epoksi gibi termoset matris kompozitleri kaynak yapılamamaktadır. Termoplastik matris kompozitleri kaynaklanabilir; ancak onlar için kullanılan kaynak işlemleri metaller için kullanılanlardan farklıdır [33].

Tablo 1.6. Polimer matrisli kompozitlerde yapıştırmalı ve mekanik bağlantı karşılaştırması [33]

Yapıştırmalı bağlantı	Mekanik Bağlantı
• Yükü büyük bir alana dağıtır • Önceden açılmış delikler gerekmez • Düşük stres konsantrasyonu sayesinde daha yüksek yorulma direnci sağlar • Düzlem dışı yükleme nedeniyle hasara açıktır • Yapıya çok az ağırlık ekler • Yapının rijitliğini arttırır • Yapıştırılan yüzeylere zarar vermeden demonte etmek zordur • Bağlantı kalitesini muayene etmek zordur • Bağlanmayı iyileştirmek için kumlama veya primer sürme gibi yüzey hazırlığı gerekebilir • Yüksek sıcaklıklarda kürleme gerekebilir • Kullanım sıcaklığı, nem ve diğer ortam koşullarından etkilenebilir	• Tamir veya ikameler için hızlı ve tekrarlı demontaja, yüzeylere zarar vermeden olanak sağlar • Düzlem dışı yüklemeye karşı daha yüksek dayanım • Stres konsantrasyonuna sebep olan delikler gerektirir. Bu delikler, elyaf sürekliliğini keser ve lokal hasara yol açar (delaminasyon gibi) ve kompozitin dayanımını düşürür • Yapının ağırlığında artışa yol açar • Muayene etmek kolaydır • Herhangi bir yüzey hazırlığı gerekmez • Potansiyel galvanik korozyon problemine yol açabilir. Örneğin, karbon elyaf takviyeli kompozitlerin bağlantısında alüminyum bağlayıcı kullanımı

Polimer matrisli kompozitler mekanik ve termal yükler altında metallerden çok farklı davranış göstermektedir ve buna özellikle dikkat edilmelidir. Çelik ve alüminyum alaşımların aksine, çoğu polimer matris kompoziti, sünek metallerde yaygın görülen gerilimin yeniden dağıtım mekanizmaları olarak kabul edilen akma davranışı ve plastik deformasyon sergilemez. Bu kompozitlerdeki bağlantıların hasar modları da metallerde gözlenen hasar modlarından farklıdır. Ayrıca, sürekli lif içeren polimer matrisli kompozitler izotropik malzemeler değildir, bu nedenle bunların modülleri ve mukavemetleri malzemenin farklı yönlerinde değişir. Bu izotropik olmayan davranış,

metallerde gözlenmeyen, hem civatalı hem de yapıştırmalı bağlantılarda bir tasarım karmaşıklığına sebep olur. Polimer matrisli kompozitlerin bağlantı yerlerindeki tasarım yöntemleri ve hasar tahmini de metallerde uygulananlardan farklıdır [33].

Günümüzde, SMC ve yapısal reaksiyon enjeksiyonla kalıplanmış kompozitler (SRIM; İng. Structural reaction injection molding) gibi rastgele cam elyaf takviyeli kompozitler, otomotiv endüstrisinde kullanılan en yaygın termoset matris kompozitleridir. Bu kompozitlerde yapıştırmalı veya mekanik bağlantı ve ikisinin bir arada kombinasyonu kullanılmaktadır. Civatalar (İng. bolt) en yaygın mekanik bağlantı elemanlarıdır, ancak bazı durumlarda perçinler (İng. rivet) de kullanılır. Sıkıştırma yükünü civata deliği etrafında eşit olarak dağıtmak için pürüzsüz birleşme yüzeyli ve büyük çaplı düz pulların (İng. washer) kullanılması önerilir [33].

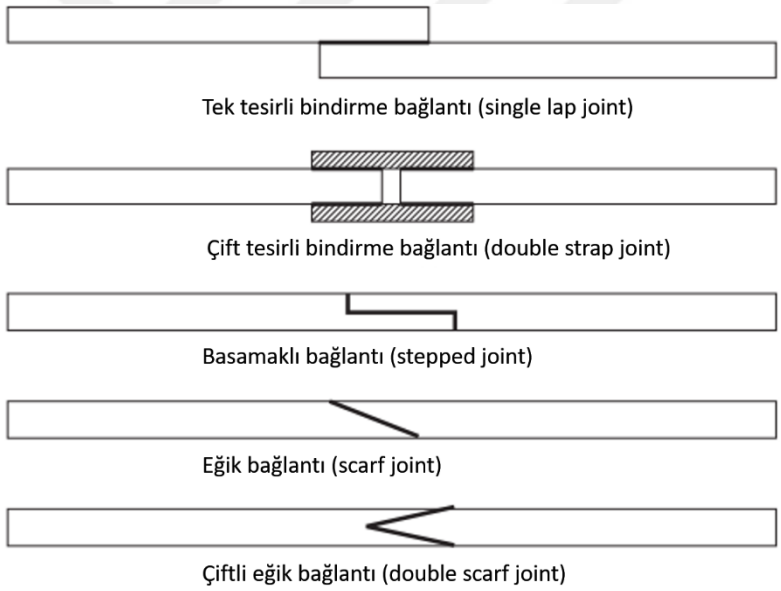
Gelecekteki hafif araç yapılarının, gelişmiş yüksek mukavemetli çelikler ve alüminyum alaşımları gibi, şu anda en çok kullanılan malzemelerden çok daha fazla ağırlık tasarrufu potansiyeline sahip oldukları için önemli miktarlarda karbon elyaf takviyeli kompozitler içermesi beklenmektedir. Karbon elyaf takviyeli epoksi laminatlar havacılık ve uzay endüstrisinde önemli miktarlarda kullanılmaktadır ve bunlarda kullanılan bağlantı yöntemleri, mekanik bağlantı, yapıştırmalı bağlantı ve bu ikisinin kombinasyonudur. Aralarında yapıştırıcı bir tabaka olsun olmasın, bağlantıdaki iki kompozit parçanın aynı anda kürlendirilmesi de kullanılmaktadır [33].

Havacılık ve uzay endüstrisinde kullanılan mekanik bağlantı elemanları perçinler, pimler, iki parçalı civatalar ve titanyum, paslanmaz çelik ve alüminyumdan yapılmış kör bağlantı elemanlarıdır. Bu bağlantı elemanları çok pahalı olduğu için, karbon elyaf takviyeli kompozitler otomotiv uygulamaları için kullanılacaksa, düşük maliyetli bağlantı elemanları ve hızlı bağlantı tekniklerinin geliştirilmesi gerekmektedir. Karbon elyaf takviyeli kompozitler için önemli bağlantı tasarım hususları aşağıdaki gibidir:

- Bağlantı malzemesi ve kompozitin termal genleşmeleri ve kasılmaları (İng. contraction) arasındaki farklar (sıkma yükünü etkileyebilir)
- Delme deliklerinin (İng. drilling hole), deliğin bütünlüğüne ve deliği çevreleyen malzemeye etkisi (Delme, kenardaki ve deliğin yakınındaki kompozitlerde delaminasyon, lif kopmaları vb. yol açabilir)

- Bağlantı elemanı ve kompozit arasına suyun girmesi, kompozitte su emilimine ve özelliklerinde azalmaya neden olabilir.
- Bağlantı elemanında galvanik korozyon olasılığı [33].

Polimer matris kompozitlerde yapıştırmalı bağlantı, derz tasarımına, yapıştırıcı seçimine ve yüzey hazırlığına özel bir dikkat gerektirir. Tek tesirli bindirme (İng. single lap) bağlantılar otomotiv endüstrisinde kullanılan en yaygın bağlantılar olmasına rağmen, kompozitlerde en yüksek bağlantı mukavemetini üretmeyebilirler. Çift tesirli bindirme (İng. double strap joint), basamaklı bağlantı (İng. stepped joint), eğik bağlantı (İng. scarf joint) gibi diğer bağlantı tasarımlarının da dikkate alınması gerekebilir (Şekil 1.12). Bağlantı noktasına bitişik kompozitin yüzey katmanlarında lif oryantasyonu da önemli bir tasarım konusudur [33].



Şekil 1.12. Polimer matrisli kompozitlerde kullanılan yapıştırmalı bağlantılar [33]

Kompozitlerde genellikle üç farklı yapıştırıcı türü kullanılır: epoksiler, akrilikler ve üretanlar. Kompozit bir epoksi matris içeriyorsa epoksi yapıştırıcı tercih edilir. Otomotiv endüstrisinde kompozitlerde yapıştırmalı bağlantı uygulamak için, tek bileşenli bir yapıştırıcı ve kısa kürlenme süresi tercih edilir. Polimer matrisli kompozit için bir yapıştırıcı seçimi yaparken, otomotiv ortamının, yapıştırıcı ve bağlantı performansı üzerindeki kısa ve uzun vadeli etkileri dikkate alınmalıdır [33].

Kompozit laminatların bağlantısı geleneksel olarak mekanik bağlantı veya yapıştırmalı bağlantı ile elde edilir. Hangi yöntemin benimseneceğini seçerken, aşağıdaki hususlar dikkate alınmalıdır:

- Yapısal / malzeme kısıtlamaları - malzeme kalınlığı, farklı malzemelerin birleştirilmesi, yük tipi, yük seviyesi, stres konsantrasyonları, çalışma sıcaklığı ve çevre koşulları.
- Tasarım / estetik kısıtlamalar - ağırlık, demontaj ve pürüzsüz bağlantı dış yüzeyi ihtiyacı.
- Üretim kısıtlamaları - montaj süresi, maliyet, yüzey hazırlama ve delik delme [1].

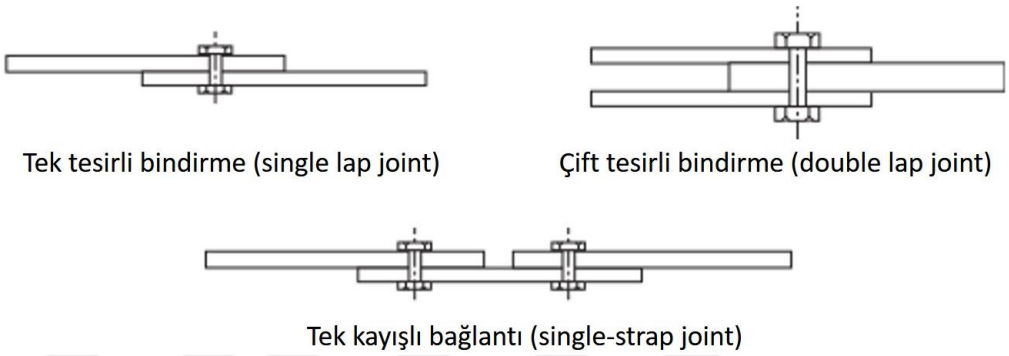
Yapıştırmalı bağlantı ve mekanik bağlantıya ek olarak, her iki tekniği birleştiren hibrit bağlantılar alternatif tasarım olanakları sunar. Böylece, yapıştırıcı ve civatanın, bağlantı tasarımına ve çalışma ortamına bağlı olarak yük aktarım dağılımı ile yükü paylaştığı bağlantılar tasarlanabilir [1].

Plastikler ve kompozitler için kaynak teknikleri de şu anda birçok endüstriyel alanda kullanılan süreçlerdir. Termosetler ve termoplastikler yapıştırıcı ile ve mekanik olarak birleştirilebilirken, kaynak sadece termoplastiklerde yapılabilir. Bunun nedeni, kaynağın malzemenin füzyonuna (veya yumuşamasına) yol açması fakat termosetlerin çapraz bağlı yapıları nedeniyle eriyememesi olarak açıklanabilir. Termoplastik esaslı malzemelerin kaynaklanması halen bazı malzeme sınıfları ve bağlantı konfigürasyonları ile sınırlıdır [34].

Kaynak teknikleri, ısı üretim kaynağının türüne göre temel olarak üç sınıfa ayrılır: iletken, elektromanyetik ve sürtünmeli kaynak işlemleri. İletken ısı kaynağı işlemi, birleştirilen parçalar ile harici bir ısı kaynağı arasında temas yoluyla ısının aktarılması esasına dayanır. Elektromanyetik kaynak tekniği, manyetik alanlar, mikrodalgalar veya foton enerjisi ile moleküler etkileşimin bir sonucu olan konveksiyon veya iletim ile aktarılan ısınmaya dayanır. Sürtünmeli ısıtma esaslı prosesler, basınç altında tutulan parçaların bağıl hareketi nedeniyle oluşan ısı kaynağına sahiptir [34].

1.3.1. Mekanik bağlantılar

İki veya daha fazla komponentin civata veya perçin kullanılarak birleştirildiği mekanik olarak tutturulmuş bağlantılar son 30 yıldır yoğun araştırmalara konu olmuştur. Teorik ve deneysel araştırmalar esas olarak havacılık ve uzay endüstrisine uyarlanmış yüksek performanslı bağlantılara odaklanmıştır [1].



Şekil 1.13. Mekanik bağlantı şekilleri [1]

Mekanik olarak sabitlenen tipik bağlantı konfigürasyonları Şekil 1.13'de gösterilmektedir. En yaygın kullanılan bağlantı konfigürasyonu, tek tesirli bindirme bağlantıdır. Eksantrik yük yolunun bir sonucu olarak bağlantının yapısal performansı zayıf olsa da, bağlantı düşük maliyetlidir ve üretimi nispeten basittir. Bu, tek tesirli bindirme bağlantıları otomotiv endüstrisi için cazip hale getirmektedir [1].

Kompozit malzemelerde bağlantıların davranışını etkileyen birçok faktör vardır. Bu faktörler şu şekilde sıralanabilir:

- Malzeme parametreleri – elyaf tipi ve şekli, elyaf oryantasyonu, reçine tipi, istifleme sırası ve elyaf hacimce oranı.
- Tasarım parametreleri - bağlantı tipi, tabaka kalınlığı, geometri (genişlik, delik çapı, kenar mesafesi vb.), yük yönü ve yükleme tipi.
- Bağlantı elemanı parametreleri - bağlantı elemanı tipi, boyutu, malzemesi ve deseni, sıkma kuvveti, rondela boyutu, bağlantı elemanı delik uyumu [1].

Mekanik bağlantılarda, deliklerden kaynaklanan gerilim konsantrasyonu önemli bir husustur. Bu bağlantılar genellikle polimerlerde yüksek çentik hassasiyeti nedeniyle delik gerilim konsantrasyonuna daha yüksek duyarlılık göstermektedir. Bu, mekanik olarak sabitlenmiş kompozit bağlantıların tipik bir dezavantajıdır [34].

Bu yöntemin avantajları şu şekildedir: (i) yüzey hazırlığına gerek yoktur; (ii) gerektiğinde kolayca sökülebilir; (iii) kontrollü hareket olasılığı; (iv) bazen muayene sadece gözlem yoluyla mümkündür; (v) çekme yönündeki yüke karşı yüksek direnç; (vi) hasar analizi ve tahmini yapılabilir; (vii) maliyeti düşüren ekipman parçaları ve personel eğitimi [34].

Bu yöntemin sınırlamaları şunlardır: (i) delikli bağlantı elemanları gerilim konsantrasyonları yaratır; (ii) bağlantı elemanlarından dolayı ekstra ağırlık; (iii) plastik parçalardan dolayı bağlantı elemanlarının olası galvanik korozyonu ve ayrıca karbon elyaf takviyeli plastiklerde yüksek elektrik iletkenliği nedeniyle hızlanan korozyon oranı; (iv) bağlantılardaki olası sızıntılar; (v) diferansiyel termal (İng. differential thermal) özellikler eklemi gevşetebilir veya kolayca kalıntı gerilmeleri oluşturabilir veya erken hasara neden olabilir; (vi) polimerik matrisin çentik hassasiyeti ve delinmesi; (vii) işleme veya delik delme işleminden sonra delaminasyon ve elyafın yüzeye çıkması nedeniyle kompozit malzemeler için özel dikkat gösterilmelidir [34].

1.3.2. Yapıştırmalı bağlantılar

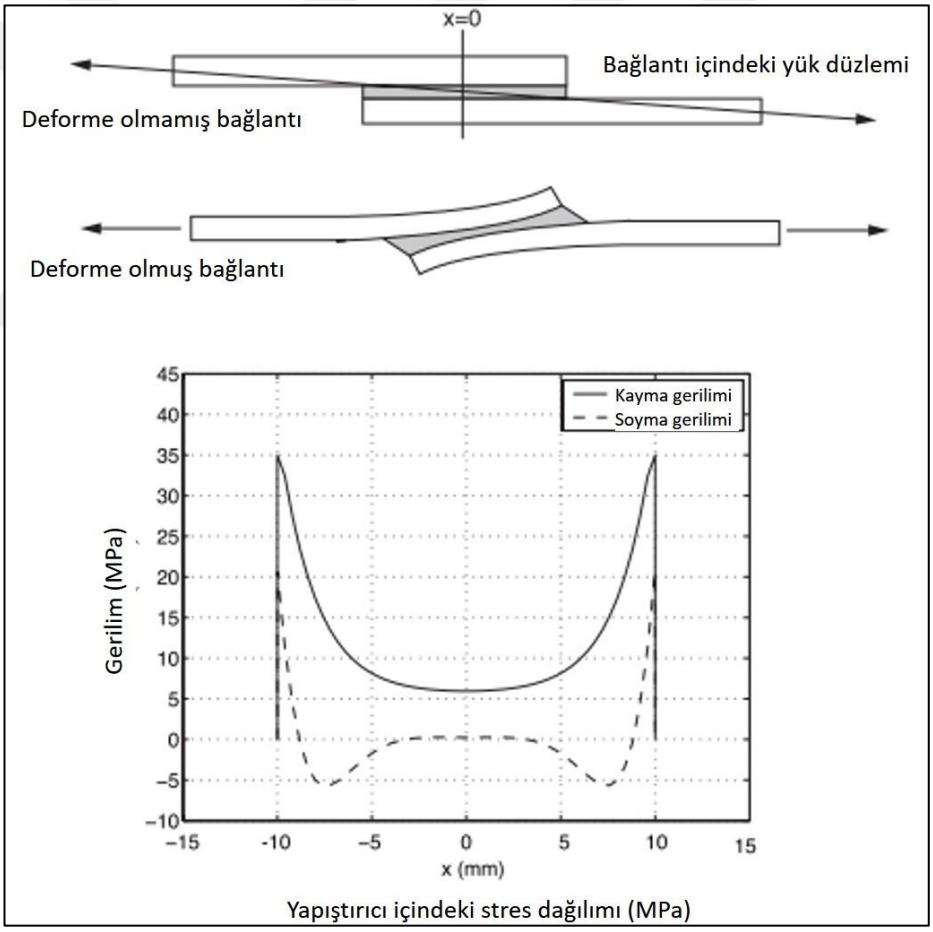
Yapıştırmalı bağlantı uzun yıllardır yüksek mukavemetli yapısal bağlantılar elde etmek için kullanılmaktadır. Yapıştırmalı bağlantı bilimi, yüzey fiziği, kimya ve mekanik gibi birçok alanı kapsamaktadır. Bu alanlarda yapılan araştırmalar, yapışma ile ilgili mekanizmaları tanımlayan farklı teorilerin önerilmesine yol açmıştır [1].

Kompozit yapıları birleştirirken çok çeşitli bağlantı konfigürasyonları mümkündür. Şekil 1.12, en yaygın bağlantı şekillerini göstermektedir. Tek tesirli bindirme ve çift tesirli bindirme konfigürasyonları pratikte en sık bulunan bağlantılardır ve nispeten ince parçaların birleştirilmesi için uygundur. Daha gelişmiş olan basamaklı ve eğik bağlantı konfigürasyonları, daha kalın parçalardan yüksek yükleri aktarmak için kullanılır. Basamaklı ve eğik bağlantıların üretimi daha karmaşıktır ve düşük işleme toleransları gerektirir.

Deneysel ve teorik araştırmalar açısından en kapsamlı incelenen bağlantı konfigürasyonu, tek tesirli bindirmedir. Bağlantı Şekil 1.14'te daha ayrıntılı olarak gösterilmiştir. Bağlantı, basit tasarımı ve kolay montajı nedeniyle yaygın olarak kullanılır. Şekil 1.14, aynı zamanda, düzlem içi yükleme sonucunda yapıştırıcıdaki

gerilim dağılımını da vurgulamaktadır. En yüksek gerilimler, gösterildiği gibi üst üste binmenin uç kısımlarında meydana gelir. Yük bağlantıda eş doğrusal olmadığından, üst üste binmede bir moment oluşur ve bağlantı deforme olduğunda döner. Bu dönme, yapıştırıcının üzerinde, eklemin mukavemetini önemli ölçüde azaltabilen ilave soyma gerilmelerine (İng. peel stress) neden olur [1].

Yapıştırmalı bağlantıların üst üste binme (İng. overlap) uzunluğu, bindirme uzunluğu (İng. overlap length) olarak tanımlanır. Bindirme uzunluğu, bağlantı rotasyonunu, yapıştırıcı gerilme dağılımını ve nihayetinde bağlantının mukavemetini etkileyen önemli bir tasarım parametresidir. Bindirme uzunluğunu arttırmak, eklemin dönmesini azaltmaya yardımcı olacaktır.

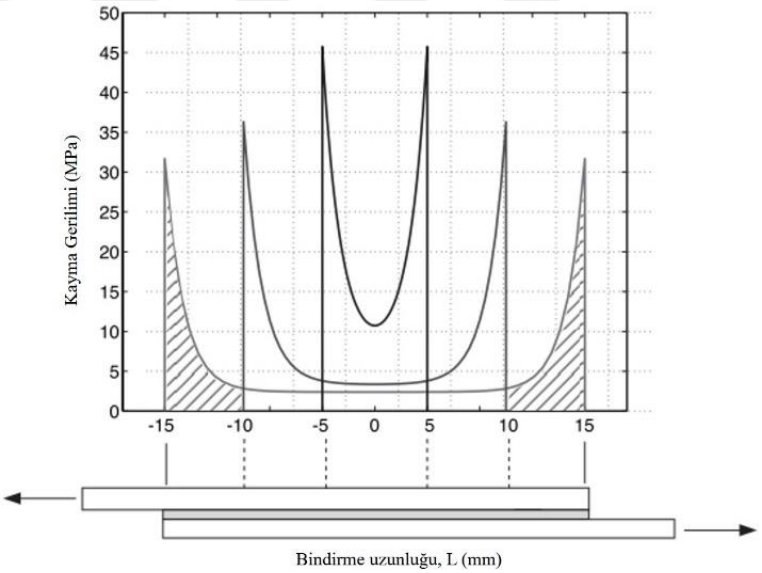


Şekil 1.14. Tek tesirli bindirme bağlantının yapısal davranışı [1]

Yapıştırıcıdaki kayma gerilmesi (İng. shear stress), bindirme uzunluğunun azalmasıyla artmaktadır. Bindirme uzunluğunun merkez bölgesindeki gerilim, bindirme uzunluğunun uç kısımlarında meydana gelen gerilimlerden çok daha azdır (Şekil

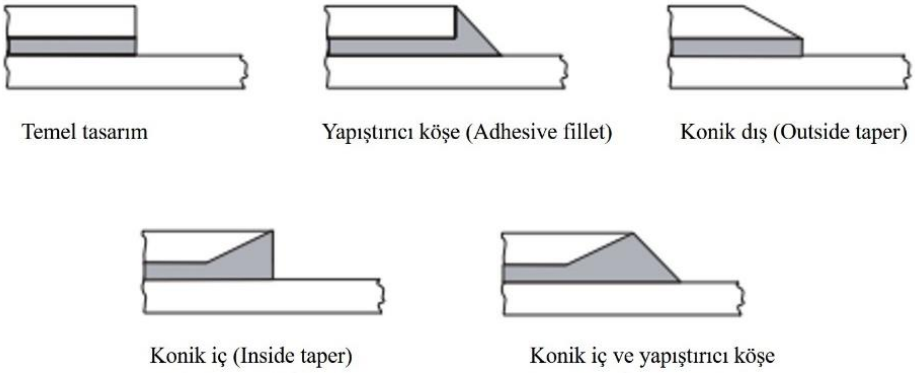
1.15). Bindirme uzunluğunun arttırılması, bağlantının orta bölümünde bir elastik oluk (İng. elastic trough) oluşmasına izin verir [1].

Bağlı bölgelerdeki bindirme bölgesinin uçlarında kritik bölgeler bulunur. Maksimum gerilim, bu bölgelerde meydana gelir. Bağlantı mukavemetini arttırmak için bindirmenin uç kısımlarında yapıştırıcı veya yapıştırılan yüzeylerin geometrisi değiştirilebilir. Dolayısıyla, bindirme bağlantılarda bindirme uç kısımlarının modifikasyonu da araştırılmıştır (Şekil 1.16). Kare kenarlı temel tasarıma kıyasla, yapıştırıcı köşe (İng. adhesive fillet) uygulamasının %28, konik iç (inside taper) ve yapıştırıcı köşe uygulamasının ise %60 oranında mukavemet artışı sağladığı gözlenmiştir. Bindirme uçlarındaki plakaların inceltilmesi soyma gerilimini de azaltmaktadır. Plakanın inceltilmesi, soyma gerilimini azaltmakla beraber, hasar modunu değiştirmekte ve bağlantı mukavemetini arttırmaktadır [1].



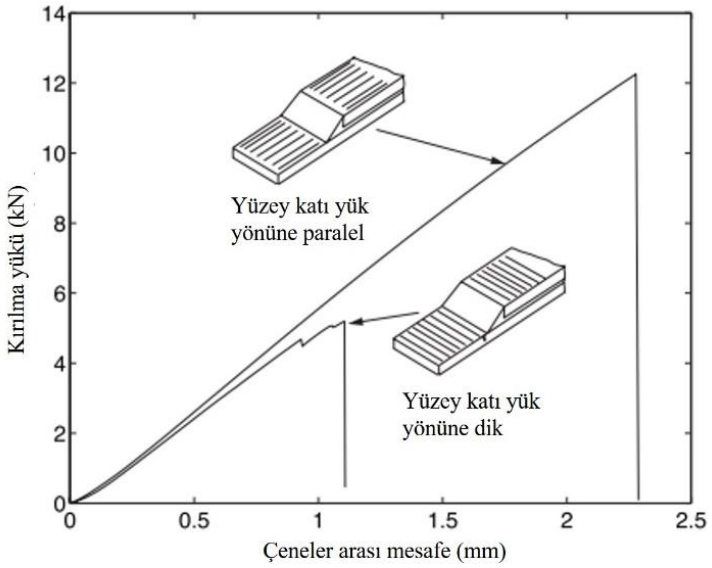
Şekil 1.15. Tek tesirli bindirme bağlantı içerisinde kayma geriliminin dağılımı [1]

Bağlantılar tasarlanırken kolayca göz ardı edilebilen bir başka faktör, elyafın yüzey katındaki oryantasyonudur. Yüzey kat elyafı oryantasyonu (İng. surface ply fiber orientation) ortaya çıkan bağlantı mukavemeti üzerinde önemli bir etkiye sahiptir (Şekil 1.17). Yüzey katı yönü yükleme yönüne paralelken, laminatın yüzeyindeki uzama elyafların varlığı nedeniyle sınırlıdır. Kat mukavemeti de elyaf yönünde maksimum değerdedir. Bu sayede yük yapıştırıcıdan laminatın içine verimli bir şekilde aktarılabilir [1].



Şekil 1.16. Bindirme bağlantılarda bindirme uç kısımlarının alternatif modifikasyonları [1]

Yapıştırmalı bağlantılarda yüzey hazırlığı da kritik bir öneme sahiptir. Polimerler düşük yüzey enerjili malzemelerdir ve yapıştırıcılar polimer yüzeylere kolayca yapışmaz. Yapışma ayrıca plastikleştiriciler ve antioksidanlar dahil olmak üzere birçok endüstriyel malzemede bulunan katkı maddelerinden de etkilenir. İmalat sırasında kullanılan kalıp ayırıcılar da yapışma yüzeylerini kirletebilir.



Şekil 1.17. Yüzey katı oryantasyonunun etkisi [1]

Polimerlerin ve polimer matris kompozitlerinin bağlanmasını geliştirmek için bir takım teknikler geliştirilmiştir. Bu yöntemler esasen birçok polimerik malzemenin yüzeyinde bulunan düşük molekül ağırlıklı tabakayı kaldırmakta veya modifiye etmektedir. Yüzeydeki yapıştırıcının kılcal hareketine (İng. capillary action) izin vermek için yüzey topolojisinin değiştirilmesi de yararlıdır. Polimer matrisli kompozitler için en yaygın olarak kullanılan yüzey hazırlama yöntemlerinden bazıları,

çözücü ile silme ve aşınma, korona deşarj (İng. corona discharge) işlemi, soğuk plazma (İng. cold plasma) uygulaması ve kompozit laminat üretimi sırasında soyma kumaşının kullanılmasıdır [1]. Bu tezde çalışmasında da etkisi araştırılan yüzey hazırlama tekniği soyma kumaşının kullanımıdır.

Yaşlandırılmış ve yorulmaya maruz kalan bağlantıların davranışlarının tahmin edilmesine yönelik teorik modeller geliştirmek halen oldukça zordur. Sıcaklık ve nemin, yapıştırmalı bağlantıların mukavemetini ve yorulma direncini azalttığı gösterilmiştir. Ortam şartları, yapıştırıcının, kompozit laminatın veya yapıştırıcı ile yapışma arayüzünün özelliklerini değiştirebilir. Yüksek sıcaklık ve nem kombinasyonu, polimer zincirlerinin artan hareketliliği nedeniyle nemin malzemeye daha hızlı bir şekilde dağılmasından dolayı çok daha zararlıdır [1].

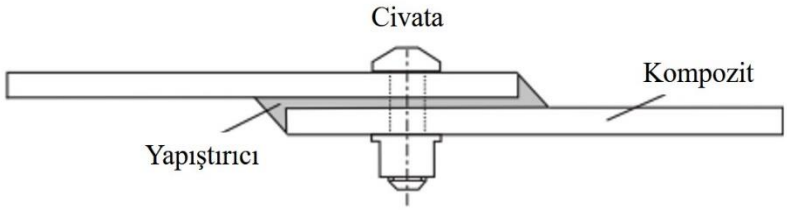
Otomotiv ve demiryolu endüstrisinde, yapıştırmalı bağlantı uygulaması polimer, kompozit ve hafif alaşımlardan yapılan dekoratif parçalardan yapısal parçalara kadar uzanır. Güncel bir otomotiv uygulaması, çelik ve hafif alaşımlar (tamponlar, çamurluklar ve kaput) gibi metallere bağlı karbon / epoksi parçalara sahip olan Lamborghini Murcielago'dur. Bu bağlantı parçaları yapıştırma işlemi sırasında sıkıca kenetlenir (yaklaşık 30 dakikalık çalışma süresi) ve oda sıcaklığında yaklaşık 2 saat süreyle kürlenir [34].

1.3.3. Hibrit bağlantılar

Mekanik ve yapıştırmalı bağlantılara alternatif bir yöntem, her iki tekniği birleştiren hibrit bağlantılardır. Bu bağlantı tipine, havacılık ve uzay uygulamalarında odaklanılmış ve hasar yayılımının sınırlandırılması hedeflenmiştir. Bununla birlikte, hibrit bağlantı sayesinde, birleştirilen parçanın sertleşmesini beklemeden üretimde bir sonraki aşamaya geçmesine izin verilebilir. Bir diğer önemli faktör, çarpışma yüklemesi sırasında bağlantının davranışıdır. Göreceli olarak kısa bindirme uzunluklarına sahip yapıştırmalı bağlantılar hızlıca ayrılabilir. Hibrit bağlantı ise, çarpışma yüklemesi sırasında enerjiyi emmek için alternatif bir yol sağlar ve parçaların ayrılmasını sınırlayabilir [1].

Örnek bir hibrit bağlantı Şekil 1.18'de şematik olarak gösterilmiştir. Yükün yapıştırıcı ile civata arasındaki dağılımı, kompozitlerin bağıl yer değiştirmesiyle alakalıdır.

Yapıştırıcı en güçlü yük yolunu sağlar ve böylece uygulanan yükün çoğunu aktarır. Bununla birlikte, bağlantı deforme olduğunda ve kompozitler arasındaki bağıl yer değiştirme arttıkça, yük civataya aktarılır [1].



Şekil 1.18. Hibrit bağlantı [1]

1.4. Kullanılan Deneysel Teknikler ve Cihazların Çalışma Prensipleri

1.4.1. Üretim teknikleri

Termoset polimer matrisli parçaların imalatı vulkanize edilmemiş veya kısmen kürlenmiş termoset reçinesinin yüksek sıcaklıklarda kürlenmesini içermektedir. Kürlenmemiş veya kısmen kürlenmiş materyali tamamen kürlenmiş bir katıya dönüştüren kimyasal reaksiyonu başlatmak ve sürdürmek için yüksek sıcaklık gerekmektedir. Üretim sırasında, reçine veya elyaf-reçine karışımının kalıp içerisine akışı için gerekli kuvveti sağlamak, elyaf yüzeyini reçine ile ıslatmak, kalıptan havayı dışarı atmak ve münferit katmanları bir laminat haline getirmek için harici basınç kullanılır. Bu iki önemli süreç parametresinin büyüklüğü ve süreleri, kalıplanmış ürün kalitesini ve performansını önemli ölçüde etkiler. Parçayı uygun şekilde kürlendirmek için gereken süreye kür çevrimi (İng. cure cycle) denir. Kürlenme çevrimi üretim hızını belirlediğinden, en kısa sürede uygun kürün elde edilmesi hedeflenir [33].

Mevcut durumda kullanılan birçok termoset kompozit üretim yöntemi mevcuttur. Endüstride en sık kullanılan üretim yöntemleri şu şekilde listenebilir:

- Elle yatırma yöntemi (İng. hand lay-up)
- Püskürtme yöntemi (İng. spray-up)
- Filaman sarma yöntemi (İng. filament winding)
- Reçine transfer kalıplama (RTM; İng. resin transfer molding)
- Yapısal reaksiyon enjeksiyon kalıplama (SRIM)
- Profil çekme / pultruzyon (İng. pultrusion)

- Prepreg kaplama (İng. Prepreg draping)
- Hazır kalıplama (compression molding) : Hazır kalıplama pestili (SMC; İng. sheet moulding composites), Hazır kalıplama hamuru (BMC; İng. bulk moulding composites)
- Vakum Torbalama Yöntemi (İng. vacuum bag molding)

Elle yatırma (İng. hand lay-up) tekniği, elyaf takviyeli polimerlerle yapısal parçalar yapmak için kullanılan en eski imalat işlemlerinden biridir. Elle yatırma güvenilir bir işlem olmasına ve halen kullanılmasına rağmen, doğası gereği çok yavaş ve işçiliği fazla olan bir işlemdir. Son yıllarda, kısmen otomotiv endüstrisinin elyaf takviyeli polimerlere olan ilgisi nedeniyle, yüksek üretim oranlarını destekleyebilen birkaç farklı üretim yöntemi geliştirilmiştir. Basınçla kalıplama (İng. compression molding) ve filaman sarma bu tür iki imalat işlemini temsil eder [33].

RTM ve SRIM gibi sıvı enjeksiyon kalıplama yöntemleri de nispeten yüksek üretim hızlarında karmaşık şekillere sahip kompozit parçalar üretme yeteneğine sahiptir. Bu işlemlerin çoğunluğu yüksek oranda otomatikleştirilebilir [33].

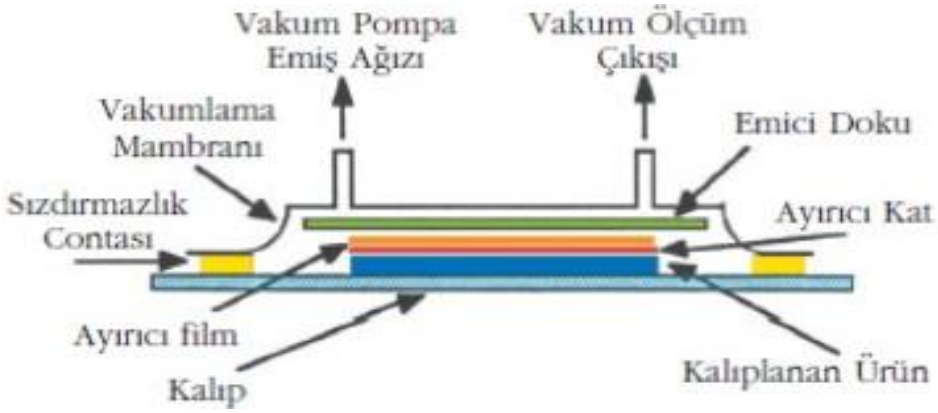
Tez çalışması kapsamında kullanlan vakum torbalama yönteminin detayları aşağıda verilmiştir.

1.4.1.1. Vakum torbalama ile kompozit eldesi

Vakum torbalama ile kalıplama elle yatırma ile benzerlik göstermektedir. Belirgin olan fark ise sertleşme işlemi sırasında basınç uygulanmasıdır. Sertleşme süreci, ayrıca ısı uygulanarak da hızlandırılabilir. Basınçlı torba kalıplama, atmosferik basınçtan daha yüksek basınçların kullanılması gereken uygulamalarda kullanılır. Esnek plastik film reçine emdirilmiş takviye malzemesi üzerine yerleştirildikten sonra, yaklaşık 3.5 bar'lık basınç sertleşme tamamlanana kadar plastik film yüzeyine uygulanır.

Vakumlu torba kalıplama, lamine yapılar yapmak için öncelikli bir kompozit üretim sürecidir ve havacılık endüstrisinde çok yaygındır. Fazla işçilik gerektiren bir süreç olduğundan ve uzun çevrim süreleri içerebileceğinden otomotiv endüstrisinde kullanımı sınırlıdır. Öncelikle prototip otomotiv kompozit parçaları yapmak için kullanılmıştır. Gelecekte özellikle lamine bir yapı kullanılan bileşenler için ve üretim

hacmi nispeten küçükse, tavan panelleri ve taban sacı (İng. floor pan) gibi büyük parçaları üretmek için kullanılabilir [33].



Şekil 1.19. Vakum torbalama prosesinin şematik gösterimi

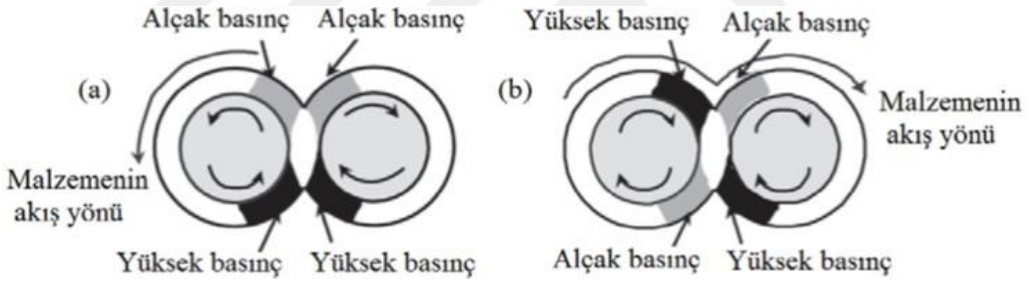
Vakumlu torbalama prosesi Şekil 1.19'da gösterilmiştir. Kalıplama işlemi için başlangıç malzemesi, kısmen sertleştirilmiş termoset bir polimer (tipik olarak epoksi) içerisinde tek yönlü sürekli elyaf veya çift yönlü bir kumaş içeren bir prepregdir. İstenilen şekil, ebat ve elyaf oryantasyonundaki katlar, prepreg rulosundan kesilir ve tasarım gereksinimine göre elle veya otomatik olarak kontrol edilen bir bant döşeme makinesi kullanılarak istiflenir [33].

Elde edilen tabaka kalıp yüzeyine yerleştirilir ve vakum torbası olarak işlev gören esnek bir polimer film ile kaplanır. Vakum torbasının kenarları sızdırmaz hale getirildikten sonra, kürleme için hava sirkülasyonlu bir fırına veya bir otoklav içine yerleştirilir. Vakum uygulaması, vakum torbasından havayı alır. Daha sonra fırındaki veya otoklavdaki sıcaklık, önceden ayarlanmış kürleme sıcaklığına ulaşılana kadar kontrollü bir oranda yükseltilir. Otoklav kürü kullanılırsa, istif içindeki ayrı katları katı bir laminat halinde birleştirmek için düzeneğe pozitif bir basınç uygulanır. Fırında kürlendirme yapılırsa, konsolidasyon bir atmosferde gerçekleşir. Kullanılan reçineye bağlı olarak, sertleştirme işlemi 30 dakika ila birkaç saat sürebilir. Otoklav kalıplama hem vakum hem de pozitif basınç kullandığından, kürlenmiş laminatta fırın kürlemesinden daha iyi konsolidasyon ile beraber daha düşük boşluk içeriği elde edilmesini sağlar ve genellikle kalın laminatların üretimi için önerilmektedir [33].

1.4.1.2. Çift vidalı ekstruder

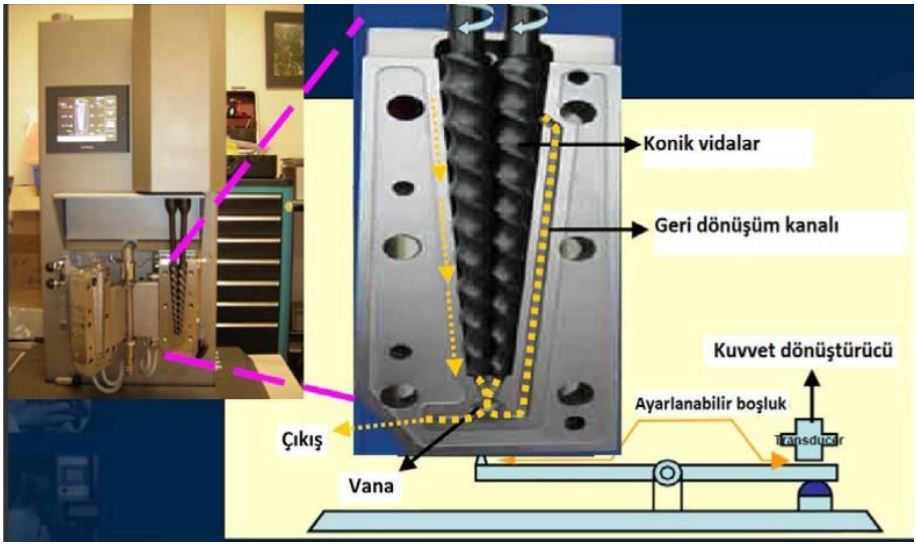
Polimer işleme endüstrisinde en çok kullanılan makine tek vidalı ekstrüder olmasına rağmen çift vidalı ekstrüderler özellikle istenilen özelliklerde karışım hazırlamak için tek vidalı ekstrüderlere kıyasla daha çok tercih edilirler. Bu ekstrüderler yaygın olarak, harmanlama, profil çekme, kabarcık giderme, eriyik fazda kimyasal reaksiyonlar için kullanılırlar. Tek ve çift vidalı ekstrüderlerde taşınım tipi farklıdır. İç içe geçen çift vidalı ekstrüderdeki taşınım pozitif yer değiştirme taşınımıdır. Çift vidalı ekstrüderlerde aynı yönlü ve ters yönlü, iç içe geçmiş ve iç içe geçmemiş gibi vida tasarımları mevcuttur [35].

Çift vidalı ekstrüderlerde vidaların dönme yönü, ilerleyen eriyiğe uygulan basıncın konumunu, kayma gerilimi miktarını, eriyiğin vida üzerindeki ilerleme şeklini ve süresini etkilemektedir. Şekil 1.20'deki gösterimde eriyik malzemeye uygulanan basınçların konumlarının vidaların dönme yönü ile ilişkisi gösterilmiştir.



Şekil 1.20. Vidaların dönme yönünün eriyik üzerine uygulanan basınca ve eriyiğin vida üzerinde ilerleme yönüne etkisi [36]

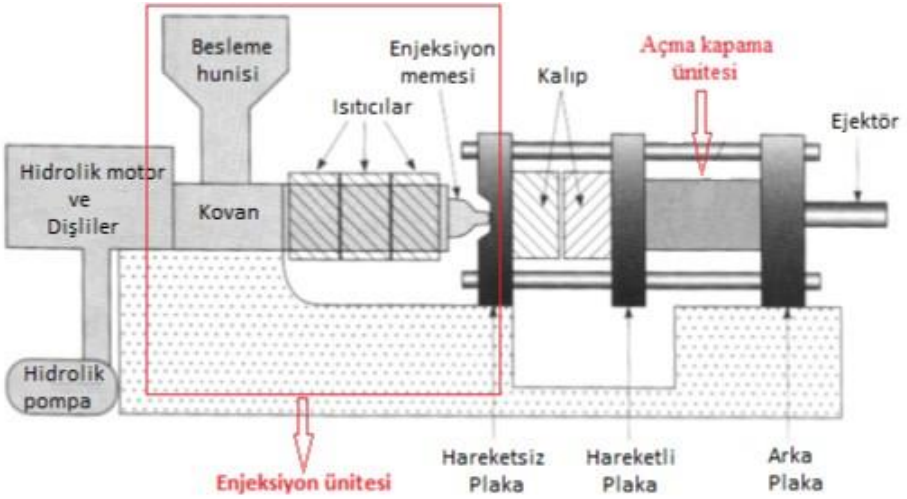
Bu çalışmada 15 ml hacimli laboratuvar tipi, yarı kesikli, aynı yönlü dönen çift vidalı, konik bir ekstrüder kullanılmıştır. Bu ekstrüder, kafa kısmının hemen ardındaki bir vana ve geri besleme kanalı sayesinde kesikli olarak işletilebilme olanağına sahiptir. 15 ml polimer ile doldurulan ekstrüder, eriyiğin vida boyunca ilerleyip, karışmasını takiben bir geri besleme kanalı yardımıyla ekstrüder girişine geri dönmesi prensibine göre çalışmaktadır. Bu sayede karıştırma süresi boyunca eriyik oldukça uzun, sürekli bir çift vidadan geçiyormuş gibi karışır. Karışım süresi sonunda eriyik, bir vana yardımıyla çıkışa doğru yönlendirilerek geri döngü yerine dışarıya akması sağlanır (Şekil 1.21) [37].



Şekil 1.21. Laboratuvar tipi ekstrüderin çalışma prensibi

1.4.1.3. Enjeksiyon kalıplama

Enjeksiyon kalıplama temel olarak eritilen bir termoplastiğin yüksek basınç altında bir kalıba basılması işlemidir. Bu işlem ile istenilen şekillerde ürünler elde edilir. Özellikle termoplastiklerin işlemesinde kullanılır. Bazı önlemler alınarak termosetlere de uygulanabilir.

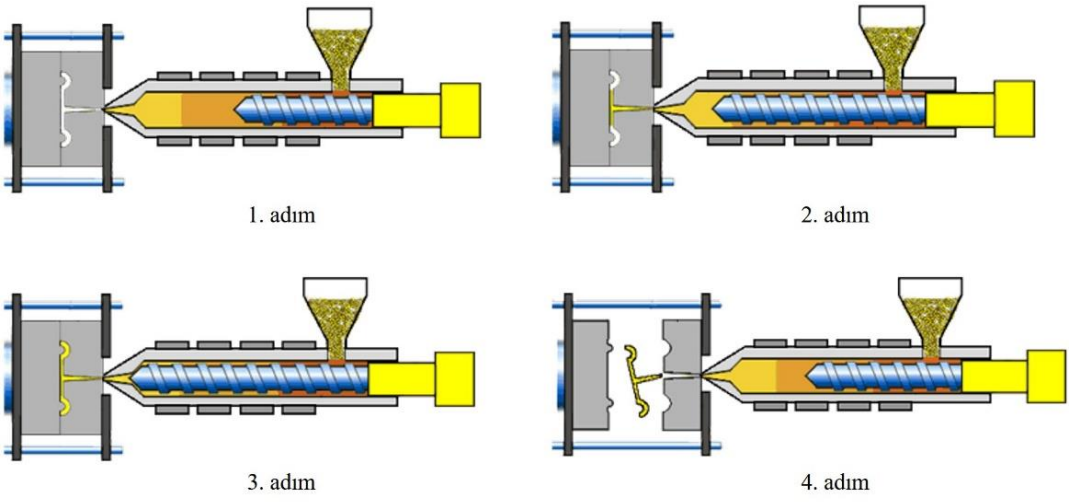


Şekil 1.22. Enjeksiyon cihazının kısımları [37]

Enjeksiyon cihazı, enjeksiyon ve kapatma ünitesi olmak üzere iki kısımdan oluşur. Enjeksiyon ünitesi, malzemenin eritildiği ve bu malzemenin kalıbın içine enjekte edildiği kısımdır. Enjeksiyon basıncı karşısında kalıbın açılması ve kapanması kapatma ünitesi tarafından sağlanır. Cihaz elektrik motoru ve hidrolik pompadan

oluşan bir ekipman yani hidrolik bir güç ile kontrol edilir. Şekil 1.22'de enjeksiyon cihazının kısımları görülmektedir.

Plastik parçalar, ergitme, kalıp boşluğuna doldurma, soğutma, parçaların kalıptan çıkarılması kademelerinden geçirilerek elde edilir. Şekil 1.23'de enjeksiyon kalıplama prosesinin adımları gösterilmiştir. Birinci adımda besleme hunisine konulan toz veya granül polimer huninin titreşimleri ve vidanın emme hareketiyle enjeksiyon makinesine beslenir. Uygulanan ısıtma ve vidanın hareketi ile yaratılan sürtünme ısısı ve basınçla ergitilip; silindir çıkışına (kalıba) doğru iletilir. İkinci adımda, ergimiş polimer vidanın ileri doğru ani olarak itilmesi ile, çıkışa takılan kalıbın içine, sıvı halde enjekte edilir. Üçüncü adımda plastik, kalıp içerisinde soğuyup sertleşebileceği bir süre (15-20 sn.) boyunca, yüksek basınç altında (kalıbın kapama gücü, 50-260 MPa) kalıpta tutulur. Bu adım, genellikle enjeksiyon kalıplama prosesinin en uzun adımıdır çünkü polimerlerin ısı iletimi düşüktür. Dördüncü adımda, vida tekrar geri çekilir ve kalıbın hareketli bölümünün açılmasıyla ürün katı halde dışarı atılır. İkinci periyod için besleme hunisinden silindire tekrar reçine aktarılır, kalıp kapanır ve işlem böylece devam eder.



Şekil 1.23. Enjeksiyon kalıplama prosesinin adımları

Kapatma ünitesinin plakaları arasında bulunan kalıp açıldığında, hareketli plaka hareketsiz plakadan uzaklaşır ve kalıplanmış parça alınır. Parçayı çıkarmanın ardından kalıp bir sonraki enjeksiyon işlemi için tekrar kapanır.

Erimiş polimer kalıp giriş kanalından, kalıp içerisine basılır ve yolluklar içerisinden akarak kalıp boşluklarını doldurur. Soğutmadan sonra kalıptan alınan parça üzerinde; yolluklardan vs. gelen parçalar bulunur. Bu atıklar ham malzemeden tıraşlanarak uzaklaştırılır. Termoplastik malzemelerin atıkları yeniden işlenmek üzere öğütme makinasında küçük parçalara öğütülürler.

Uygun kalıplarla değişik özelliklerde metal-polimer içeren parçalar üretilebilir. Kalıp içerisine önce demir parça konur ve daha sonra üzerine enjeksiyonla polimer basılır.

Bu çalışmada laboratuvar tipi, pistonlu bir enjeksiyon makinesi kullanılmıştır. Makinenin çalışma prensibi, eriyik halde laboratuvar ekstrüderinden gelen polimeri bir piston vasıtasıyla önceden tanımlanmış basınç profiline uygun olarak kalıba enjekte etmektir.

1.4.2. Karakterizasyon yöntemleri

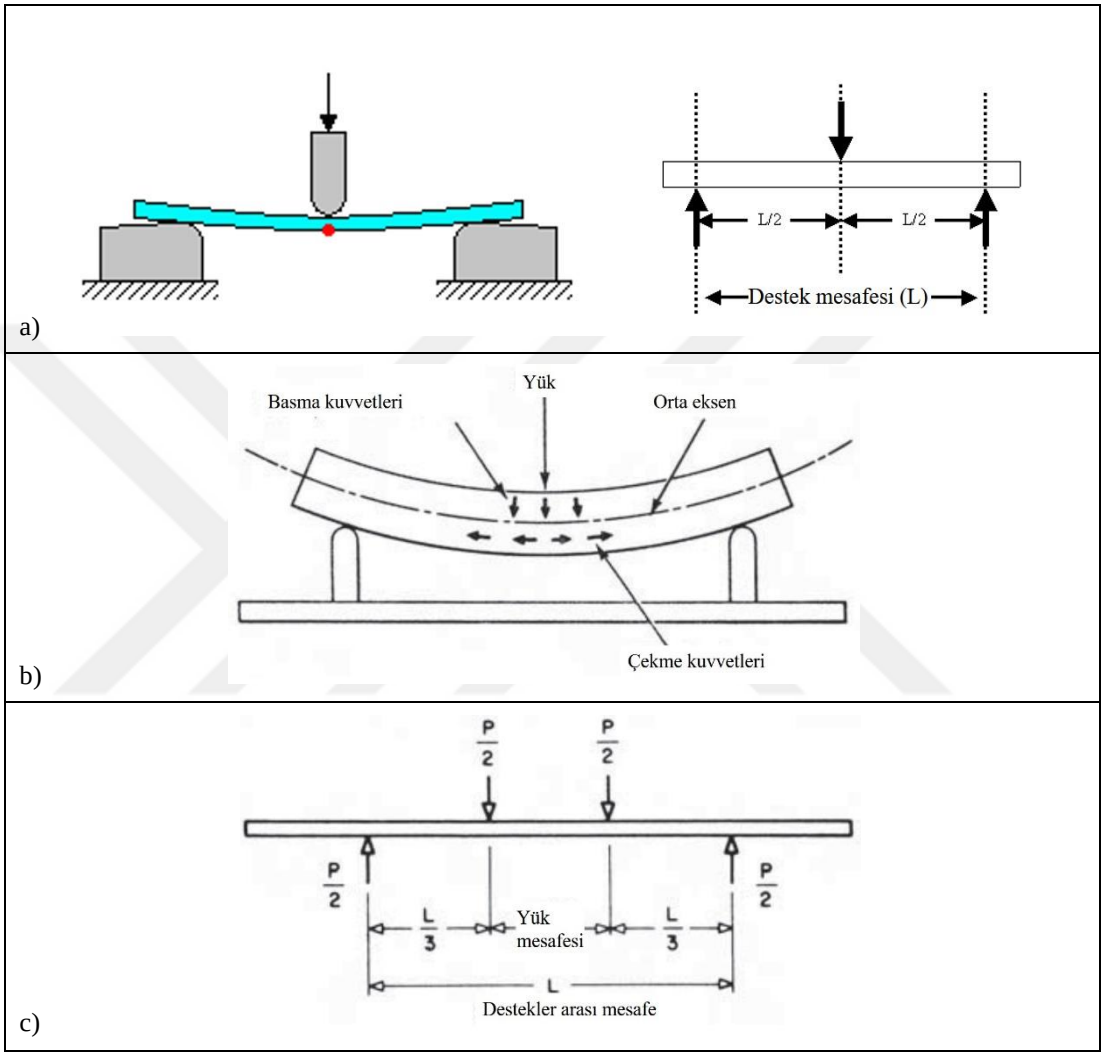
Tez çalışması kapsamında kullanlan karakterizasyon yöntemleri hakkında genel bilgiler aşağıda verilmiştir.

1.4.2.1. Üç nokta eğme testi

Eğme mukavemeti (İng. flexural strength), malzemenin boy eksenine dik olarak uygulanan eğme kuvvetlerine dayanma kabiliyetidir. Eğme yükünün neden olduğu gerilmeler, sıkıştırma ve çekme gerilmelerinin bir kombinasyonudur. Bu etki Şekil 1.24'de gösterilmiştir. Eğme özellikleri olarak, test çubuğunun dış yüzeyinde meydana gelen maksimum gerilim ve gerinim hesaplanır ve rapor edilir. Birçok polimer büyük bir eğmeden sonra bile kırılmaz. Bu gibi durumlarda, ortak uygulama, numunenin dış elyafındaki maksimum gerilme % 5'e ulaştığında eğme kuvvetini raporlamaktır. Eğme yükü altında kolayca kırılan polimerik malzemeler için, örneğin dış elyaflarında bir kırılma meydana gelene kadar teste devam edilir [38].

Eğme dayanımı testlerinin çekme deneylerine göre birçok avantajı vardır. Eğer bir malzeme uygulamada çubuk şeklinde kullanılıyorsa ve kullanım sırasında eğme modunda hasar gözleniyorsa, eğme testi tasarım veya spesifikasyon amaçları için, hesaplanan mukavemetten çok farklı bir mukavemet değeri verebilen bir çekme testinden daha önemlidir. Eğme örneği, herhangi bir artık gerilme olmadan

hazırlanabilir. Çekme testlerinde numune hizalaması da daha zordur ve test numunelerinin sıkıca kenetlenmesi, gerilim konsantrasyon noktaları oluşturur. Eğme testinin bir diğer avantajı, küçük uzamalarda, gerçek deformasyonların doğru ölçebilmek için yeterince büyük olmasıdır [38].



Şekil 1.24. Eğme testi a) 3 nokta eğme şematik gösterimi b) 3 nokta eğme yükü altındaki örnekte oluşan kuvvetler c) 4 nokta eğme testi şematik gösterimi [38]

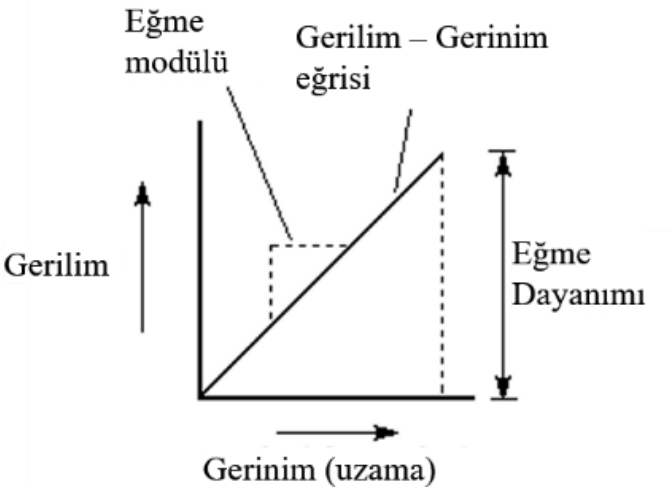
Plastiklerin eğme özelliklerinin belirlenmesini kapsayan iki temel yöntem vardır. Yöntem 1, basit bir desteklenen çubuk üzerinde merkezi yüklemeyi kullanan üç noktalı bir yükleme sistemidir (Şekil 1.24a). Dikdörtgen kesitli bir çubuk iki desteğin üzerine yerleştirilir ve destekler arasında bir yükleme ucu vasıtasıyla yüklenir. Maksimum eksenel elyaf gerilmeleri yükleme ucunun altındaki bir çizgi üzerinde meydana gelir. Bu yöntem özellikle kalite kontrol ve spesifikasyon amaçları için eğilme özelliklerinin belirlenmesinde yararlıdır [38].

Yöntem 2, destek aralığının üçte birine yerleştirilmiş iki yük ucu kullanan dört noktalı bir yükleme sistemidir (Şekil 1.24c). Bu yöntemde, test çubuğu iki desteğin üzerine yerleştirilir ve her biri destek noktasından eşit mesafede olan iki noktaya (iki yükleme ucu aracılığıyla) yük uygulanır. Yöntem 2, üç noktalı yükleme sistemi altında maksimum gerilim noktasında hasar görülmeyen malzemelerin test edilmesinde çok yararlıdır. Maksimum eksenel elyaf gerilimi yükleme uçları arasındaki alanda meydana gelir [38].

Üç nokta eğme testinde 80x10x4 mm (ISO 178) veya 3,2x12,7x64 mm (ASTM D790) boyutlarında çubuklar şeklinde örnekler kullanılır. Örnekler genellikle enjeksiyon kalıplama ile hazırlanır.

Örnek, aralarında 100 mm açıklık olan, iki destek arasına yerleştirilir. Örneğin ortasına, standart bir başlıkla ve belirli bir hızla örnek kırılana kadar yük uygulanır. Çubuğun kırılmasına neden olan güç, örneğin en yüksek eğme yükü olarak kaydedilir. Eğer örnek kırılmıyor ise, % 5 esnemede kaydedilen yük eğme yükü olarak kaydedilir.

Bu tez çalışmasında üç nokta eğme testi uygulanmıştır. Sonuç olarak, eğme dayanımı ve eğme modülü raporlanmıştır. Modül, bir malzemenin deformasyona ne kadar iyi dayandığının göstergesidir. Gerilim gerinim eğrisinin (İng. curve) eğimi modül değerini vermektedir (Şekil 1.25).

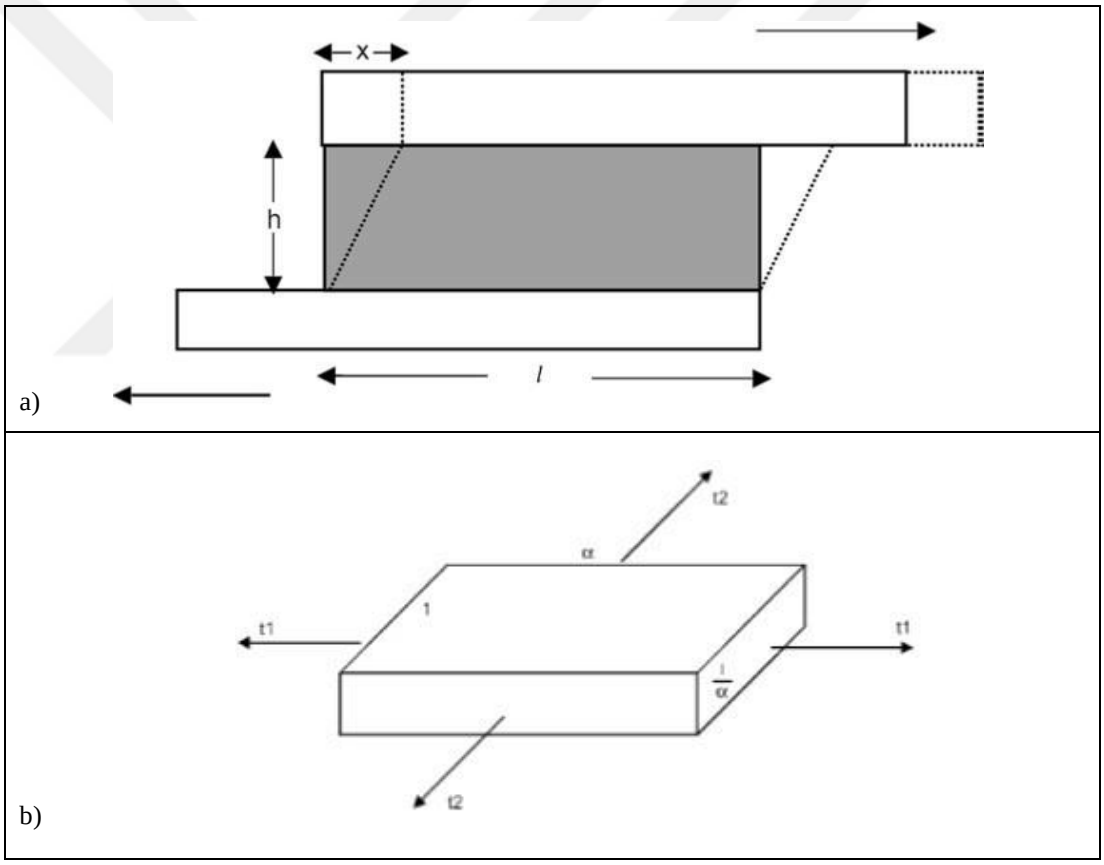


Şekil 1.25. Eğme testi sonuçları

1.4.2.2. Tek tesirli bindirme testi

Çekme ve basma kuvvetleri, üzerinde çalıştıkları düzleme diktir, ancak kayma kuvvetleri düzleme paraleldir. Basit kayma, Şekil 1.26'da gösterildiği gibi, belirli bir düzleme paralel olarak o düzlemden olan mesafelerine orantılı bir miktarda kayan düzlemlerle temsil edilebilir [39].

Şekil 1.26a'da kayma gerilimi $\tau = F/lxw$ olarak verilir ve w eni temsil etmektedir. Kayma gerinimi $\gamma=x/h$ olarak ifade edilir. Sade kayma Şekil 1.26b'de verilmiştir. Sade kayma, ana gerilmelerden birinin sıfır olduğu ve hacmin değişmediği bir homojen uzamadır. Gerilme oranı $l_1=\alpha$ ve $l_2=l$ ise $l_3=1/\alpha$ olmaktadır [39].



Şekil 1.26. Tek tesirli bindirme bağlantı a) Kayma numunesi b) Sade kayma [39]

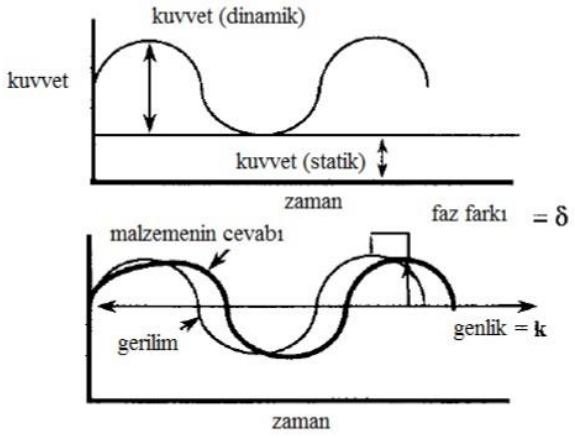
Standartta termoplastik malzemeler için belirlenen geometride hazırlanan tek tesirli bindirme numuneleri, çekme cihazının çeneleri arasına sabitlenir. Daha sonra alt çene, yine standartta belirtilmiş çekme hızlarından birisiyle düşey doğrultuda hareket ettirilir ve malzemenin uzayarak akması sağlanır. Eğer istenirse, numunenin orta kısmına takılan bir ekstansiyometre ile uzama miktarı belirlenir.

1.4.2.3. Dinamik mekanik analiz (DMA)

Dinamik mekanik analiz, numune üzerinde bir gerilim döngüsünün uygulandığı bir tekniktir. Bu teknik ile numunenin gerilime, sıcaklığa ve frekansa karşı gösterdiği tepki ölçülür. DMA yöntemi moleküllerin hareketlerinden kaynaklanan hal değişimlerini de saptar. Viskoelastik malzemelerin mekanik özellikleri sıcaklık, frekans ve zamana göre belirlenebilir. Yapı ile morfoloji ilişkisi hakkında da bilgi almak mümkündür [40].

Bir malzeme üzerine yük uygulandığında, deformasyon gerçekleşir. Eğer malzeme ideal elastik bir malzeme ise, uygulanan yük kaldırıldığında deformasyon tamamen kaybolur. Buna elastik deformasyon denir. Elastik deformasyon, malzemeye uygulanan yük ile doğru orantılıdır ve yük uygulandığında gecikmeksizin deformasyon görülür ve yük kaldırıldığında da tamamen kaybolur. Bazı malzemelerde ise, örneğin polimerlerde, deformasyon doğrusal değildir ve uygulanan yüke göre gecikmeli gerçekleşir. Elastik davranışın karşıtı vizkoz davranıştır [40].

Viskoelastik davranışı ölçmek için kullanılan yöntemlerden biri olan DMA, belirlenmiş bir geometriye sahip numuneye sinüsoidal deformasyon uygulanarak çalışır. Numune gerilim kontrollü teste, ya da gerinim kontrollü teste tabi tutulur. Bilinen bir gerilim altında, numune belirli bir ölçüde gerinim gösterir. DMA yönteminde bu sinusoidal bir şekilde uygulanır ve numunenin ne kadar deformasyon göstereceği malzemenin rijitliğine bağlıdır [40]. Şekil 1.27'de DMA'da uygulanan kuvvetin zamana göre dağılımı şematik olarak verilmiştir.



Şekil 1.27. DMA analizinde kuvvetin sinüsodial salınımı [40]

Daha genel bir tanımla, DMA vizkoelastikliği ölçer ve bu özellikleri modül ve kayıp faktörü, tanjant delta (İng. tangent delta) değerleri ile takip eder. Ölçümler sinusoidal kuvvet uygulanarak alındığı için, modül iki bileşenden oluşur, sinusoidal kuvvetin eş fazlı bileşeni depo modülünü, faz dışı bileşeni ise kayıp modülünü verir. Depo modülü, E', numunenin elastik davranışını gösterirken, kayıp modül (E") malzemenin viskoz davranışını belirtir. Kayıp modülün depo modülüne oranı ise kayıp faktörünü, yani tanjant deltayı verir (tanjant delta = E"/E') [40].

1.4.2.4. Diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC)

Diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC), numune ve referansa ısı akısı arasındaki farkı, kontrollü bir sıcaklık programı uygulayarak sıcaklığın fonksiyonu olarak inceleyen termal bir yöntemdir. Bu yöntem örnek ile referansın sıcaklıklarının aynı tutulması temeline dayanır. DSC ile malzemenin termal geçişlerdeki entalpi değişimi (ΔH), camsı geçiş sıcaklığı (T_g), erime sıcaklığı (T_m) ve kristallenme sıcaklığı (T_c) termal bozunma sıcaklığı ve çapraz bağlanma sıcaklığı ölçülebilir [38].



Şekil 1.28. DSC termogramı [38]

DSC' nin şematik gösterimi Şekil 1.28'de verilmiştir. DSC'de referans ve örnek olmak üzere iki hazne vardır. Referans haznesine boş kap, örnek haznesine ise örneğin içine yerleştirildiği örnek kabı yerleştirilir. Ardından iki hazne de istenilen sıcaklığa ısıtılır veya soğutulur. Örnek ve referans madde arasında ortaya çıkan sıcaklık farkı, örneğin bulunduğu taraftaki ısıtıcıya daha fazla elektrik akımı (ısı) uygulanarak giderilmeye çalışılır [38].

Analiz sırasında örnek sıcaklığı, referans sıcaklığından yüksek olduğunda (endotermik) pozitif bir sinyal elde edilir. Referans sıcaklığı, örnek sıcaklığından

yüksek olduğunda (ekzotermik) negatif bir sinyal elde edilir [38]. Şekil 1.28'de DSC termogramından elde edilen termal geçişler gösterilmiştir.

DSC bir örnek ısıtıldığında veya soğutulduğunda veya sabit bir sıcaklıkta tutulduğunda, örnek tarafından emilen veya salınan enerjiyi ısı cinsinden ölçer. DSC camsı geçiş sıcaklığı, erime noktası, kristalizasyon sıcaklığı ve bozunma sıcaklığı gibi polimerlerin erime profillerini belirlemek için mevcut en güçlü tekniklerden biridir. Yarı kristalin bir polimer söz konusu olduğunda, birçok önemli fiziksel özellik kristaliniteye bağlıdır. DSC ölçümleri, kristalinite yüzdesi ile birlikte kristallenme hızı hakkında da önemli bilgiler sağlar. Tipik bir DSC termogramı incelenerek, (a) camsı geçiş sıcaklığından bozunma sıcaklığına kadar malzemenin davranışı ve (b) bu iki olay arasında meydana gelen herhangi bir değişiklik incelenerek bir polimer karakterize edilebilir [38].

1.4.2.5. Işık mikroskobu

Işık mikroskobisinde ışık fotonları görüntüleme partikülleridir; ışık fotonları konvansiyonel cam merceklerle (ingilizceden gelen lens tabiri de kullanılır) odaklanır. Işık mikroskobu ile yaklaşık 2000 kat büyütülebilir; böylece ayırma gücü olarak d= 0.25 μm seviyesine ulaşılabilir. Daha fazla büyütme elde etmek mümkündür ancak bu işlem ayırma gücünü iyileştirmemektedir.

Işık mikroskobu iletim, absorpsiyon, kırınım ve ışık dalgalarının kırılması prensiplerine dayanır ve ilk görünüşte görülmesi mümkün olmayan obje ve numunelerin büyütülmüş ve detaylandırılmış görüntülerini oluşturur. Mikroskoplar objeleri büyütmekte ve aynı anda dereceli bir şekilde objelerin çözünürlüğünü arttırmaktadır. Görüntü büyütülmesi ve çözünürlük eş zamanlı düşünülmesi gereken iki olaydır.

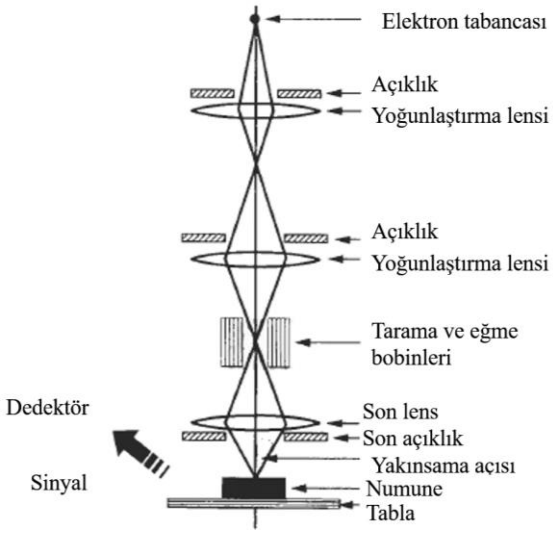
Mikroskoplarda çözünürlük ve görüntü büyütülmesi, ışık ve mikroskop lensleri ile sağlanmaktadır. Lensler, kullanılan ışığı çeşitli amaçlar için yönlendirmemizi sağlamaktadır. Bu süreçte mikroskop içerisindeki numuneler, ışın demetini kırınım ile bükebilen bir konveks mercek ile büyütülür. Işınlar, obje üzerindeki noktalardan ayrılması sonucu konveks merceğin arkasındaki bir noktaya yönlendirilirler ve birbirleri arasında çaprazlama geçişler ile görüntü noktalarını (örneğin odaklama

görüntüleri) oluştururlar. Yüksek çözme gücündeki kaliteli mercekler temiz ve detaylı görüntü sağlamak adına çok önemlidirler. Mikroskobun çözme gücü aynı zamanda numuneye ışığı ileten kondansatöre de büyük bir ölçüde bağlıdır [41].

Mikroskop altında büyütülmüş görüntünün mikroskop ile görülebilesi için, yüksek düzeyde kontrast gerekmektedir. Kontrastın, ışık yoğunluğu ve ışığın lenslerden geçme açısı değistirilerek, ayarlanması mümkündür. Işığın aydınlatma merceğinden (kondensor) gelme açısı, mikroskopta bulunan ve diyafram adı verilen bölüm ile ayarlanmaktadır. Kontrastı ayarlamada kullanılan bir başka yöntemde, aydınlatma kaynağının önüne konabilen filtrelerdir. Bundan başka, incelenecek olan örneğin çesitli kimyasallar ile boyanması ile de kontrastı güçlendirmek mümkündür. Alternatif olarak, birçok farklı tipte özel olarak geliştirilmiş mikroskop sistemleri ile canlı numunelerin kontrastları iyileştirilebilir. Bu sistemlerden bazıları; eğik ışıklandırma (oblique ilumination), kara yüzey, faz kontrastı, polarize edilmiş ışık, flüoresans, inverted (ter) mikroskobu şeklinde sıralanabilir [41].

1.4.2.6. Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

Taramalı elektron mikroskobu (SEM), örnek yüzeyinin elektron ışınları ile taranarak yüksek çözünürlüğe sahip yüzey görüntülerinin elde edildiği bir mikroskobi tekniğidir. SEM cihazının başlıca kısımlarını optik kolon, numune hücresi ve görüntüleme sistemi oluşturur.



Şekil 1.29. SEM yapısını oluşturan elektron optik sistemi [42]

SEM’de optik kolonda bulunan elektron tabancasından çıkan elektron demeti, toplayıcı mercek ve numune üzerine odaklanmasını sağlayan objektif mercekten geçerek numune yüzeyine çarpar. Gelen ışın ile uyarılan numunede oluşan ışınım dedektör tarafından sinyal olarak algılanır, yükseltilir ve ikincil elektron ışınlarına geçiş için kullanılır. Bu ikincil ışın birincil ışınla senkronize edilip katot ışın tüpü üzerinde görüntü oluşturarak ekrana yansır. Böylece yüksek çözünürlüğe sahip üç boyutlu görüntüler elde edilir (Şekil 1.29) [43].

SEM analizinde yüksek çözünürlüğe sahip görüntüler elde etmek için elektron ışınlarından kaynaklanan yüzeyde aşırı yüklenmenin olmaması gerekir. Bu sebeple analizi yapılacak numune yüzeyi analiz öncesi kaplama işlemine tabi tutulur. Bu kaplama işlemi için iletken malzemeler (altın, paladyum, karbon vb.) kullanılır [44].

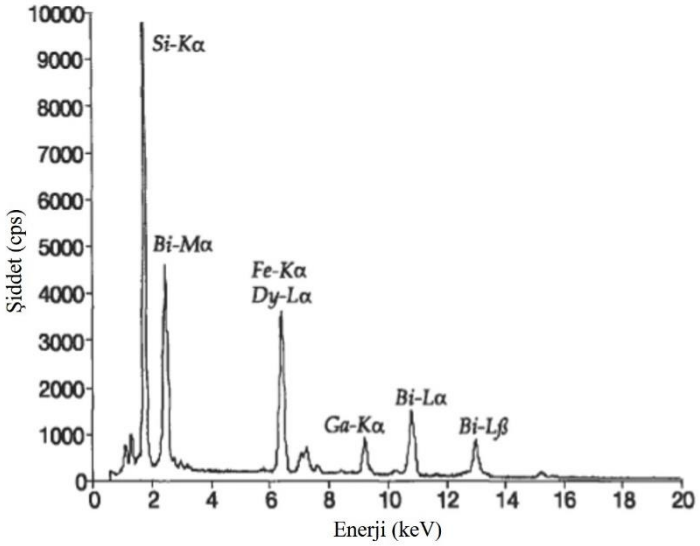
SEM'i kullanılmak, numunenin vakum ile uyumlu olması koşuluyla, numune hazırlama konusunda çok az şey gerektirir. Numune iletiliyorsa, en büyük sınırlama örneğin tablaya veya örnek odasına sığıp sığmayacağıdır. Özel uygulamalar için, büyük örneklerin yerleştirilebileceği çok büyük tabla-vakum odası kombinasyonları imal edilmiştir. Bir başka durumda, oldukça küçük çalışma mesafelerinde büyük eğimli numunelerin gözlemlenmesini sağlamak için konik şekillere sahip özel son lensler geliştirilmiştir. Örnek yalıtkan ise, yine de cihazda çalışılabilmek için kullanılan yöntemler vardır. En basit yaklaşım, ince bir (10 nm) iletken karbon, altın veya başka bir metal filmi ile kaplamaktır. Bu yaklaşımı izlerken, muntazam olmayan kaplamalar veya kaplama malzemesinin yığılması ile oluşabilecek hataların önlenmesine dikkat edilmelidir [42].

1.4.2.7. Enerji dağılımlı X-Işını spektroskopi (EDS)

Enerji Dağılımlı X-Işını Spektroskopi (EDS; İng. Energy-Dispersive X-Ray Spectroscopy), numunelerin elemental analizi veya kimyasal karakterizasyonunda kullanılan yöntemlerden biridir. X ışını uyarı kaynağının numune ile etkileşimi esasına dayalı bir tekniktir. Karakterizasyon prensibi, diğer spektroskopi yöntemlerinde olduğu gibi, her bir elementin atomik yapısının elektromanyetik emisyon spektrumunda farklı tepe noktaları (peak) olarak gözlemlenebilmesidir. EDS sistemleri genellikle SEM veya TEM gibi elektron mikroskoplarına entegre halde kullanılmaktadır.

Numune yüzeyine yüksek enerjiye sahip elektronlar çarptığında, yüzeyden bazı elektronlar kopmaktadır. Bu elektronlar eğer çekirdeğe yakın orbitallerden kopmuş ise, atom kararlılığını kaybeder. Tekrar kararlı olabilmek için dış orbitallerde bulunan elektronlar iç orbitallerde bulunan boşlukları doldurur. Dış orbitallerde bulunan elektronların enerjisi, iç orbitallerde yer alan elektronların enerjisinden fazla olduğundan bu esnada enerji kaybederler. Kaybettikleri bu enerji X ışını olarak ortaya çıkar. X ışınlarının dalga boyu ve enerjisi sadece atom ile ilgili olmadığı gibi, atomun etkileşimde olduğu diğer orbitaller ile ilgili de karakteristik bir özelliktir [42].

Modern dedektörler ve elektronik cihazlarla, çoğu EDS sistemleri, periyodik tabloda Z = 4 olan berilyumdan yukarıda olan tüm elementlerden X ışınlarını yeterli miktarda mevcutsa, tespit edebilir. Z = 11'den büyük atom numaralarına sahip elementler için, eğer pikler izole edilirse ve spektrumun toplamda en az 2,5 x 10^5 yüksekliği varsa, minimum tespit limiti (minimum detection limit, MDL) ağırlıkça % 0.02 kadar düşüktür [42].

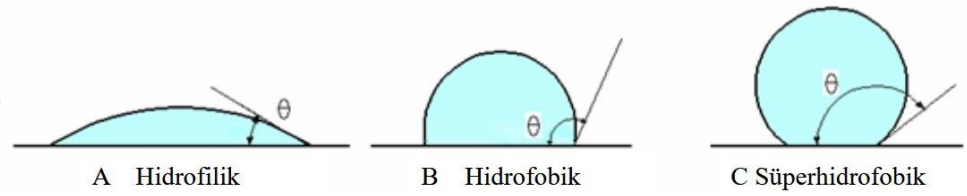


Şekil 1.30. Örnek EDS spektrumu [42]

Mikroskop örnek tablasına alınabildiği sürece her örnekten bir spektrum elde edilebilir. Örnek bir spektrum Şekil 1.30'da verilmiştir. Hızlandırma voltajının seçimi, çalışılan örnek türüne göre belirlenmelidir, çünkü X-ışını üretim hacmi, malzemedeki elektron aralığına bağlıdır [42].

1.4.2.8. Temas açısı yöntemi ile yüzey karakterizasyonu

Temas açısı, katı yüzeylerin hidrofobikliğinin ölçümü için sıklıkla kullanılan bir yöntemdir ve bir katının bir sıvı tarafından ıslatılan miktarının nicel ölçüsü olarak tanımlanır. Katı yüzey ile temas halindeki sıvı yüzey arasında bir açı meydana gelir. Yüzeyler arasında oluşan bu açı, temas açısı olarak adlandırılır ve büyüklüğü adhezyon (İng. adhesion) ile kohezyon (İng. cohesion) kuvvetleri arasındaki farka bağlıdır. Sıvı molekülerinin kendi içerisindeki çekim kuvveti (kohezyon kuvvetleri), sıvı ile katı yüzey arasındaki çekim kuvvetinden (adezyon kuvvetleri) ne kadar büyükse yüzeyler arasındaki temas açısı değeri de o kadar yüksek olur. Temas açısı değerinin $0 \leq \theta \leq 90°$ olduğu durumlarda sıvı katı yüzeyi ıslatmaktadır ve yüzey hidrofilik olarak adlandırılır. Yüzey hidrofobik özellik gösterdiğinde ise temas açısı değeri $90° \leq \theta \leq 150°$ arasında değişmektedir. Sıvının katı yüzey üzerinde neredeyse tam bir küre halinde durduğu durumda ise temas açısı değeri $150° \leq \theta \leq 180°$ arasındadır ve sıvı yüzeyi ıslatmamaktadır (Şekil 1.31) [45,46].

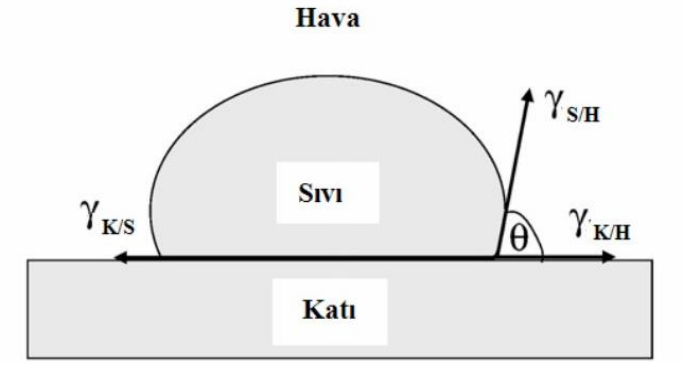


Şekil 1.31. Hidrofilik, hidrofobik ve süperhidrofobik yüzeylerde temas açısı [45]

Yüzey gerilimi ve temas açısı arasındaki ilişki ilk kez Young tarafından ortaya konmuştur. Katı yüzey üzerinde yer alan bir sıvı damlası için, tüm yüzey gerilimi; katı-buhar faz arasındaki ($\gamma_{K/H}$), sıvı- buhar faz arasındaki ($\gamma_{S/H}$) ve katı-sıvı faz arasındaki ($\gamma_{K/S}$) ara yüzey gerilimlerinden oluşur (Şekil 1.32). Temas açısı değeri ise bu kuvvetlere bağlı olarak değişir. Katı, sıvı ve buhar ara yüzeylerindeki, yüzey gerilimi kuvvetlerinin denge halinde bulunmasıyla oluşan temas açısı Young Temas Açısı (θ) olarak bilinir ve eşitlik 1.32'deki şekilde ifade edilir [47].

Young temas açısı ideal yüzeylerdeki denge temas açısını ifade eder. Young eşitliğinin geçerli olabilmesi için, yüzeyin ideal yani; pürüzsüz, homojen, inert, çözünmeyen, non-reaktif, gözeneksiz ve deforme olmayan bir yüzey olması gerekir. Ancak gerçekte pek çok yüzey ideal değildir. Gerçek yüzeylerde birden çok temas açısı değerinin

ölçülmesi mümkündür. Ölçülen bu temas açılarından en yüksek olanı ilerleyen, en düşük olanı ise gerileyen temas açısı değerlerine aittir.



Şekil 1.32. Katı yüzey üzerindeki su damlasını etkileyen yüzey gerilimleri [45]

Bu tez çalışmasında, üretilen kompozit yüzeyleri temas açısı analizi yapılarak arayüzey yapışma üzerindeki etkileri incelenmiştir.

1.4.2.9. Pürüzlülük ölçümü

Birçok analiz türünün sonuçları üzerinde doğrudan etkisi olan bir yüzey özelliği, doku veya pürüzlülüktür. Pürüzlülük sürtünmeyi ve diğer mekanik özellikleri de etkileyebilir. Parlak silikon plakalar gibi çok düz yüzeylere sahip numunelerin yüzeyinin analitik olarak çalışılmasıyla beraber, mikrometre düzeyinde pürüzlülüğe sahip olan metaller ve seramikler gibi diğer birçok ilgi çekici malzeme üzerinde çalışma yapılmaktadır. Parlak bir silikon yüzey dahi topografik varyasyonlara sahiptir ve bu özellikler atomik kuvvet mikroskopisi veya tarama tünelleme mikroskopisi gibi çok hassas tekniklerle ölçülebililir [42].

İki yüzey pürüzlülüğü terimi yaygın olarak kullanılmaktadır. Ortalama pürüzlülük RA ve ortalama karekök pürüzlülük RMS olarak adlandırılan bu terimlere ait ifadeler Şekil 1.33a'da verilmiştir [42].

Birkaç yüzey pürüzlülüğü ölçüm tekniği yaygın olarak kullanılmaktadır. Optimum yöntem, belirli bir uygulama için ölçülecek pürüzlülük tipine ve miktarına bağlıdır.

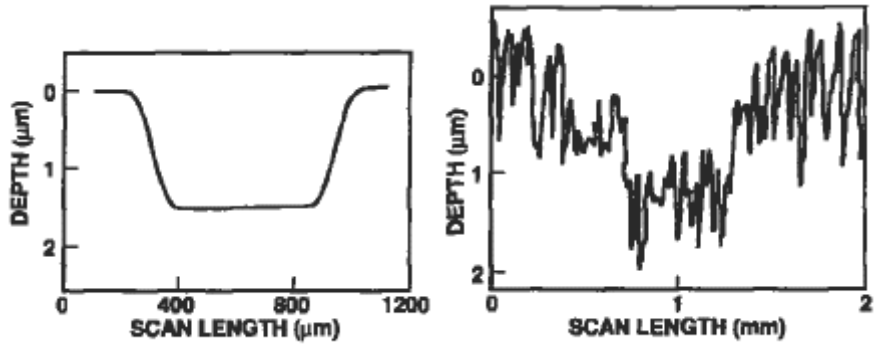
Pürüzlülüğü belirlemek için farklı altı yöntem kullanılabilmektedir. İğne ucu kullanarak mekanik profil oluşturma; yansıyan ışığın düz referans yüzeyinden gelen

ışıkla interferometrisi ile optik profil oluşturma; SEM, AFM ve STM ve son olarak, bir lazerden gelen ışığın bir yüzeyden yansıtıldığı ve speküler ışından dağılan miktarın saçılma açısının bir fonksiyonu olarak ölçüldüğü optik skaterometri kullanımı. Optik skaterometri hariç hepsi tarama probu yöntemleridir.

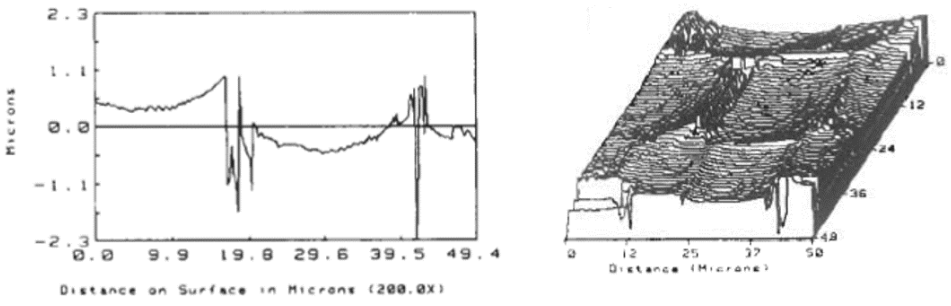
a)

$$RA = \frac{1}{N}\sum_{i=1}^{N}\left|z_i - \bar{z}\right| \qquad RMS = \left[\frac{1}{N}\sum_{i=1}^{N}(z_i - \bar{z})^2\right]^{1/2}$$

b)



c)



Şekil 1.33. Pürüzlülük ölçümü a) pürüzlülük ifadeleri b) örnek bir mekanik profil cihazı ölçümü c) optik profil cihazı ölçümü [42]

Profilometreler olarak da adlandırılan mekanik profil cihazları, elmas bir iğne ucunun ilgili örnek üzerinde mekanik hareketiyle pürüzlülüğü ölçer. Numune hazırlamaya gerek yoktur ve prob ucu tarafından deforme olmayacak hemen hemen her numune çok hızlı bir şekilde ölçülebilir. İğne ucun kuvveti, hassas yüzeyleri hasara karşı korumak için ayarlanabilir. Ağırlık yüklemesi birkaç miligram ile on miligram arasında değişir, ancak bir miligram kadar küçük olabilir. Tipik bir prob ucu yarıçapı 3 µm civarındadır, ancak mikron altı boyutlara bile inebilen iğne uçları mevcuttur. Mekanik profilometre sınırlı miktarda iki boyutlu bilgi sağlamasına rağmen, numune hazırlamaya gerek yoktur ve sonuç saniyeler içinde elde edilebilir (Şekil 1.33b) [42].

Optik interferometri, yüzey özelliklerini temas etmeden ölçmek için kullanılabilir. İlgili yüzeyden yansıyan ışık, optik olarak düz bir referans yüzeyden gelen ışığa müdahale eder. Yanal çözünürlük, büyütme optiklerinin çözünürlüğü ile belirlenir. Bir görüntüleme dizisi kullanılırsa, üç boyutlu (3D) bilgi sağlanabilir. Şekil 1.33c'de optik profil cihazında alınan çizgi tarama izini göstermektedir. Ortalama pürüzlülük RA ve ortalama karekök pürüzlülük RMS değerleri çizgi taraması için saklanan veri noktalarını kullanarak bilgisayar hesaplaması ile belirlenmektedir. Genel olarak, optik profilometreler mekanik profilometrelerle aynı avantajlara sahiptir, numune hazırlama ihtiyacı yoktur ve kısa analiz süresi mevcuttur. Bununla birlikte, optik sistemin bazı dezavantajları da vardır. Yüzey çok pürüzlüyse (pürüzlülük 1.5 μm'den büyük) ölçüm hataları ortaya çıkabilir [42].

Farklı yöntemlerin farklı güçlü ve zayıf yönleri vardır. Mekanik profilometre ucuz ve hızlıdır, ancak bir iğne ucu yüzeyde temas halindeyken sürüklenir. Pürüzlülük dalga boyu, iğne ucu yarıçapına (tipik olarak 3 μm) kıyasla uzun olmalı ve ucun profili doğru takip edebilmesi için genlik küçük olmalıdır. Derinlik çözünürlüğü yaklaşık 5 Å'dır. Optik profilometre, çizgi taraması yerine 1 A derinlik çözünürlüğüne sahip üç boyutlu bir harita verebilen temassız bir yöntemdir. Çok kaba olan malzemeleri (genlikleri 1,5 μm daha büyük olan) ölçemeyebilir. Ayrıca yüzey tamamen yansıtıcı değilse, iç bölgelerden veya arka arayüzlerden yansıma sorunlara neden olabilir. Yanal çözünürlük kullanılan ışık dalga boyuna bağlıdır, ancak tipik olarak 0.5 μm civarındadır. SEM vakumda çalışır ve iletken bir yüzey gerektirir, ancak hem dikey hem de yanal doğrultularda 10 Å çözünürlüğe sahiptir [42].

AFM / STM ölçümleri, bir angstromun altında derinlik çözünürlüğüne ve atomik boyutlara kadar yanal çözünürlüğe sahip yüzey topolojisi haritaları sağlayabilir. Bununla birlikte, bazı yüzeyler için, aletler genellikle daha düşük çözünürlükte hava ortamında çalıştırılmaktadır. Optik skaterometri, lazer ışınının çarptığı alandaki düz yansıtıcı yüzeyler için pürüzlülük aralığı hakkında istatistiksel bilgi sağlaması bakımından diğer yöntemlerden oldukça farklıdır [42].

1.4.2.10. Mikro-CT

Geleneksel optik veya elektron mikroskopisi, numune yüzeyinin veya ince dilimlerin iki boyutlu görüntülerinin görüntülenmesini sağlar. Bununla birlikte, çoğu durumda, iki boyutlu bilgi ile orijinal üç boyutlu nesne yapıları hakkında bir sonuç çıkarılamaz.

Bir X-ışını (radyografi) sistemi, tam üç boyutlu yapıların iki boyutlu gölge görüntülerini üretir, ancak tek bir iki boyutlu gölge projeksiyonunda derinlik bilgisi tamamen karışır. Sadece bir X-ışını tomografi sistemi, numune hazırlama veya kimyasal sabitleme (İng. fixation) olmadan tam üç boyutlu nesne yapılarını görselleştirmemizi ve ölçmemizi sağlar. Tipik olarak, konvansiyonel tıbbi CT tarayıcılarının uzamsal çözünürlüğü 1 - 2,5 mm aralığındadır, bu da 1 - 10 kübik mm voksel (hacim elemanı) boyutuna karşılık gelir. Bilgisayarlı X-ışını mikroskopisi ve mikrotomografisi artık hacim açısından mekansal çözünürlüğü yedi ila sekiz derece iyileştirme olanağı vermektedir.

Çekim sırasında nesne sabit bir döndürme adımıyla 180 veya 360 derece dönmektedir. Her açısal konumda bir gölge görüntü (İng. shadow image) veya iletim görüntüsü (İng. transmission image) elde edilir. Koni ışını elde etme birimi, tüm bu projeksiyon görüntülerini diske 16 bit TIFF dosyaları olarak kaydedilir. Taramadan sonra veri kümesi, bir dizi normal iletim X-ışını görüntüsünden oluşur. Bu çekimden sonraki dosya sayısı, seçilen rotasyon adımına ve seçilen toplam rotasyona bağlıdır. 180 derecelik bir tarama için 0.9 derecelik bir döndürme adımının seçildiğini varsayalım, yaklaşık olarak 200 görüntü olacaktır [48].

En iyi mikro-CT görüntüleri mikroyapı ile numuneleri oluşturan materyallerin X-ışını emiliminde kontrastla çakıştığı nesnelerden elde edilir. Uygulama alanları şunlardır: biyomedikal araştırma, malzeme bilimi, ilaç geliştirme ve üretimi, kompozitler, diş araştırmaları, elektronik bileşenler, jeoloji, zooloji, botanik, yapı malzemeleri, kağıt üretimi.

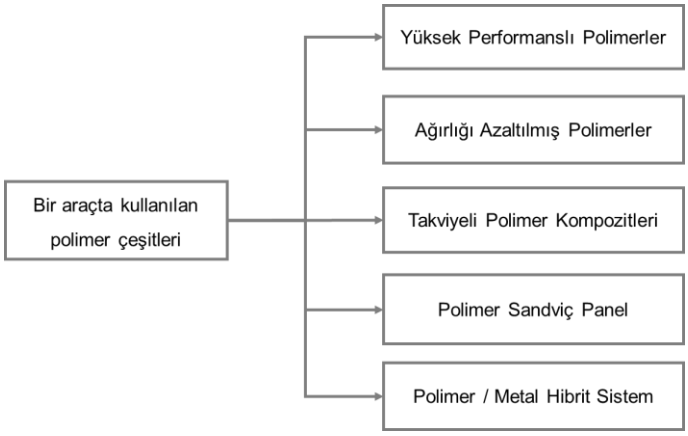
2. LİTERATÜR TARAMASI

Yakıt ekonomisi ve çevre sorunları gün geçtikte önem kazanmaktadır. Sera gazı, küresel ısınma ve iklimsel değişikliklere neden olmaktadır. Sera gazı etkisinin neden olduğu küresel ısınma, çağımızın önemli çevre sorunu olarak gösterilmektedir. Petrol türevli fosil yakıtların kullanılması ve bunun yanında bitki örtüsünün azalmasından dolayı atmosferdeki karbondioksit (CO_2) miktarı artış göstermektedir.

Sera gazı emisyonunun ise, %23'ü global ulaşım enerji kullanımından kaynaklanmaktadır. Farklı regülasyonlar ile emisyon değerleri kontrol altına alınmaya çalışılmaktadır. 333/2014 no'lu Avrupa Birliği mevzuatına göre;

- 2015 itibariyle üretilen tüm araçların hedef emisyon değeri: 130 g CO_2/km
- 2021 için verilen hedef emisyon değeri: 95 g CO_2/km

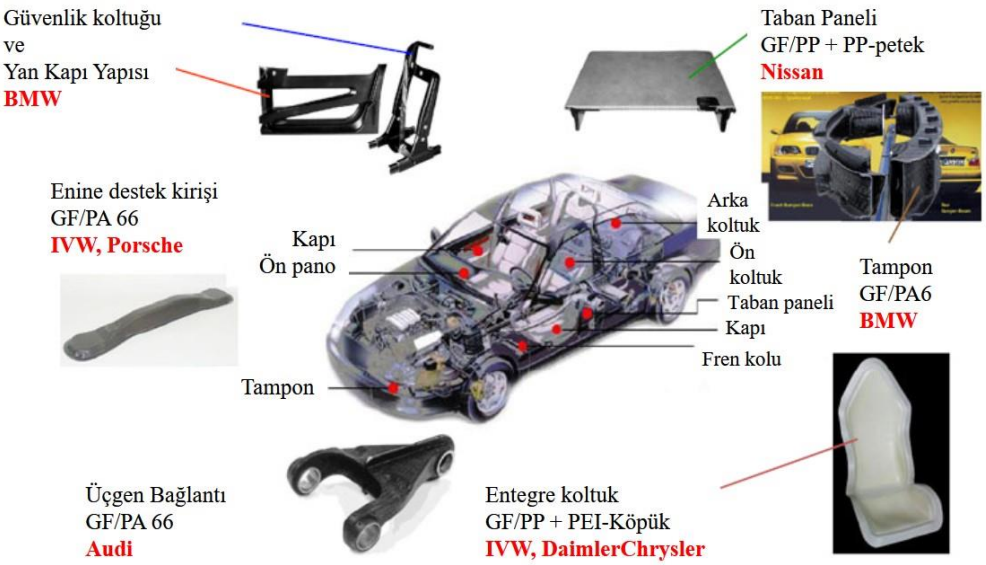
Kompozit malzemeler, araç ağırlığının azaltılması, yakıt verimliliğinin artırılması ve CO_2 emisyonunun azaltılması konusunda büyük bir potansiyel sunmaktadır. Araç ağırlığındaki 100 kg'lık bir azalmanın, yakıt tüketimini 100 km'de yaklaşık 0.3 - 0.4 litre azaltacağı tahmin edilmektedir. Buna ek olarak, parçaların sayısı önemli ölçüde azaltılabilir, bu da yüksek hacimli kompozit otomobil konseptini uygun maliyetli hale getirebilir [49]. Son zamanlarda polimer malzemelerin kullanımındaki artış dikkati çekmektedir. Bir araçta kullanılan polimer çeşitleri Şekil 2.1'de verilmiştir.



Şekil 2.1. Bir araçta kullanılan polimer çeşitleri

Son yıllardaki genel yaklaşım, demir ve demir dışı metaller yerine polimerlerin kullanılması, ve polimerlerin spesifik dayanım ve rijitliğinin arttırılması yönündedir. Bir malzemenin metal yerine kullanılabilmesi için; genel olarak boyutsal kararlılık, yüksek mekanik dayanım, yüksek sertlik, sıcaklık dayanımı gerekir. Kompozit malzemeler bu açıdan, hafif parçalar üretilmesini sağlamanın yanısıra metalin kullanım ömründen daha uzun ömürlü, kimyasallara ve korozyona karşı dayanıklı ürünler üretilmesini de sağlamaktadır [50].

Şekil 2.2'de elyaf takviyeli plastik kompozitlerin kullanıldığı, yük taşıyan, yapısal otomotiv parçalarına örnekler (Daimler Chrysler spor bir aracın kompozit koltuğu, BMW tamponu vb) verilmiştir. Bu örneklerin tümünde sürekli cam elyaf takviyeli termoplastik kompozitler kullanılmıştır [51].



Şekil 2.2. Otomotivde kullanılan kompozitler

Termoset matrisli kompozitler, ısıl dayanım ve mukavemet gerektiren uygulamalarda iyi performans göstermektedir. Ayrıca termoset kompozit teknolojisinin bütün detayları yıllardır bilinmektedir. Termosetlerin diğer avantajları arasında, erimemesi, yüksek ısıl dayanım, sıcaklık arttığında modülün/dayanımın değişmemesi yada çok az değişmesi, daha iyi sürünme özellikleri sayılabilir (Tablo 2.1). Ayrıca, yapısal parçalarda, sürekli elyaflar yüksek modül ve dayanımlarından dolayı, kısa elyaflara tercih edilmektedir ve termoplastiğin yüksek viskozitesinden dolayı, sürekli elyaf kompozitlerde matriks olarak kullanımı çok kısıtlıdır. Bundan dolayı, özellikle

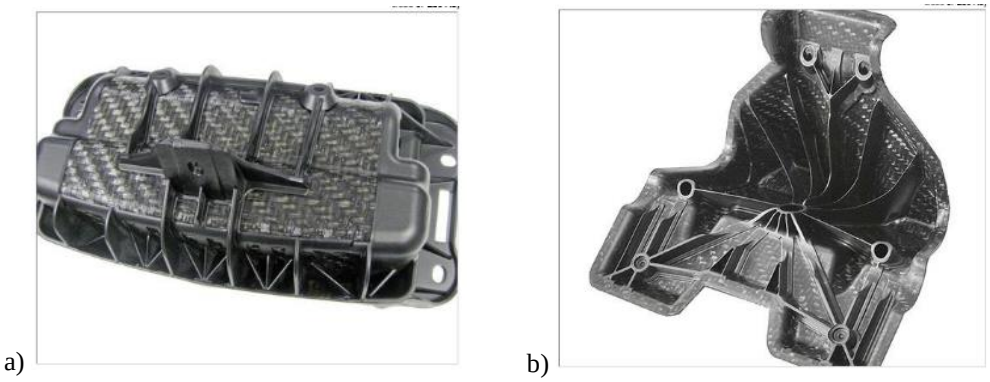
otomotivde tüm bu özelliklerin önemli olduğu yük taşıyan yapısal parça uygulamalarında (çamurluk, bagaj kapağı, kaput, tavan, yaprak yay vb) sürekli elyaf içeren termoset kompozitlerin kullanımı daha avantajlı olmaktadır [52].

Tablo 2.1. Kompozit matrisi olarak termoset ve termoplastiklerin avantaj ve dezavantajları

Kompozit Matrisi	Avantaj	Dezavantaj
Termoset	- Erimez - Sıcaklık arttığında modül değişmez - Daha iyi sürünme özellikleri - Isıl dayanım	- Proses süresi uzun - Proses takibi daha zor - Geri dönüşüm - Kaynaklama zor
Termoplastik	- Kürlenme yok, üretim (proses) süresi kısa - Daha iyi darbe dayanımı - Daha kolay proses kontrolü (kimyasal reaksiyon yok) - Geri dönüştürülebilir - VOC emisyonu ve koku açısından daha problemsiz - Daha kolay montaj olanağı (kaynak, üzerine enjeksiyon)	- Sıcaklık ile artan, ve yük uygulama süresine bağlı olarak değişen viskoelastik davranış - Termosetlere kıyasla daha kötü ısıl dayanım ve mekanik özellikler

Bu avantajlara rağmen, termoset kompozit üretim prosesindeki kaynaklama ve karmaşık şekillerde üretme zorluğundan dolayı, kenar, bağlantı noktası vb ince detayları oluşturmak mümkün değildir. Mevcut durumda, termoset kompozitlerin montajı veya birleştirilmesi için endüstride kullanılan yöntemler şunlardır: 1. Yapıştırmalı bağlantı, 2. Mekanik bağlantı (tespitleme), 3. Hibrit bağlantılar (Yapıştırıcı ve mekanik bağlantı aynı anda), 4. Bağlantı noktasındaki iki kompozit parçasını, aralarında yapıştırıcı var ya da yokken, aynı anda kürlendirme [1,52].

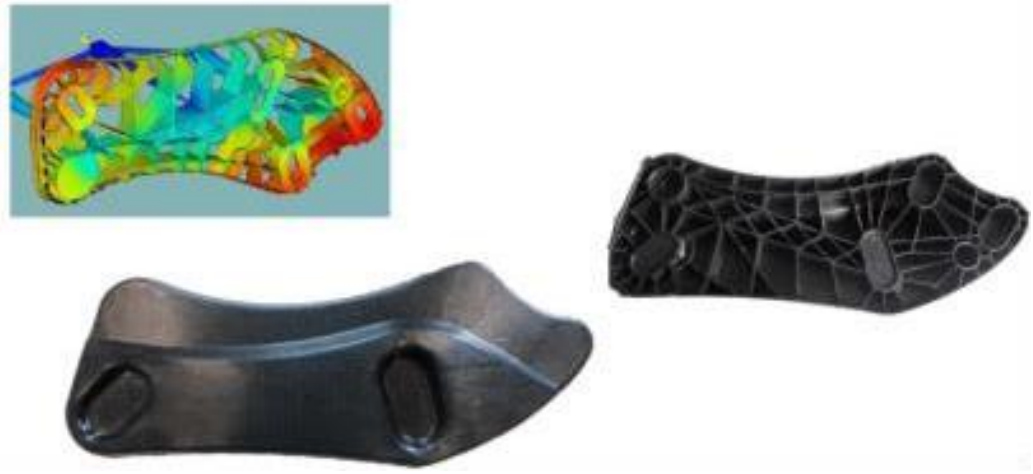
Dolayısıyla, otomotivde son dönemde en çok çalışılan kompozitler, cam elyaf takviyeli termoplastiklerdir (çoğunlukla PA6, PA66 ve PP). Özellikle son zamanlarda organik tabaka kompozitleri üzerinde yoğun çalışmalar yapılmaktadır. Organik tabaka kompozitleri, termoplastik (genellikle PA) reçine emdirilmiş sürekli-elyaf dokumaların ısıtılarak yumuşatıldıktan sonra enjeksiyon kalıbına konulması ve şekil verilmesi, sonrasında PA üzerine enjeksiyon edilerek kenar, bağlantı noktası vb elde edilmesi şeklinde üretilmektedir [53]. Bu teknoloji, birçok uygulamada plastik-metal hibrit kompozitlerin (İng. hybrid composite) yerine geçmektedir (Şekil 2.3).



Şekil 2.3. a) Hava yastığı modülü b) Organik hibrit kompozit parça

Şekil 2.3a'da verilen hava yastığı modülü, ticari versiyonundan %30 hafiftir. %47 sürekli cam elyaf içerikli PA6 kompozit üzerine, %40 kısa cam elyaf içerikli PA6 üzerine enjeksiyon yapılarak üretilmiştir. Ayrıca, Engel firmasının Organomelt ve KraussMaffei firmasının FiberForm isimli prosesleri ile Şekil 2.3b'de görünen organik hibrit kompozit parça üretilmiştir.

Organik tabaka kompozitlerin üretiminde termoplastik reçine emdirilen dokumalar ile ara ürün elde edilmektedir. Birleştirilen tabakaların tipik kalınlığı 0.5 - 4 mm aralığındadır. Tek adımda enjeksiyon prosesi, diğer bir deyişle ısıl presleme ve eş zamanlı üzerine enjeksiyon, en çok ilgi çeken uygulamalardan biridir (Şekil 2.4). Organik tabakaların en önemli dezavantajı, yüksek hacimli uygulamalarda kullanılmak için halen çok pahalı olmasıdır [54,55].



Şekil 2.4. Isıl presleme ve eş zamanlı üzerine enjeksiyon ile üretilen koltuk minderi yan elemanı (Renault, 2015)

Organik tabaka kompozitleri şu şekilde üretilir: Termoplastik (genellikle PA) reçine emdirilmiş sürekli-elyaf dokumalar ısıtılarak yumuşatıldıktan sonra enjeksiyon kalıbına konulur ve şekil verilir, sonrasında PA üzerine enjekte edilerek kenar, bağlantı noktası vb elde edilir. Organik tabaka kompozitlerinde kullanılan matris ile üzerine enjeksiyon yapılan termoplastik birbiriyle uyumlu olduğundan, arayüzey yapışmada herhangi bir problem olmamaktadır. Bu teknoloji, plastik-metal hibrit kompozitlerin yerine geçmektedir.

Termoplastik kompozitler hakkında son yıllarda bazı çalışmalar yapılmaktadır. Buna göre, arayüzey modifikasyonu amacıyla polimer yüzeyinde plazma uygulaması yüzey enerjisini arttırmaktadır [56–58].

Bu tez çalışmasında amaçlanan, kenar, bağlantı noktası vb ince detayları oluşturmak amacıyla, termoset kompozitler ve termoplastiklerin, üzerine enjeksiyon yöntemiyle birleştirilmesidir. Bu sayede, mukavemeti ve ısıl dayanımı yüksek bir termoset kompozitin bu özelliklerinden faydalanırken, kolay bir şekilde bağlantı noktaları ve ince detaylar üretilebilecektir. Ayrıca, üretim sırasında oluşan hatalı parçalardan veya ömrünü tamamlamış parçalardan termoplastik kısım kolaylıkla ısı uygulamasıyla kolayca çıkarılarak geri dönüştürülebilecektir. Nihayi olarak elde edilecek hibrit yapılar sayesinde, hafif ve mukavemeti yüksek parçaların kullanımıyla, otomotiv ve havacılık sektörlerinde yakıt tüketiminin azalması sağlanacaktır.

Poliamidler poliolefinlere kıyasla üstün termo-mekanik özelliklere sahiptir. Bu, özellikle oda sıcaklığının üzerinde çalışan parçalar için yorulma ve sürünme direncinin gerekli olduğu uygulamalarda poliamidin kullanılmasını sağlar. Bu tez çalışmasında termoplastik olarak poliamid 6 (PA6) kullanılmıştır.

Avrupa ve Amerika'yı da içine alan çok geniş veri tabanlı bir kaynak araştırması yapılması sonucunda, termoset kompozitler ile termoplastiklerin üzerine enjeksiyon yöntemiyle birleştirilmesinin şu ana kadar incelenmediği belirlenmiştir. Ayrıca, endüstriyel olarak da hali hazırda böyle bir uygulamanın varlığına rastlanmamıştır. Bu sebeple yapılan bu tez çalışması, hem akademik hem de endüstriyel açıdan önem arz etmektedir. Bu çalışmada, yüksek performans sağlayacak sürekli elyaf takviyeli termoset kompozitler ile termoplastiklerin bir arada kullanılarak üretileceği hibrit yapılar ele alınmıştır.

2.1. Termoset ve Termoplastik Hibrit Yapıların Bağlanmasıyla İlgili Çalışmalar

Termoset (TS) matrisli ve nispeten daha sağlam olan yapısal kompozitler, termal direnç ve mukavemet gerektiren uygulamalarda daha iyi performans göstermektedir. Erime davranışı göstermiyor olması, yüksek termal direnç, termoplastiklere (TP) kıyasla sıcaklık artışı ile modül veya mukavemette nispeten daha az değişiklik ve daha iyi sürünme özellikleri termosetlerin diğer avantajları olarak düşünülebilir. Bu avantajlara rağmen, dahili montaj ve bağlantı elemanı detaylarıyla tasarımlar oluşturmak sorun yaratmaktadır. Kaynak yapma seçeneğinin olmaması ve özellikle teknik tekstil kompozitleri ile karmaşık şekillerin üretiminde yaşanan zorluklar dikkat çekmektedir.

TS kompozitlerin montajı veya birleştirilmesi için en yaygın yöntemler i) Yapıştırmalı bağlantı, ii) Mekanik bağlantı, iii) Hibrit bağlantılar (eş zamanlı yapıştırma ve mekanik bağlantı) iv) İki kompozit parçayı arasında yapıştırıcı olsa da olmasa da birlikte kürleme (co-curing) [1,34,52]. Bahsi geçen tüm bu bağlantı yöntemleri işçilik, üretim süresi ve sonuçta maliyet açısından dezavantajlara sahiptir. TS işlemede çevrim süresi, otomotiv prosesleri için TS kompozitlerinin kullanımını kısıtlayacak bir uzunluktadır. Bununla birlikte, hızlı kürlenen TS sistemlerindeki son gelişmeler, TS kompozitlerinden ve ilişkili avantajlarından faydalanabilmeyi mümkün kılmaktadır [59–61].

TS ve TP kompozitlerin montaj ve bağlantısında yaşanan zorlukların üstesinden gelmek için son günlerde TS ve TP hibrit yapıların üretimi üzerine araştırmalar yapılmaktadır.

Bu amaçla literatürde, ultrasonik kaynak [62] , elektrik direnci ve rezistans kaynağı [63,64], lazer tabanlı ve ısıyla eriyen yapıştırıcı [65] gibi çeşitli bağlantı yöntemleri incelenmiştir.

Birçok çalışmada, azot, argon, flor, karbon dioksit, oksijen gibi farklı gazların kullanıldığı plazma tekniğiyle uygulanan yüzey işleminin etkisi incelenmiştir [56,57,66].

2.2. Termoplastik Kompozitler İle Termoplastiklerin Bağlanmasıyla İlgili Çalışmalar

Termoplastikler ve termoplastik kompozitlerin bağlanması için de yine benzer bir şekilde ultrasonik, indüksiyon, rezistans kaynak, ergitme kaynağı ve lazer kullanımına yönelik çalışmalara rastlanmıştır [67–70].

Yapılan bir çalışmada, ultrasonik kaynaklamanın termoplastiklerde kullanımı incelenmiştir. Bu çalışmada, ABS malzeme ile deneysel çalışmalar yapılmıştır. Etken parametreler olarak genlik ve kaynak basıncı kullanılmıştır [67].

Termoplastik kompozitlerin farklı kaynak (İng. welding) yöntemleri ile birleştirilmesi hakkında bir başka çalışmada, PPS matrisli termoplastik kompozitlerin; ultrasonik, indüksiyon ve reziztans kaynaklama ile birleştirilmesi hakkında karşılaştırmalı olarak çalışılmıştır. Statik ve dinamik-mekanik davranış incelenmiştir [68].

Literatürde, ergitme kaynağı (İng. fusion bonding) ile termoplastik kompozit birleştirme hakkında da bir çalışma bulunmaktadır. Yapıştırıcı uygulaması öncesinde kullanılabilecek yüzey hazırlama yöntemleri özetlenmiştir. Termoplastik filmler kullanılarak yapılan ultrasonik, induksiyon, rezistans ile kaynaklama yöntemleri anlatılmış, modelleme yapılmıştır. Termoset - termoplastik kompozit ve metal - termoplastik kompozit için ergitme kaynağı kullanımı incelenmiştir. [69].

PAN bazlı CFRP plakanın PET ile laser kullanılarak bağlanması konusunda yapılan bir çalışmada, özellikler kayma testi, OM ve SEM görüntüleri ile incelenmiştir [70].

2.3. Üzerine Enjeksiyon İle İlgili Çalışmalar

Otomotiv uygulamalarına dair son zamanlardaki çalışmaların termoplastiklere (TP) ve kompozitlerine odaklandığı görülmektedir. Özellikle, organo-tabaka kompozitler birçok araştırmacının dikkatini çekmektedir. Bu işlemde, emdirilmiş teknik tekstiller önce TP kompozit oluşturmak üzere enjeksiyon kalıbında ısıtılır ve şekillendirildikten sonra TP tasarım detayı, üzerine enjeksiyon yöntemiyle kompozitin üstüne eklenmektedir. Organik tabakalar ve üzerine enjekte edilmiş TP matrisi birbiriyle uyumlu olduğu için arayüzde yapışma sorunuyla çok nadiren karşılaşılmaktadır [53].

Avantajlarına rağmen, termoplastik kompozitler yüksek maliyet ve sınırlı termal direnç gibi bazı dezavantajlara sahiptir [54,55].

Yapılan literatür taraması, üzerine enjeksiyon yönteminin farklı polimerik malzemelerin montajı için kullanılabilecek ilgi çekici bir alternatif yöntem olduğunu göstermektedir. Yapıştırmalı veya mekanik bağlantı ihtiyacını ortadan kaldırmaktadır [53,71–77].

Bu işlemde, plastik malzeme, alt tabaka veya ana parça olarak kullanılan, önceden üretilmiş bir plastik parça veya kompozit üzerine enjekte edilerek kalıplanmaktadır. Üzerine enjeksiyonlanan plastik ve alt tabaka (İng. substrate) arasındaki arayüz, bu fazlar arasındaki fiziksel-kimyasal etkileşimlerden etkilenmektedir [76]. Birçok çalışmada, yüzey pürüzlülüğünün arttırılmasıyla, ortak arayüzdeki artışa bağlı olarak daha iyi yapışma elde edildiği belirlenmiştir [75,78,79]. Yüzey gerilimi prensibine bağlı olarak yüzeyin daha iyi ıslanması ve kılcallık (İng. capillarity) etkisinin yarattığı mekanik kilitlenme sonucunda daha iyi bir bağlanma sağlanmaktadır. Ayrıca, ara yüzey yapışmada üstün performans için, polimerler arasında zincirler arası difüzyonun önemli olduğunun altı çizilmiştir [76].

Termoplastik kompozitlerin alt tabaka olarak kullanıldığı üzerine enjeksiyon çalışmalarında, süreç parametrelerinin optimizasyonu nispeten belirlenmiştir [53,73,74]. Polipropilen (PP) üzerine TP elastomerin (TPE) üzerine enjeksiyonlanması ile ilgili çalışmada, kalıp sıcaklığı, enjeksiyon basıncı ve yüzey pürüzlülüğünün arayüzdeki yapışmayı etkilediği bulunmuştur [75].

Literatürde yer alan bir çalışmada, kısa karbon elyaf (CF) takviyeli PP kompozitlerde, epoksilenmiş reçineler ve PP-g-MAH (maleik anhidrit grafted PP) kullanımı ile mekanik özelliklerin iyileştiği, epoksinin CF yüzeyine bağlanarak arayüzeyi iyileştirdiği belirlenmiştir [80].

Son zamanlarda yapılan bir dizi çalışma, termoplastik termoplastik hibrit parçaların elde edilmesi için hibrit tek adım (single shot) yöntemini incelemektedir. Bu yöntemde, vulkanize edilmemiş CF / epoksi prepreg levhasının bir alt katman olarak kullanılması ve bu tabakanın üstüne termoplastiklerin üzerine enjeksiyon yöntemiyle eklenmesi söz konusudur [81–83].

2.4. Termoset Kompozitlerin Yapıştırıcı İle Birleştirilmesi İle İlgili Çalışmalar

Kompozit yüzeylerinde soyma kumaşı kullanımı vasıtasıyla pürüzlülük oluşturulabilmektedir. Soyma kumaşı uygulaması, yüksek performanslı kompozit yüzeylerinde ikincil yapıştırma, boyama gibi işlemlerde yapışma kuvvetini iyileştiren bir doku sağlamaktadır. Bu doku sayesinde, soyma kumaşının kompozit yüzeyinden çıkarılmasından sonra herhangi bir aşındırma veya zımparalama işlemi gerekmemektedir. Direkt olarak yapışma yüzeyi tozsuz ve pürüzlendirilmiş bir şekilde hazır olmaktadır.

TS kompozitlerinin yapıştırıcı ile bağlanmasını arttırmak için, yaygın olarak poliamid (PA), cam elyafı veya polyester bazlı olan soyma kumaşı kullanımı vasıtasıyla kompozitlerin yüzeyinde oluşturulan pürüzlülüğün etkisi geniş ölçüde araştırılmıştır [84–89]. Soyma kumaşının kompozit yüzeyinden çıkarılması sayesinde, kompozit yüzeyi pürüzlendirilmekte ve daha iyi bir bağlanma sağlayan aktif yüzey grupları oluşmaktadır [90].

Diğer yandan, pürüzlülük ve arayüz bağlantı kuvveti arasında bir ilişki kuramayan çalışmalar da bulunmaktadır. Bu davranışın, kompozit yüzeylerin kimyasal doğasından kaynaklandığı düşünülmektedir [88].

Kürleme aşaması gerektiren yapıştırıcılar örn. epoksi, uzun kürlenme süresi ve yüzey hazırlığı için yüksek işçilik maliyeti gerektirmektedir [91].

Yapıştırmalı bağlantıların, bağlantı bölgesinin her yerinde eşit gerilim alanı ve korozyonun önlenmesi gibi avantajları bulunmaktadır. Yapıştırıcıların, farklı tabakaların yapıştırılması sırasında bu tabakaların termal genleşme özelliklerini telafi ettiği de bilinmektedir [92]. Diğer avantajları arasında düşük yapısal ağırlık, üretim maliyeti, daha yüksek hasar toleransı ve daha iyi yorulma direnci sayılabilmektedir [93]. Aksine, mekanik sabitleme veya bağlantı ise, toplam ağırlıkta artışa ve gerilim konsantrasyonuna yol açmakta ve istenmeyen elyaf hasarlarına ve kırılmalara neden olmaktadır.

Yapıştırmalı bağlantıların performansını, kürlendirme koşulları, yapıştırıcı tipi, yapıştırılan maddeler, yüzey temizliği, yüzeylerin afinitesi, bağlantı tasarımı ve kullanım koşulları etkilemektedir [94].

Önceki çalışmalar, termoset kompozitlerin yapıştırılmasında, zımparalama, kumlama, soyma kumaşı, lazer ışınlama, korona deşarjı (discharge), plazma işlemi, bağlayıcı madde kullanımı, yüzey kimyasal fonksiyonelleştirme, alevleyici oksitleme işlemi gibi çeşitli yüzey hazırlama yöntemlerinin önemini vurgulamaktadır [91,94–97]. Daha önce yapılan bir çok araştırma, yapıştırıcı ile yapıştırılan parçalar arasındaki kimyasal bağın, bağlantının kalitesini etkileyen ana faktör olduğunu göstermektedir.

Yapıştırıcı kalınlığı, yapıştırıcıyla birleştirilen konfigürasyonların performansını etkileyen önemli bir faktördür. Yapıştırıcı kalınlığının optimizasyonu yapıştırıcının özelliklerine, geometrik parametrelere ve yükleme tipine bağlıdır [98].

Kompozitlerin yapıştırmalı bağlantısı ile ilgili bir çalışmada, farklı özellikteki yapıştırıcıların bağlantıların mukavemetini ve hasarını etkilediği saptanmıştır [92]. Kompozitlerin yapıştırıcılı ve yapıştırıcısız aynı anda kürlendirilmesi, ikincil bağlantı (İng. secondary bonding) ve birlikte bağlantı (İng. co-bonding) gibi çeşitli imalat yöntemleri ile tek tesirli bindirme (single lap) şeklinde yapıştırılması da literatürde çalışılan konular arasında bulunmaktadır [99].

Termoset kompozitlerin termoplastik bağlayıcı ve prepreg ara tabakası kullanılarak ergitme kaynağıyla bağlanması da başarıyla sağlanmıştır [63]. Yapıştırıcı ile birleştirilmiş kompozit parça bağlantılarının sönümleme ve dinamik davranışı da incelenmiştir [100].

Alternatif olarak, sıcak eriyik (hot melt) yapıştırıcılar herhangi bir kürleme adımı gerektirmez ve yaygın olarak hızlı montaj için kullanılmaktadır. Bu yapıştırıcılar termoplastik esaslıdır: poliolefin, polyester, poliüretan ve poliamid. Bu yapıştırıcıların özelliklerini geliştirmek için formülasyonlarında stabilizatör, yapışkanlığı arttırıcı, vaks ve dolgu maddeleri de kullanılmaktadır. Sıcak eriyik yapıştırıcılar eriyik halinde uygulandığından, viskoziteleri önemli bir parametre olmaktadır. Bu yapıştırıcılar, soğuduklarında maksimum mukavemete ulaşmaktadır. Sıcak eriyiklerin sınırlı ısı direnci ve mukavemet gibi dezavantajları bulunmaktadır [101]. Üzerine enjeksiyon,

bu çalışmada da yapıldığı gibi sıcak eriyik uygulamasından hemen sonra veya uzun süre sonra uygulanabilmektedir.

Sıcak eriyik yapıştırıcı kullanımı yüzey topografyasını değiştirmekte ve bu erimiş malzemeler arayüzde sıkışan havanın yerine geçmektedir, böylece yüzey pürüzlendirme işlemlerine olan ihtiyacı ortadan kaldırabilmektedirler [91].

Daha önce yapılan bir araştırmada, termoset kompozitlerin lazer esaslı sıcak eriyik yapıştırıcı kullanılarak termoplastiklere birleştirilmesi için bir metodoloji çalışılmıştır. Ara yüzeyde iyi bir bağlanma için sıcak eriyik yapıştırıcı tipinin çok önemli olduğu gösterilmiştir [65]. Sıcak eriyik tipinde bir termoplastik tabaka kullanılarak kompozitlerin kaynaklanması da farklı bir çalışmada rapor edilmiştir [102].

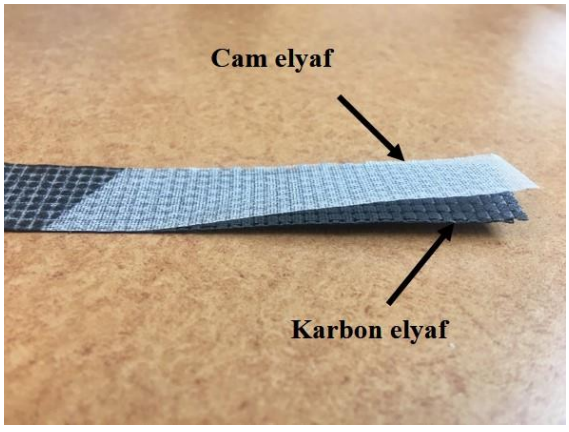
3. MALZEME VE YÖNTEM

Bu tez çalışması Sabancı Üniversitesi tarafından desteklenmiş olup, yapılan testlerin bir kısmı Malzeme Karakterizasyon laboratuvarlarında gerçekleştirilmiştir. Çalışmanın amacı, termoset kompozitler ile termoplastiklerin üzerine enjeksiyon yöntemi ile birleştirilmesinin araştırılması ve bu yöntem üzerinde etkisi olan parametrelerin incelenmesidir.

3.1. Malzemeler

Çalışmalarda termoset kompozit ile termoplastik malzemenin üzerine enjeksiyon yöntemiyle birleştirilmesi incelenmiştir. Bu kapsamda, termoset kompozit olarak cam ve karbon elyaf takviyeli epoksi kompozit, termoplastik olarak PA6 kullanılmıştır. Üstün termo-mekanik özelliklerinden dolayı, üzerine enjeksiyonlanan termoplastik polimer olarak PA6 tercih edilmiştir.

%43 fenol novolak esaslı epoksi içeren OM10-KG kodundaki prepegler Kordsa Türkiye'den temin edilmiştir. Tek bir prepreg tabakasının kalınlığı 0.36 mm'dir. Her prepreg katmanı, Şekil 3.1'de gösterildiği gibi dokuma karbon elyaf ve dokuma cam elyaftan oluşan iki kumaş katmanı içermektedir.



Şekil 3.1. Tek bir prepreg tabakasının yapısı

1.14 g/cm^3 yoğunluğa sahip, katkı maddesi eklenmemiş doğal ve enjeksiyonluk PA6 NB40NLE koduyla Eurotec tarafından bağışlanmıştır.

Sıcak eriyik seçimi tesadüfi olmamakla beraber polimerlerin erime sıcaklığı, baz polimer tipi gibi farklı özelliklerinden yola çıkarak seçim yapılmıştır. Genel bir kural olarak, sıcak eriyiklerin yumuşama veya erime noktası da kullanım sıcaklığından daha yüksek olmalıdır.

EMS-Griltech tarafından Griltex CE22G ve CE20P kodundaki yüksek performanslı kopolyesterler bağışlanmıştır. Bu ürünler esas olarak epoksi esaslı kompozitlerde epoksi matris ve elyaf arasında sertleştirici ve bağlama maddesi olarak kullanılmaktadır.

Kleiberit 724.1 kodunda poliolefin bazlı bir sıcak eriyik yapıştırıcı Kleiberit'den temin edilmiştir. Polyester esaslı TPU (termoplastik poliüretan), Ravathane 130 A80 kodu ile Ravago firması tarafından bağışlanmıştır.

Tezde kullanılan malzemelerin bilgileri ve özellikleri Tablo 3.1'de özetlenmiştir.

Tablo 3.1. Tezde kullanılan malzemelerin bilgileri

Malzeme	**Firma (Ülke)**	**Ürün Kodu**	**Baz Polimer Tipi**	**Başlıca Özellikler**
Termoset Prepreg	Kordsa (Türkiye)	OM10-KG	Fenol novolak bazlı epoksi	-%43 epoksi içeriği -2 katman kumaş (dokunmuş cam ve karbon elyaf) -Kalınlık: 0.36 mm
TP	Eurotec (Türkiye)	NB40NL ve NB40NLE	PA6	-Enjeksiyonluk -Takviyesiz doğal PA -Yoğunluk (g/cm^3): 1.14
Sıcak eriyik	EMS-Griltech (İsviçre)	CE22G	Kopolyester	-Erime (ºC): 130-140 -Camsı Geçiş (ºC): 17 -Eriyik viskozitesi (Pa*s): 300 -Yoğunluk (g/cm^3): 1.31 -Şekil: Granül
Sıcak eriyik	EMS-Griltech (İsviçre)	CE20P	Kopolyester	-Erime (ºC): 98-107 -Camsı Geçiş (ºC): 18 -Eriyik viskozitesi (Pa*s): 450 -Yoğunluk (g/cm^3): 1,31 -Şekil: Toz
Sıcak eriyik	Kleiberit (ABD)	Kleiberit 724.1	Poliolefin (PO)	-Erime (ºC): 140-170 -Eriyik viskozitesi (Pa*s): 8000 -Yoğunluk (g/cm^3): 0,95
Sıcak eriyik	Ravago (Türkiye)	Ravathane 130 A80 TPU	Termoplastik poliüretan (TPU)	-Sertlik: 82 ShA -Camsı Geçiş (ºC): 17 -Yoğunluk (g/cm^3): 1,19

3.2. Yöntem

3.2.1. Termoset kompozit hazırlanması sırasında kullanılan yöntemler

Doktora çalışmasında, termoset kompozitler vakum torbalama yöntemiyle preste üretilmiştir. Sonrasında su jetiyle istenen ölçülerde kesilmiştir. Bu süreçlerin tüm detayları 3.2.1.1 ve 3.2.1.2 nolu bölümlerde verilmiştir.

3.2.1.1. Vakum torbalama ile termoset kompozitlerin hazırlanması

Bu tez çalışmasında, termoset kompozitler vakum torbalama yöntemi ile prepreg kullanılarak üretilmiştir. Bu deneysel çalışmalar boyunca tüm koşullar ve dondurucu dışında geçen süre, tüm prepreg katları için sabit tutulmuştur.

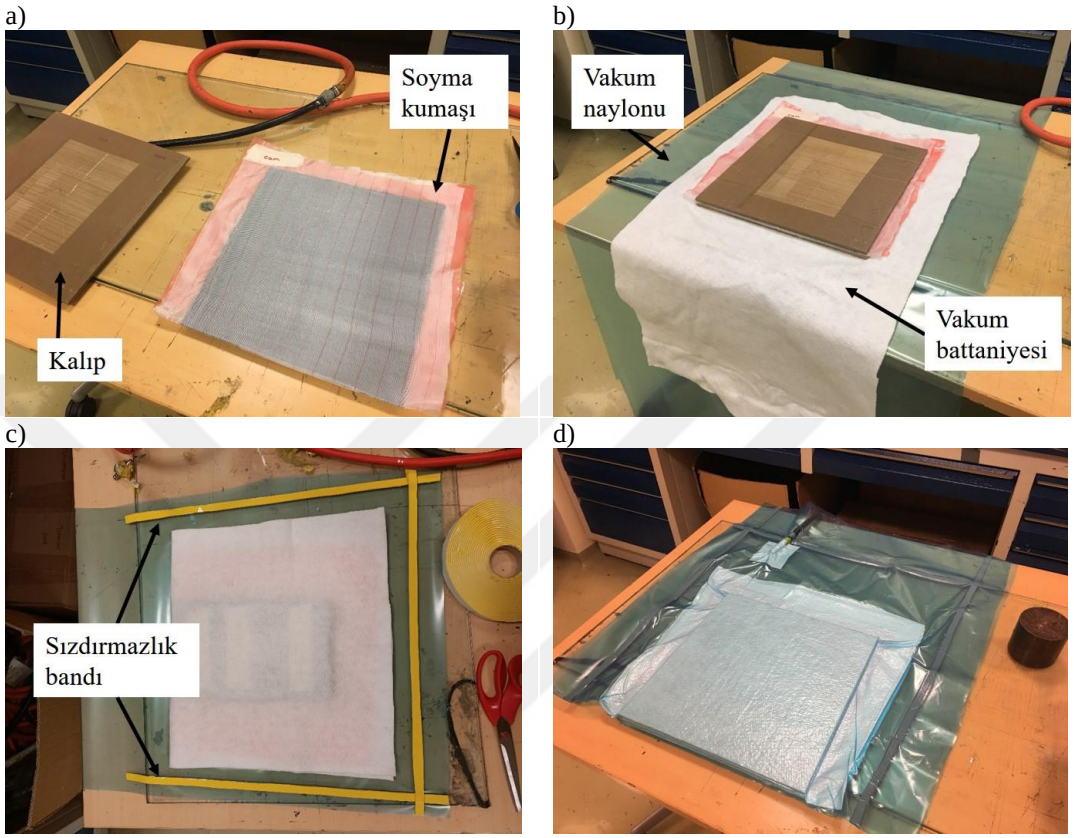
Termoset kompozit eldesinde kullanılan prepregler, bir falçata yardımıyla kullanılacak kalıp boyutunda kesilmiştir. Bu çalışmada genellikle 330x330 mm boyutunda kalıp kullanılmıştır. Kesim işlemi sırasında rulo yönü dikkate alınmış ve prepreglerin üzerine rulo yönünü belirten işaret konulmuştur.

Prepreg katmanlarının bir yüzeyinde koruma naylonu diğer tarafında ise kağıt bir katman bulunmaktadır. İlk prepreg plakası üzerinde bulunan koruma naylonu sökülmüştür. Sonrasında ikinci prepreg üzerinde bulunan kağıt katmanı sökülmüş ve ilk prepreg plakası üzerine arada hava kabarcığı kalmayacak ve herhangi bir katlanma olmayacak şekilde yapıştırılmıştır. Bu yapıştırma sırasında rulo yönünün her prepreg tabakası için aynı yönde olmasına dikkat edilmiştir. Bu işleme 10 adet prepreg katmanı üst üste yapıştırılana kadar devam edilmiştir.

Her prepreg katmanı dokuma karbon elyaf ve dokuma cam elyaftan oluşan iki kumaş katmanı içerdiğinden (Şekil 3.1), elde edilen kompozitin bir yüzeyinde takviye malzemesi olarak cam elyaf ve diğer yüzeyinde ise karbon elyaf yer almıştır. Elde edilen 10 katlık tabakanın cam elyaf olan tarafına işaret konulmuştur.

Termoset kompozitler 10 kat prepreg üst üste konulduktan sonra Şekil 3.2'de aşamaları gösterilen vakumlu torbalama yöntemi ile üretilmiştir.

Yüzeye pürüzlülük vermek amacıyla poliamid (PA) esaslı düz dokumalı soyma kumaşı (83 g/m^2) kullanılmıştır. Soyma kumaşı uygulamasının etkisi araştırıldığından, bazı seçili numuneler için prepreg üzerine soyma kumaşı uygulanmamıştır.



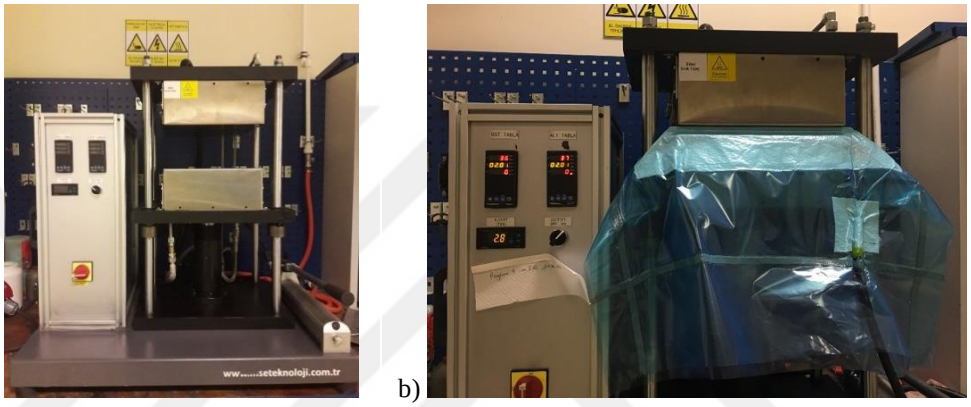
Şekil 3.2. Vakum torbalama süreci a) Soyma kumaşının kullanımı, b) Vakum battaniyesi ve naylonunun hazırlanması, c) Sızdırmazlık bandı uygulaması, d) Vakum torbasının vakuma alınması

Soyma kumaşı arasına sabitlenen bu yapı, teflon kaplanmış alüminyum kalıpların (2 adet) arasına yerleştirilmiştir. Şekil 3.2a'da soyma kumaşı ve kalıplar gösterilmiştir. Daha sonra bu yapı, Şekil 3.2b'de gösterilen bir nevi keçe şeklinde olan vakum battaniyesi arasına sarılmıştır. Vakum battaniyesi, kürlenme sırasında ısı ve basıncın etkisiyle dışarı akan epoksiyi emmesi için kullanılmaktadır. Tüm bu yapı, mavi renkteki vakum naylonu (Şekil 3.2b) içerisine konulmuştur. Vakum naylonu dış kısmına sızdırmazlık bandı Şekil 3.2c'de gösterildiği gibi yapıştırılmıştır. Daha sonra vakum naylonu kenarına sabitlenen bir boru yardımıyla, naylon içerisindeki tüm hava 90 kPa seviyesine kadar vakumlanmıştır (Şekil 3.2d).

Nihai yapı prese konularak, üreticinin aşağıda listelenen sıcaklık ve basınç koşullarında MSE Teknoloji frmasının ürettiği Şekil 3.3'de gösterilen sıcak pres ile kürlendirilmiştir.

- 25 dakikada oda sıcaklığından 80°C'ye ısıtma (1-5 bar)
- 5 dakika 80°C'de bekleme (1-5 bar)
- 25 dakikada 80°C'den 130°C'ye ısıtma (5-10 bar)
- 30 dakika 130°C'de bekleme (5-10 bar)

a) b)



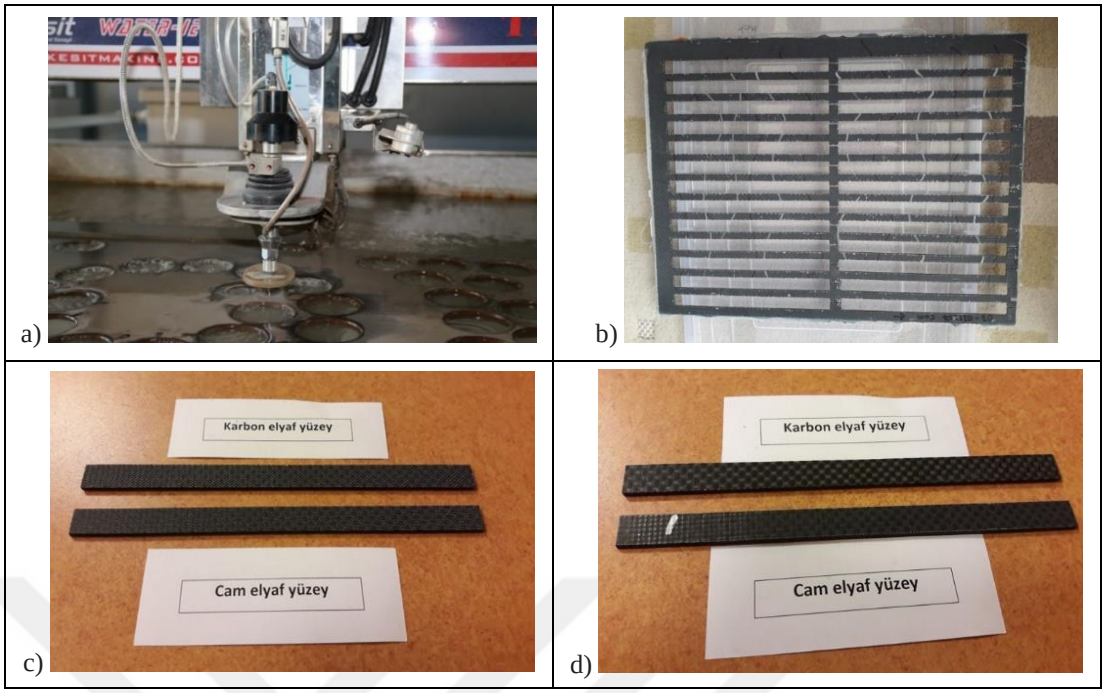
Şekil 3.3. Kürlendirme için kullanılan pres a) Sıcak pres b) Vakum torbasının prese yerleştirilmesi

Kürlendirme işlemi sonrasında, vakum torbası presten alınarak oda sıcaklığına kadar soğuması beklenmiştir. Vakum torbası açılarak, plakanın kenarları temizlenmiş ve 2,6 +/- 0,1 mm kalınlığında kompozit levha elde edilmiştir.

3.2.1.2. Termoset kompozit kesim işlemi

Epoksi bazlı termoset kompozit levhadan, enjeksiyon kalıbına sığacak şekilde küçük parçalar kesilmesi gerekmiştir. Bu işlem için, kompozite zarar vermeden, en hassas şekilde kesim yapabilmeyi sağlayan su jeti kullanılmıştır. Kesim işlemi su jeti ile Lazer Makina firmasında yapılmıştır (Şekil 3.4a).

Kompozit, kalıba sığacak, ama yanlardan boşluk da kalmayacak şekilde su jeti ile kesilmiştir. 146 * 10,7 mm boyutlarında kompozit parçalar elde edilmiştir. Soyma kumaşı uygulanan ve uygulanmayan kompozit örnekleri sırasıyla Şekil 3.4c ve 3.4d'de verilmiştir. Sonrasında, kompozitler hafifçe aseton ile yıkanmış ve 1 saat boyunca 80°C'de bir fırında kurutulmuştur.



Şekil 3.4. Termoset kesim işlemi a) Su jeti, b) Termoset kompozit plakasının su jeti ile örnek çıkarıldıktan sonraki hali, c) Soyma kumaşı uygulanan kompozit örnekleri, d) Soyma kumaşı uygulanmayan kompozit örnekleri

3.2.2. Üzerine enjeksiyon sırasında kullanılan yöntemler

Doktora çalışmasında, üretilen termoset kompozitler enjeksiyon kalıbına yerleştirilmiş ve PA6 eriyiği üzerine enjeksiyon yöntemiyle kalıplanmıştır. Bu işlemin detayları alt bölümlerde açıklanmaktadır.

3.2.2.1. PA eriyiğinin hazırlanması

Bu doktora çalışmasında, dikey konumlanmış konik çift vidalı, laboratuvar ölçekli bir ekstrüder olan DSM Xplore 15 cc mikro-harmanlayıcı cihazı kullanılmıştır (Şekil 3.5).

Ekstrüder cihazı (DSM Xplore) hem kesikli hem sürekli olarak çalıştırılabimektedir. Kesikli işletildiğinde kovan içindeki eriyik bir geri döngü kanalıyla sürekli olarak vidalar üzerinde devrettirilir. Polimer eriyiği istenilen süre sonunda ise bir vana yardımıyla kafaya yönlendirilir. Sürekli işletmede üretim hızı (İng. throughput) miktarı cihazın kendisi tarafından otomatik olarak vida hızı ile kontrol edilir.

Ekstrüderde soğutma havası girişinin yanısıra karışımların alıkonma süresi boyunca termo-oksidatif bozunmaların en aza indirilmesi için asal gaz girişi bulunur. Ekstrüdere besleme önden veya üstten yapılabilir. Üstten besleme hunisi veya soğutma

ceketi için su giriş çıkış hatları mevcuttur. Ayrıca cihazda bulunan 7 ısıl çift tek tek veya toplu olarak kontrol edilebilir. Kovanda harmanlama sırasında torkta ve düşey kuvvette meydana gelen değişimler zamana karşı kaydedilebilir.



Şekil 3.5. Laboratuvar ölçekli çift vidalı ekstrüder (DSM Xplore)

Çalışmada, PA6 granülleri besleme hunisi ile ekstrüderin ön kısmından beslenmiştir. Harmanlama ve eritme işlemi 100 rpm vida hızı, 230^{o}C kovan sıcaklığı ve bir dakika alıkonma süresinde argon atmosferinde yapılmıştır.

3.2.2.2. Üzerine enjeksiyonla kalıplama

Çalışmada, enjeksiyon kalıplama işlemi için DSM Xplore 12 cc enjeksiyon kalıplama cihazı kullanılmıştır (Şekil 3.6). Bu cihaz ile enjeksiyon basıncı ve zamanı kontrol edilerek malzeme konik birkalıba basılabilir.

Cihaz pnömatik sistem, ısıtılabilen enjeksiyon ünitesi ile sıcaklığı kontrol edilebilen kalıp tutucudan oluşmaktadır. Eriyik halde ekstrüder cihazından alınan polimer önceden belirlenmiş basınç profiline uygun olarak kalıplanır.

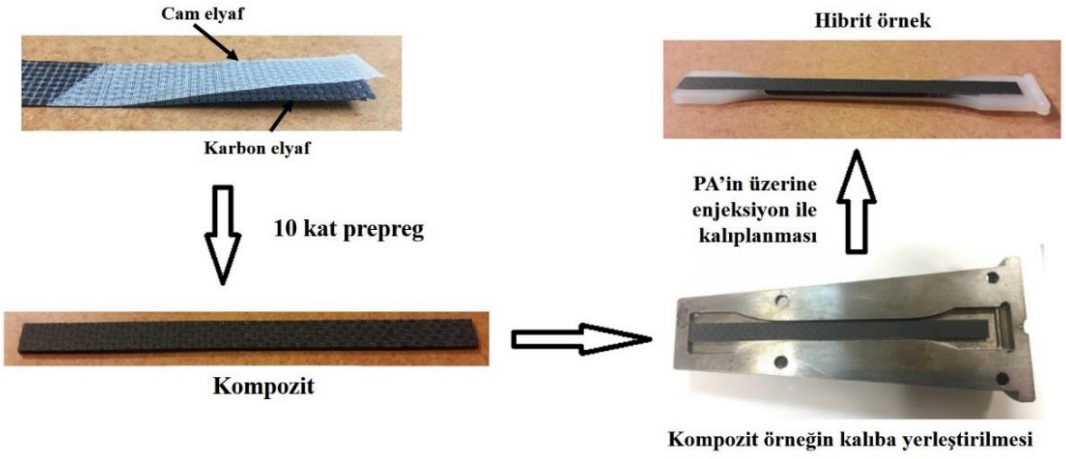
Üzerine enjeksiyon süreci 250^{o}C eriyik sıcaklığı ve 15 bar enjeksiyon basıncı şartlarında yapılmıştır. PA6, üzerine enjeksiyon işlemi öncesinde 24 saat boyunca 80°C'de bir vakumlu etüv içerisinde kurutulmuştur.



Şekil 3.6. Laboratuvar ölçekli enjeksiyon kalıplama cihazı (DSM Xplore)

Kompozit parça, alt tabaka (substrate) olarak enjeksiyon kalıbına (ISO-527-2 Tip 1B) yerleştirilmiş ve PA ikinci bir katman olarak üzerine enjekte edilmiştir (Şekil 3.7).

Üzerine enjeksiyonlanmış hibrit numunelerin nihai kalınlığı 4,18 ± 0,01 mm arasında değişmektedir.



Şekil 3.7. Hibrit örnekleri hazırlama adımları

3.2.3. Sıcak eriyik uygulaması sırasında kullanılan yöntemler

Sıcak eriyik yapıştırıcılar kolay ve hassas uygulayabilmek üzere, uygun çözücülerde çözündürülmüştür. Tüm detaylar Tablo 3.2'de verilmiştir.

Başlangıçta, her bir kompozit örneğin ağırlığı kaydedilmiştir. Çözelti formundaki yapıştırıcılar daha sonra kompozit yüzeylere fırça ile uygulanmıştır. Her uygulamadan sonra, kompozitler, çözücünün buharlaştırılması için 30 dakika boyunca 70^{o}C fırında bekletilmiştir. Oda sıcaklığında kararlı hale geldikten sonra, kompozitlerin ağırlığındaki değişiklik tekrar kaydedilmiştir. Kompozit üzerine uygulanan sıcak eriyik yapıştırıcının kalınlığı, ağırlık değişimi, sıcak eriyik yapıştırıcıların yoğunluğu ve uygulama yüzeyinin alanı kullanılarak hesaplanmıştır. Bu nedenle yapıştırıcı çözeltilerin uygulama işlemi, arzu edilen yapıştırıcı kalınlığı elde edilene kadar tekrarlanmıştır.

Uygulamanın sonunda kompozit üzerindeki sıcak eriyik kuru olduğundan ve yapışkan olmadığından, numunelerin üzerine enkesiyon yapılan yere transferi sırasında problem çıkarmamıştır.

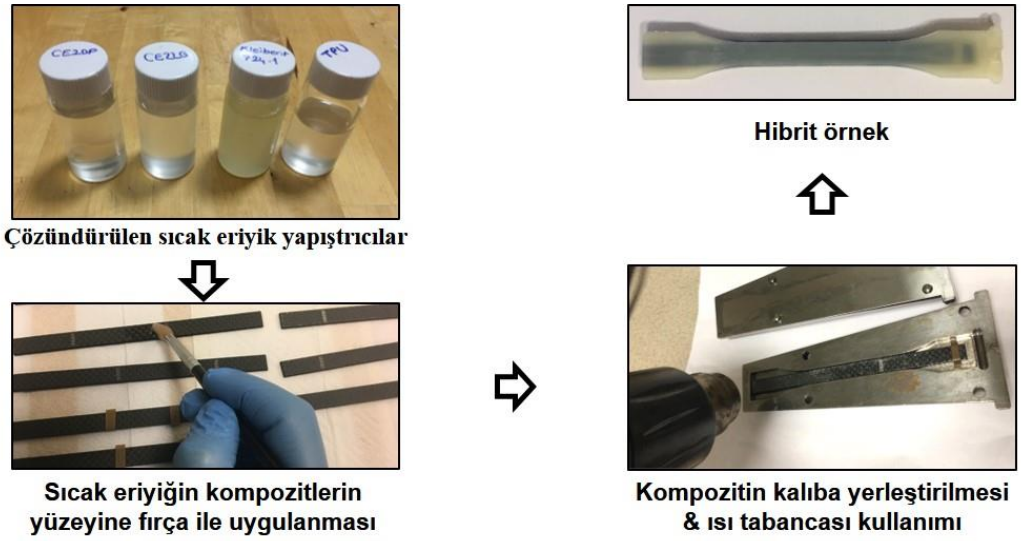
Tablo 3.2. Sıcak eriyik malzemelerin uygulama detayları

Malzeme Kodu	Çözücü	Sıcaklık (^{o}C)
CE22G	Kloroform	60
CE20P	Kloroform	60
PO	Trikloroetilen	80
TPU	Dimetilformamid	65

Yapıştırıcı kalınlığı, yapıştırıcıyla birleştirilen konfigürasyonların performansını etkileyen önemli bir faktördür. Yapıştırıcı kalınlığının optimizasyonu yapıştırıcının özelliklerine, geometrik parametrelere ve yükleme tipine bağlıdır [98]. Bu çalışmada, dört farklı sıcak eriyik tipi için iki farklı yapıştırıcı kalınlığının, yani 25 ve 100 μm'nin etkisi araştırılmıştır.

Sıcak eriyik uygulamasıyla hibrit örnekleri hazırlama adımları Şekil 3.8'de gösterilmiştir. Kompozit, sıcak eriyik uygulanan kompozit yüzeyi yukarı bakacak şekilde enjeksiyon kalıbına yerleştirilmiştir. Kompozitin yüzeyi, tüm örnekler için

(290°C'deki Kleiberit hariç) eridiği anlamına gelen renk değişikliği gözlenene kadar, ortalama bir dakika boyunca 220°C'de ısı tabancası ile ısıtılmıştır.



Şekil 3.8. Sıcak eriyik uygulanan hibrit örnekleri hazırlama adımları

Üzerine enjeksiyon, 245°C kovan sıcaklığında, 15 bar enjeksiyon basıncında mikroenjeksiyon kalıplama makinesi ile yapılmıştır. 4,18 ± 0,01 mm kalınlığında hibrit numuneler elde edilmiştir.

3.2.4. Karakterizasyon

Termoset kompozitlerin yüzey özelliklerinin arayüzey yapışma üzerinde etkisi olduğu düşünülmektedir. Bu kapsamda, kompozit yüzeylerin pürüzlülük ve temas açısı ölçümleri yapılmıştır.

Yapıştırıcıyla oluşturulan bir bağlantının performansını değerlendirmek için uygun test yönteminin kullanılması büyük önem arz etmektedir. Farklı metodolojiler kullanıldığında yapıştırıcının mukavemeti farklı elde edilebilmekte ve sonuçlar karşılaştırılabilir olmamaktadır. Bu nedenle, bağlantının özelliklerinin testten önce etraflıca analiz edilmesi gerekmektedir. Diğer yandan bağlantı tasarımı ve yapıştırılacak yüzey tipleri, uygun test yönteminin seçiminden kesinlikle daha önemli olmaktadır [103].

Çekme, kayma, basma, dinamik, dayanıklılık ve soyma testleri gibi yapışmayı değerlendirmek için farklı test yöntemleri mevcuttur. Kısa süreli mukavemet

karakterizasyonu tek tesirli bindirme testi ile yapılabilirken, kırılma tokluğu için çift dirsekli kiriş (İng. double cantilever beam) ve yüzey hazırlama ve solvent direnci için de kama (İng. wedge) testi kullanılabilmektedir. Bir yapıştırıcı bağlantısının uzun süreli dayanıklılığını garanti etmek için genel bir test mevcut değildir [93,104,105].

Hibrit numunelerde arayüz yapışma özelliğinin karakterizasyonu için ise üç nokta eğme, tek tesirli bindirme bağlantı testi, DMA, DSC, optik mikroskop, SEM, EDS ve mikro-CT analizleri kullanılmıştır.

Detaylı bilgi alt bölümlerde verilmiştir.

3.2.4.1. Pürüzlülük ölçümü



Şekil 3.9. Pürüzlülük ölçümü için kullanılan sistemler a, b, c) Mahr MarSurf M300C profilometre cihazı ve ölçüm (iğne) ucu d) Nanofocus 3D yüzey ölçüm

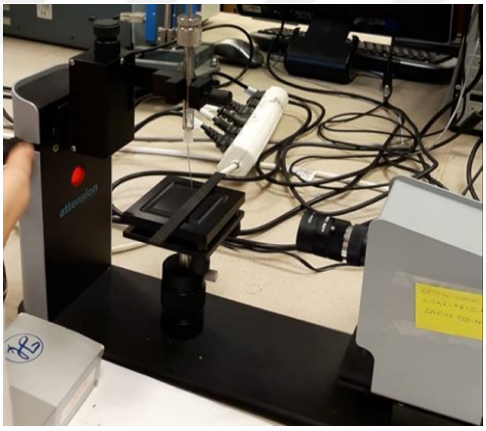
Pürüzlülük iki farklı teknikle ölçülmüştür; profilometri ve üç boyutlu (3D) yüzey ölçüm sistemi. İğneli ölçme yöntemi ile kompozit yüzeylerin pürüzlülüğünü ölçmek amacıyla Mahr MarSurf M300C profilometre aleti kullanılmıştır. Bu analiz EN ISO

4288’e göre yapılmıştır ve ölçümler 8 nm çözünürlükte ve 5.6 mm tarama uzunluğunda 2 µm yarıçaplı bir iğne ucu ile alınmıştır (Şekil 3.9a, 3.9c ve 3.9d). Her yüzey için on ölçüm olacak şekilde, aritmetik ortalama pürüzlülük (R_a) ve ortalama pürüzlülük derinliği (R_z) değerleri alınmıştır.

Pürüzlülük ayrıca ISO 25178'e göre 10x lensli Nanofocus µsurf 3D yüzey ölçüm sistemi kullanılarak da değerlendirilmiştir (Şekil 3.9b). Yüzey profillerinden pürüzlü anizotropik yüzeyleri temsil eden S_a parametresi elde edilmiştir.

3.2.4.2. Su temas açısı ölçümü

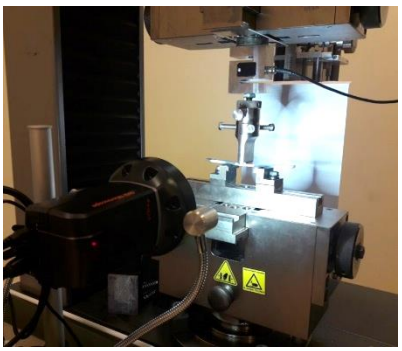
Kompozit yüzeylerinin temas açısı, oda sıcaklığında distile su kullanılarak KSV Attension Theta Lite markalı optik temas açısı ölçer cihazı ile ASTM D7334-08 standardına uygun olarak ölçülmüştür. Cihazın görüntüsü Şekil 3.10’da verilmiştir. Distile su, bir cam şırınga kullanılarak yüzeylere 10 µl miktarında damlatılmıştır. Denge oluştuktan sonra sağ ve sol taraftaki temas açısı değerleri kaydedilmiştir (Şekil 3.10b). Her numune için 10 ölçümün ortalama değeri sonuç olarak rapor edilmiştir.

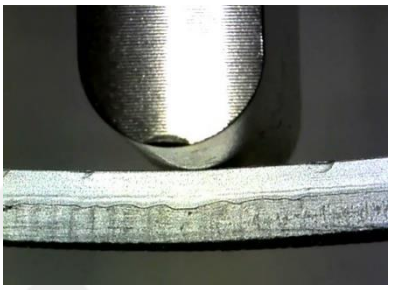
a)  b) 

Şekil 3.10. Optik temas açısı ölçer a) KSV Attension Theta Lite cihazı b) Durağan damlacık yöntemi görüntüsü

3.2.4.3. Üç nokta eğme

Üç nokta eğme testi yapmak için Zwick Z100 çekme test cihazı kullanılmıştır (Şekil 3.11a). Test konfigürasyonu ASTM D790'a göre düzenlenmiştir. Test 2 mm / dakika hızında ve destek noktaları arasındaki açıklık uzunluğu 57 mm olacak şekilde gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.11c). Her hibrit yapı numune kodu için 5 adet numune test edilmiştir. Ortalama değer ve standart sapma kaydedilmiştir.

a)  b) 

c)  d) 

Şekil 3.11. Üç nokta eğme testi için kullanılan sistemler a) Zwick Z100 çekme test cihazı, b) Test sırasında video kaydı almak için kullanılan sistem, c) Üç nokta eğme testinde numunenin görünümü, d) Video kaydından alınan örnek bir görüntü

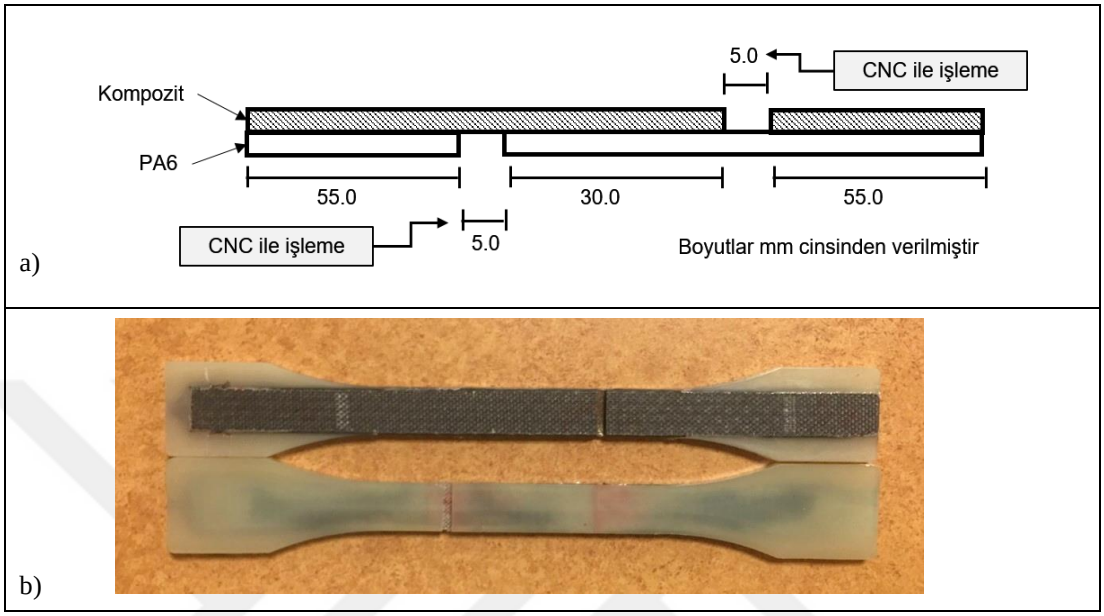
PA katmanı tüm testler sırasında daima üst pozisyonda (yük uygulama noktası ile temas halinde) tutulmuştur (Şekil 3.11d). Gerilme-gerinim eğrisi ile karşılaştırma yaparak ilk arayüzey ayrılmasının tespiti amacıyla, üç nokta eğme testi sırasında, numune yüklenme bölgesinin eş zamanlı video kaydı alınmıştır (Şekil 3.11b).

3.2.4.4. Tek tesirli bindirme (single lap) testi

Yapıştırmalı bağlantıların performansını değerlendirmek için uygun test yönteminin kullanılması büyük önem arz etmektedir. Farklı metodolojiler kullanıldığında yapıştırıcının mukavemeti farklı elde edilebilmekte ve sonuçlar karşılaştırılabilir olmamaktadır. Bu nedenle, bağlantının özelliklerinin testten önce etraflıca analiz edilmesi gerekmektedir. Diğer yandan bağlantı tasarımı ve yapıştırılacak yüzey tipleri, uygun test yönteminin seçiminden kesinlikle daha önemli olmaktadır [103].

Çekme, kayma, basma, dinamik, dayanıklılık ve soyma testleri gibi yapışmayı değerlendirmek için farklı test yöntemleri mevcuttur. Kısa süreli mukavemet karakterizasyonu tek tesirli bindirme testi ile yapılabilirken, kırılma tokluğu için çift

dirsekli kiriş ve yüzey hazırlama ve solvent direnci için de kama testi kullanılabilmektedir. Bir yapıştırıcı bağlantısının uzun süreli dayanıklılığını garanti etmek için genel bir test mevcut değildir [93,104,105].

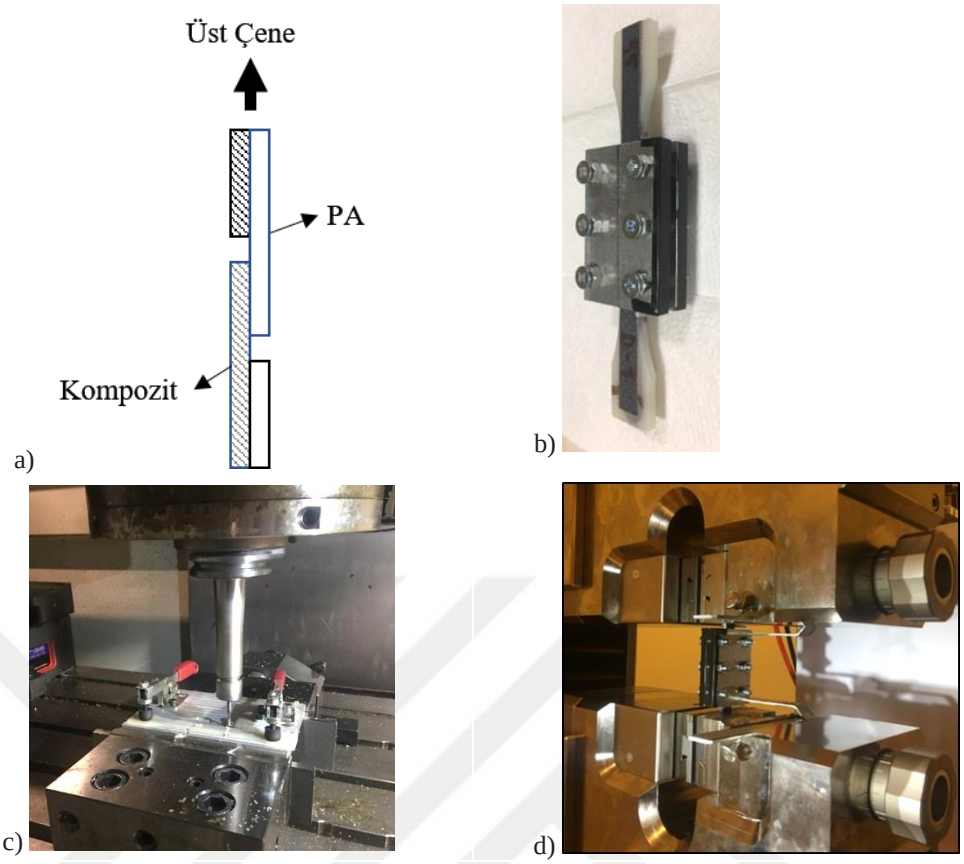


Şekil 3.12. Tek tesirli bindirme örneği a) Örnek boyutları b) Örnek görünümü

Tez çalışmasında dört farklı sıcak eriyik yapıştırıcının ve iki farklı yapıştırıcı kalınlığının bağlantı performansı üzerindeki etkisi, tek tesirli bindirme testi ile ASTM D5868'e göre ölçülmüştür. Standartta belirtilen farklı olarak, numuneler CNC ile işlenmiş (Şekil 3.13c) ve bu şekilde numuneler hazırlanmıştır, kullanılan numune boyutları Şekil 3.12a'da verilmiştir. Test numunesinin her iki yönden görünümü Şekil 3.12b'de gösterilmiştir.

Tek tesirli bindirme testleri Zwick Z100 test makinesi ile yapılmıştır. Tek tesirli bindirme bağlantı numunesinin kendi tasarımı sayesinde çenelerde herhangi bir dolgu plakasının kullanılmasına ihtiyaç duyulmamıştır.

Test sırasında örnek konfigürasyonu, Şekil 3.13a'da gösterildiği gibi, PA tabakası test sırasında her zaman üst çenede olacak şekilde tutarlı tutulmuştur. Üzerine enjeksiyon ile bir araya getirilen ve benzer olmayan malzemeler, tek tesirli bindirme bağlantı örneği konfigürasyonunda, eğilme deformasyonuna ve yanıltıcı mukavemet sonuçları ile sonuçlanan soyulma stresine maruz kalmaktadır [105,106].



Şekil 3.13. Tek tesirli bindirme testi detayları a) Test sırasında örneğin konfigürasyonu, b) Örneğin bükülmesini engelleyen özel aparat, c) Örneği CNC ile işleme aşaması, d) Çekme test cihazı çenelerinde örneğin yerleştirilmesi

Numunenin mod 1 deformasyonu diğer bir deyişle bükülmesini önlemek ve numunenin yükleme bölgesini desteklemek için, 2 plaka ve 6 civatadan oluşan özel bir aparat tasarlanmış ve üretilmiştir (Şekil 3.13b). Her numune bu cihaza yerleştirilmiş ve hafifçe sabitlendikten sonra çekme test makinesinin çenelerine yerleştirilmiştir (Şekil 3.13d).

Tek tesirli bindirme testinde, tüm numuneler 1 mm / dakika çekme hızıyla test edilmiştir.

Kayma mukavemeti, maksimum yükün üst üste binme alanına bölünmesiyle hesaplanmıştır. Her bir numune kodu için beş numune test edilmiştir. Sıcak eriyik yapıştırıcıların uygulanması sırasındaki tutarsızlık problemi nedeniyle, anlamsız veriler hariç tutulmuş ve en az üç örneğin ortalaması verilmiştir.

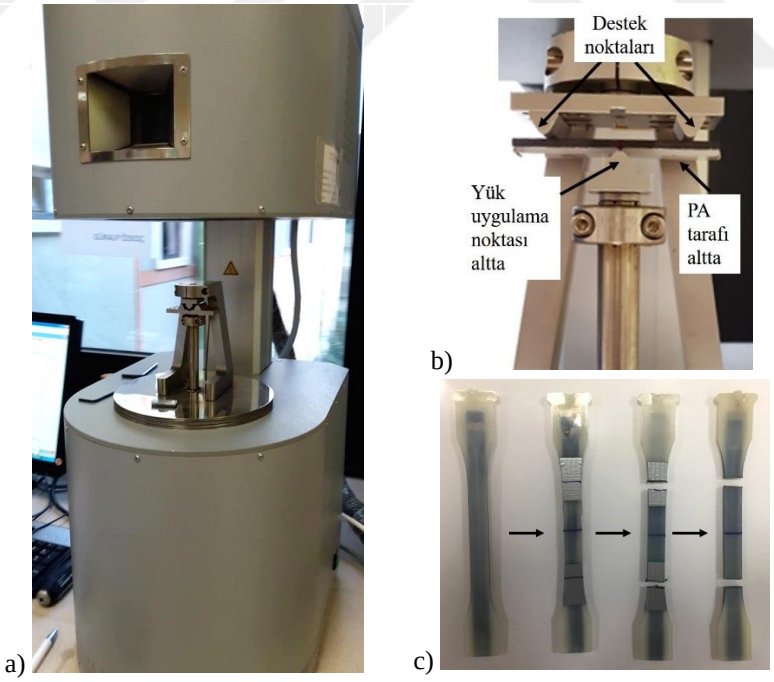
3.2.4.5. Dinamik mekanik analiz (DMA)

Dinamik mekanik özellikleri elde etmek için, Metravib DMA50 dinamik mekanik analiz cihazı kullanılmıştır (Şekil 3.14a). Testler ASTM D5023-15'e göre, 30-200^{o}C sıcaklık aralığında, 3 Hz sabit frekansta, 10^{o}C/dak ısıtma hızıyla üç nokta eğme modunda yapılmıştır.

Test sırasında, üç nokta eğme testinde olduğu gibi, daima yük uygulama noktasıyla PA katmanın temas halinde olmasına dikkat edilmiştir (Şekil 3.14b).

Tüm örnekler için destek noktaları arasındaki mesafe ve örnek uzunluğu sırasıyla 37,5 ve 57 mm olarak sabitlenmiştir. Gerekli numuneler hibrit örneklerin orta kısmından kesilerek elde edilmiştir. Örneğin zarar görmesini engellemek için, kesilecek kısımlar önce bantlanmış sonra dremel ile kesilmiştir (Şekil 3.14c).

ASTM D5023-15 standardından farklı olarak, 4,2 mm kalınlığında, 10,0 mm genişliğinde ve 57 mm uzunluğunda örnekler kullanılmıştır.



Şekil 3.14. DMA testi detayları a) DMA cihazı, b) Numune yerleştirme şekli, c) DMA numunesi hazırlama aşamaları

3.2.4.6. Diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC)

Numunelerin termal özellikleri TA Q2000 DSC ile belirlenmiştir. Cihazın genel görünümü Şekil 3.15'de gösterilmiştir.



Şekil 3.15. TA Q2000 marka DSC cihazı

Analizler ASTM D3418 ve ASTM E1356'e göre yapılmıştır. Çalışmanın ilk adımındaki testler, 0 ila 300°C arasında 10°C/dakika ısıtma hızında gerçekleştirilmiştir. Süpürme gazı olarak azot kullanılmış ve numune ağırlığı 4-6 mg'a sabitlenmiştir. Numuneler, PA tabakasının hem kompozit tarafından hem de kalıp tarafından maket bıçağıyla yüzeyi kazıyarak elde edilmiştir.

Çalışmanın ikinci aşamasında, sıcak eriyik yapıştırıcıların termal özellikleri de aynı cihaz ile elde edilmiştir. Camsı geçiş ve erime sıcaklığını elde etmek için -100°C ile 300°C arasında 10°C/dakika ısıtma hızı kullanılmıştır.

3.2.4.7. Işık mikroskobu

Tek tesirli bindirme testlerinden sonra, kompozit yüzeylerin kırılma veya başka bir deyişle ayrılma yüzeyi deseni Şekil 3.16'da verilen Nikon SMZ1500 stereoskopik mikroskopta gözlenmiştir.



Şekil 3.16. Işık mikroskop

3.2.4.8. Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

Kompozit yüzeyleri ve hibrit örneklerin kesit yüzeyleri Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile 3 kV'de karakterize edilmiştir. Numuneler iletken olmadığından, SEM analizi öncesinde yüzeylerine iletken karbon kaplama uygulanmıştır. Çalışma kapsamında kullanılan Zeiss LEO Supra VP35 marka SEM cihazının genel görünümü Şekil 3.17'de verilmiştir.



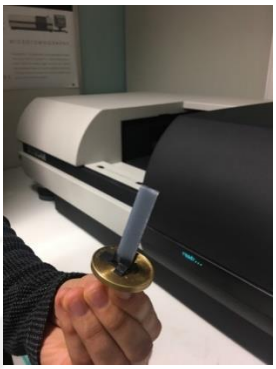
Şekil 3.17. Zeiss LEO Supra VP35 marka SEM cihazı

3.2.4.9. EDS

Kompozit yüzeylerin kimyasal bileşimini analiz etmek için Oxford X-Max marka EDS cihazı kullanılmıştır.

3.2.4.10. Mikro-CT

Hibrit örneklerin tahribatsız bir şekilde içyapısını görüntülemek amacıyla mikro-CT analizi yapılmıştır. Bruker SkyScan 1172 marka mikro-CT cihazı kullanılmıştır (Şekil 3.18a). Analizler, hibrit numunelerin orta bölümünden alınan örnekler ile yapılmıştır (Şekil 3.18b).

a)  b) 

Şekil 3.18. Mikro-CT analizi a) Bruker SkyScan 1172 mikro-CT cihazı, b) Kullanılan örnek tutucu ve örneğin görüntüsü

SkyScan 1172'nin yenilikçi esnek tarayıcı geometrisi, özellikle ara çözünürlük seviyelerinde sabit kaynak dedektörü tasarımına sahip olan önceki tarayıcılara kıyasla yaklaşık on kat daha hızlıdır ve çok avantajlıdır. Kısaca, nesne yüksek hassasiyetli bir tutucuda dönerken, sistem nesnenin farklı açısal görünümlerden, birden çok X-ışını gölge iletim görüntüsünü elde eder. Bu gölge görüntülerden, nesnenin enine kesit görüntüleri yeniden yapılandırılır, böylece iletim görüntülerinde seçilen yükseklik aralıkları üzerinden dahili mikroyapı ve yoğunluğun tam bir üç boyutlu (3D) temsili oluşturulur.

Görüntüler 1K büyütmede (1000x668 piksel) alınmış ve X-ışını kaynağı 62 kV voltaj ve 161 µA akım ile çalıştırılmıştır. Üç boyutlu X-ışını görüntüleri, 270 ms maruz kalma süresi ve 0,7˚ dönüş adımı kullanılarak 360º tomografik döndürme için elde edilmiştir.

Kamera ve görüntü piksel boyutu sırasıyla 8,75 ve 25,9 µm'dir (30 büyütmeye denk gelmektedir). Enine ve sajital görüntüler Dataviewer'dan alınmıştır ve hacimsel gösterimler CTAn Software ile elde edilmiştir.

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

Tez çalışmasında ilk olarak hibrit yapıda arayüzey yapışmasını etkilediği düşünülen 3 ana faktör incelenmiştir: kompozitte kullanılan takviye elyafı (karbon ve cam), üzerine enjeksiyon prosesi sırasında kullanılan kalıp sıcaklığı (30^oC ve 80^oC), kompozit yüzeyinde soyma kumaşı uygulaması.

İkinci aşamada, hibrit yapıda arayüzey yapışmasını iyileştirme amacıyla sıcak eriyik yapıştırıcı kullanımı araştırılmıştır. Bu kapsamda, termoset kompozit yüzeyine 4 farklı sıcak eriyik, 2 farklı kalınlıkta uygulanmıştır.

Alt başlıklarda elde edilen sonuçlar ve değerlendirmelere yer verilmiştir.

4.1. Karbon ve Cam Elyaf / Epoksi Kompozit - PA6 Hibrit Yapıların Üzerine Enjeksiyon İle Hazırlanması ve Karakterizasyonu

Tezin bu aşamasında, alt tabakada (substrate) kullanılacak termoset (TS) kompozitlerin matrisi olarak epoksi reçine kullanılmıştır. Ayrıca, üstün termo-mekanik özelliklerinden ötürü, üzerine enjeksiyonlanan termoplastik (TP) olarak da PA6 kullanılmıştır. Takviye malzemesinin arayüz yüzeyindeki etkisini incelemek için dönüşümlü olarak karbon elyaf ve cam elyaflı termoset kompozitler hazırlanmıştır (ilk parametre). Hibrit yapıların arayüzündeki bağlanma mukavemetinin, üzerine enjeksiyon süreç parametreleri, özellikle de kalıp sıcaklığının (ikinci parametre) etkisi ile kısmen açıklanıp açıklanamayacağı araştırılmıştır. Üçüncü parametre olarak, soyma kumaşı uygulamasıyla oluşturulan kompozit yüzey pürüzlülüğünün etkisi incelenmiştir.

Üç nokta eğme ve DMA analizi hibrit yapı örnekleriyle gerçekleştirilmiştir. Kompozitlerin yüzeyi SEM, temas açısı ve pürüzlülük ölçümleriyle karakterize edilmiştir. Ayrıca, arayüz bölgesi SEM ve mikro-CT ve Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC) analizi ile karakterize edilmiştir.

4.1.1. Deney tasarımı - proses parametreleri ve yüzey özelliklerinin etkisinin incelenmesi

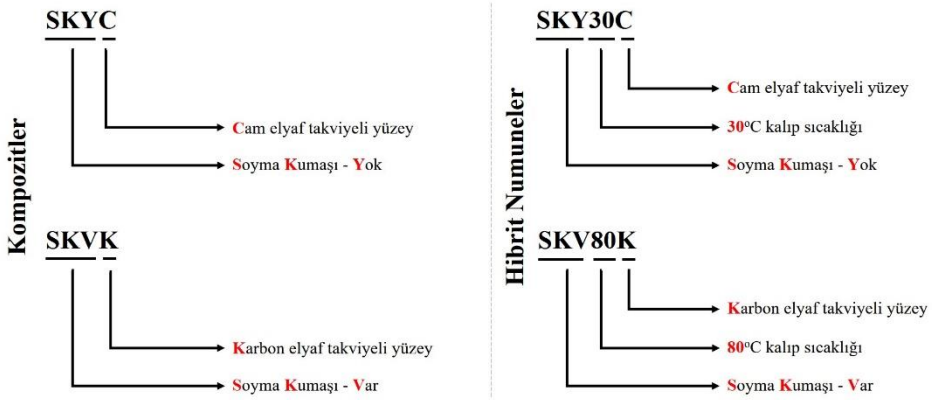
Birinci parametre olarak, üzerine enjeksiyon yapılan kompozit yüzeyindeki takviye malzemesinin cam elyaf veya karbon elyaf olarak iki farklı çeşitte olması incelenmiştir. TP üzerine enjeksiyon süreç parametrelerinin TP kompozitlerinin arayüz bağlanması üzerinde önemli bir etkisi olduğu bilinmektedir [53,73,74]. Bu nedenle, PA ve kompozit (ikinci parametre) arasındaki arayüz yapışması üzerindeki etkisini belirlemek için üzerine enjeksiyon işleminde iki farklı kalıp sıcaklığı, 30 ve 80^{o}C kullanılmıştır.

Yüzey pürüzlülüğü aynı zamanda daha geniş temas yüzey alanı sağlamasından dolayı yapışmayı etkileyen bir parametredir [75,78]. Kompozit yapıların yapıştırma ile bağlanması üzerindeki pürüzlülük etkisini değerlendirmek için çeşitli çalışmalarda soyma kumaşı kullanılmıştır. Bu nedenle üçüncü parametre olarak soyma kumaşı kullanımının etkisi araştırılmıştır.

Tablo 4.1. İncelenen parametreler ve numune kodları

Hibrit Kodu	Numune	Soyma Kumaşı Var (SKV) Yok (SKY)	Kalıp Sıcaklığı (^{o}C)	Üzerine enjeksiyon yapılan kompozit yüzeyindeki takviye elyafı	Kompozit Kodu
SKV30K		SKV	30	Karbon	SKVK
SKV30C		SKV	30	Cam	SKVC
SKY30K		SKY	30	Karbon	SKYK
SKY30C		SKY	30	Cam	SKYC
SKV80K		SKV	80	Karbon	SKVK
SKV80C		SKV	80	Cam	SKVC
SKY80K		SKY	80	Karbon	SKYK
SKY80C		SKY	80	Cam	SKYC

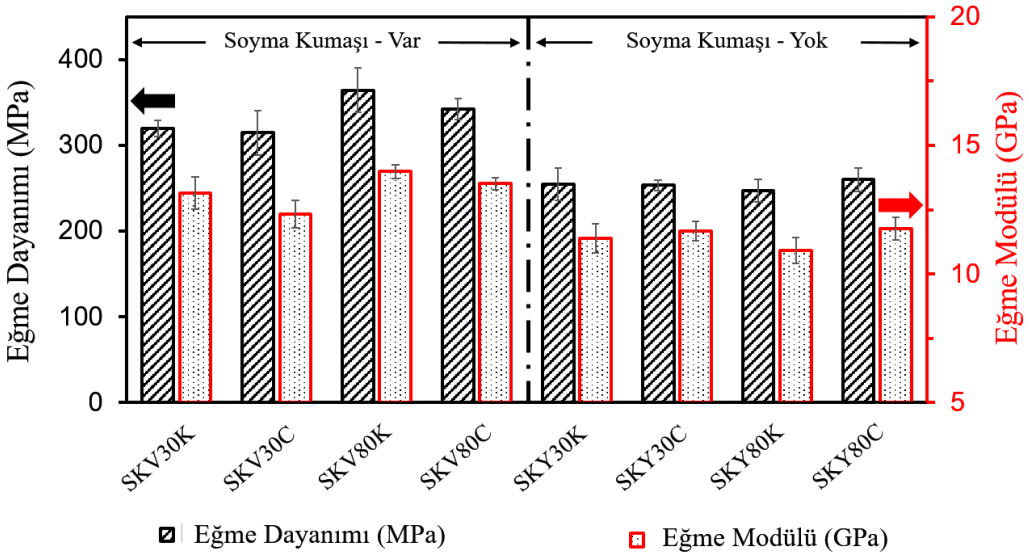
Üzerine enjeksiyonlanmış hibrit yapı setlerinde incelenen parametreler Tablo 4.1'de verilmiştir. Bu noktadan itibaren, hibrit yapıları belirtmek için Tablo 4.1 ve Şekil 4.1'de açıklanan adlandırma yöntemi kullanılacaktır.



Şekil 4.1. Kompozit ve hibrit numuneler için kullanılan adlandırma

4.1.2. Üç nokta eğme ölçümleri

Şekil 4.2'de soyma kumaşı varlığı, takviye malzemesi (yani karbon veya cam elyaf) ve kalıp sıcaklığına göre hibrit numunelerin eğme mukavemeti ve modülündeki değişikliği gösterilmektedir. Üç nokta eğme testleri, soyma kumaşı kullanımının eğme mukavemeti ve modülü üzerinde en önemli etkiye sahip olduğunu ortaya koymaktadır. Beklendiği gibi, artan pürüzlülük, daha geniş temas yüzey alanı nedeniyle daha iyi yapışma sağlamaktadır. Soyma kumaşı uygulanmadığında, kompozit yüzeyde elyaf tipi seçiminin ve kullanılan kalıp sıcaklığının kayda değer bir etkisi yoktur.

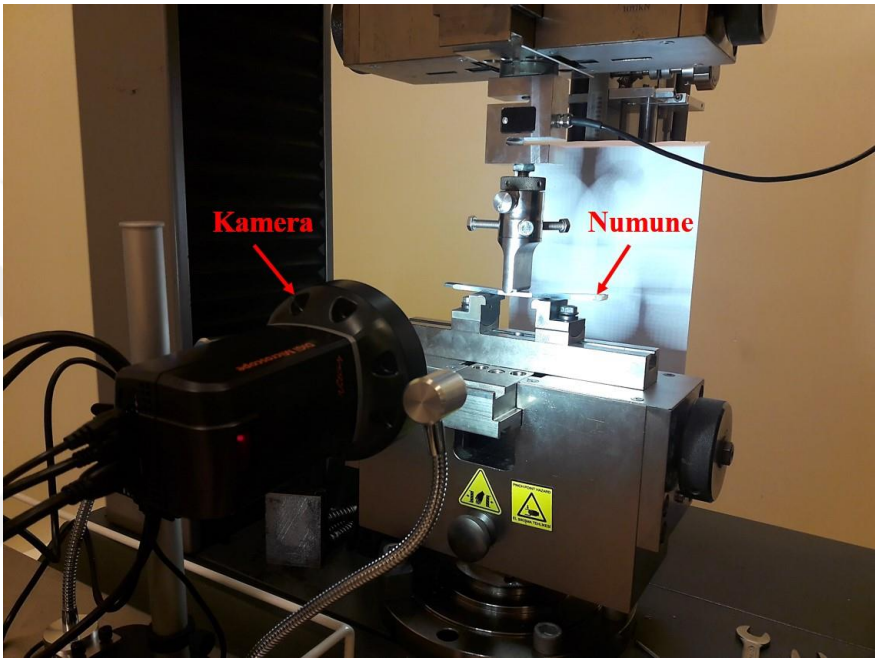


Şekil 4.2. Hibrit numunelerin eğme dayanımı ve modülü

Soyma kumaşı uygulanan yapıştırma yüzeyi durumunda, 80°C kalıp sıcaklığı biraz daha yüksek eğme mukavemeti ile sonuçlanmıştır. Soyma kumaşı uygulaması olan hibrit numuneler için, üzerine enjeksiyon 80°C kalıp sıcaklığında

gerçekleştirildiğinde, yapıştırma yüzeyindeki karbon elyaf cam elyafa kıyasla ortalama eğme mukavemeti değerlerinde yaklaşık % 6 oranında marjinal bir artış ile sonuçlanmıştır. Bununla birlikte, bu farkın 30^{o}C kalıp sıcaklığında neredeyse önemsiz (% 1,5) olduğu belirlenmiştir.

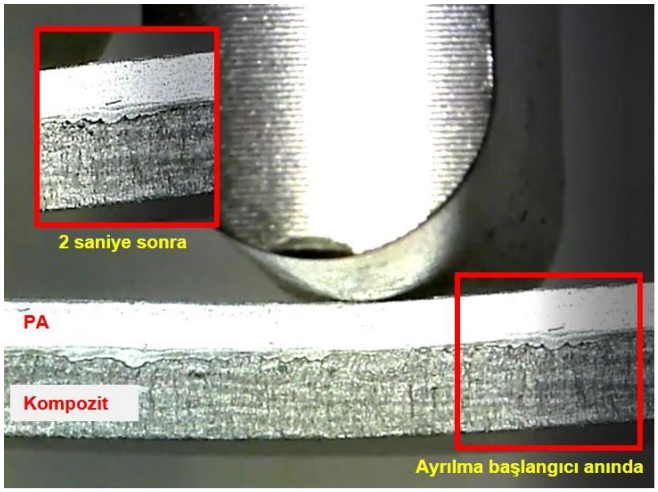
Mekanik test verilerinin analiziyle, PA ve kompozit katmanlar arasındaki ayrılmanın başladığı an, diğer bir deyişle delaminasyon başlangıcı da incelenmiştir.



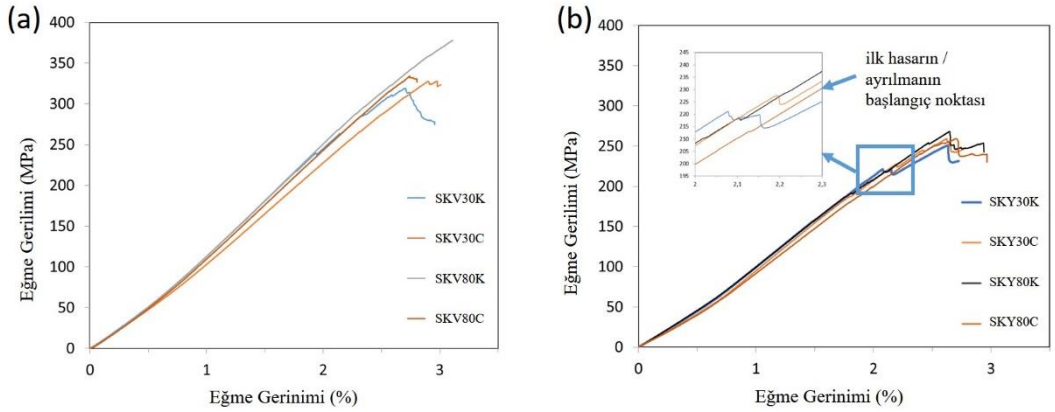
Şekil 4.3. Üç nokta eğme testi sırasında kullanılan video kayıt düzeneği

Numunelerin test edilmesi sırasında video kayıtları alınmıştır. Şekil 4.3'de kullanılan video kayıt düzeneği gösterilmiştir. Her bir örnek için, kompozit ve PA katmanlarının ayrılma anı tespit edilmiştir. Şekil 4.4'de örnek bir anlık görüntü verilmiştir. Kompozit ile PA katmanı arasındaki ilk ayrılmanın, Şekil 4.5b'nin iç kısmında açıkça verilen birinci pikte (tepe noktası) gerçekleştiği gözlenmiştir. Bu ilk yük düşüşü, esas olarak, bu çalışmada araştırılmakta olan lokalize arayüz hasarı başlangıcına denk gelmektedir.

Maksimum hasardaki eğme mukavemeti hibrit yapının mukavemetini temsil ederken, ilk kuvvet piki PA ve kompozit tabakası arasındaki ilk hasarın veya ayrılmanın başlangıç noktası olarak kabul edilebilir (Şekil 4.5).



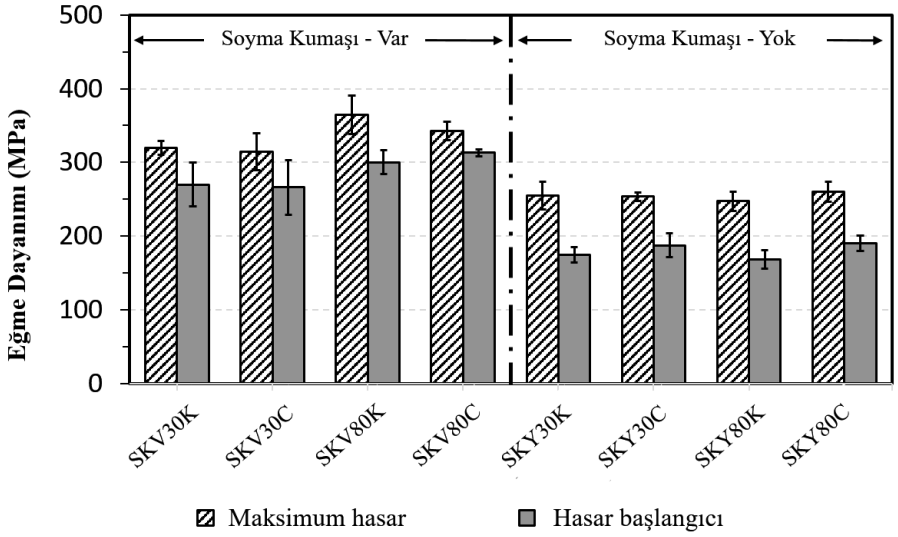
Şekil 4.4. Üç nokta eğme testi sırasında kompozit ve PA katmanları arasında gözlemlenen ayrılma anı



Şekil 4.5. Tipik eğme gerilimi – gerinimi (%) eğrileri a) Soyma kumaşı uygulanan b) Soyma kumaşı uygulanmayan hibrit örnekler

Termoplastik tabakanın termoset kompozitten ayrışma anı, Şekil 4.6'da hasar başlangıcı olarak ifade edilmiştir. Maksimum hasar ifadesi ise eğme gerilimi – gerinimi eğrisinde hibrit yapının elde edilen maksimum mukavemetini temsil etmektedir.

Şekil 4.6'da gösterilen hasar başlangıç değerlerinde de görüldüğü gibi, soyma kumaşı uygulaması arayüz yapışmasını önemli ölçüde etkilemektedir. Soyma katı uygulanan hibrit numunelerde, kalıp sıcaklığı arttıkça, arayüz yapışması önemli ölçüde iyileşmektedir. Bu da muhtemelen arayüzdeki moleküler difüzyon ve dolanmaların bir arada oluşan etkisine atfedilebilir. Takviye malzemesi tipinin, yani cam veya karbon elyaf yüzeyin, hasar başlangıç değerlerinde önemli bir etkisi olmadığı görülmektedir.



Şekil 4.6. Üç nokta eğme testinin gerilim - gerinim eğrilerinden elde edilen maksimum hasar ve hasar başlangıcı değerleri (MPa)

Hibrit numunelerin yanısıra, saf PA ve saf kompozit numunelerin üç nokta eğme testleri de yapılmış ve sonuçlar Tablo 4.2'de verilmiştir.

En iyi sonuçları veren hibrit yapı olan SKV80K numunesiyle karşılaştırma yapıldığında, eğme dayanımı ve modülü açısından havacılık sektörü için yeterli olmamakla birlikte, otomotiv sektörü için umut vaadeden sonuçlara ulaşıldığı söylenebilmektedir.

Tablo 4.2. Saf PA ve saf kompozitin üç nokta eğme testi sonuçları

Malzeme	Eğme Dayanımı (MPa)	Eğme Modülü (GPa)
Saf PA	75,9	1,7
Saf Kompozit	565,3	38,2
Hibrit yapı - SKV80K	364,3	14,0

4.1.3. Su temas açısı ölçümleri

Tablo 4.3'de temas açısı, pürüzlülük ve eğme mukavemeti ölçüm sonuçları gösterilmektedir.

Temas açısı ölçümleri, artan bağlanma kuvvetiyle ilişkili olarak soyma kumaşı uygulandığında kompozitlerin yüzeyinin daha hidrofilik hale geldiğini göstermektedir

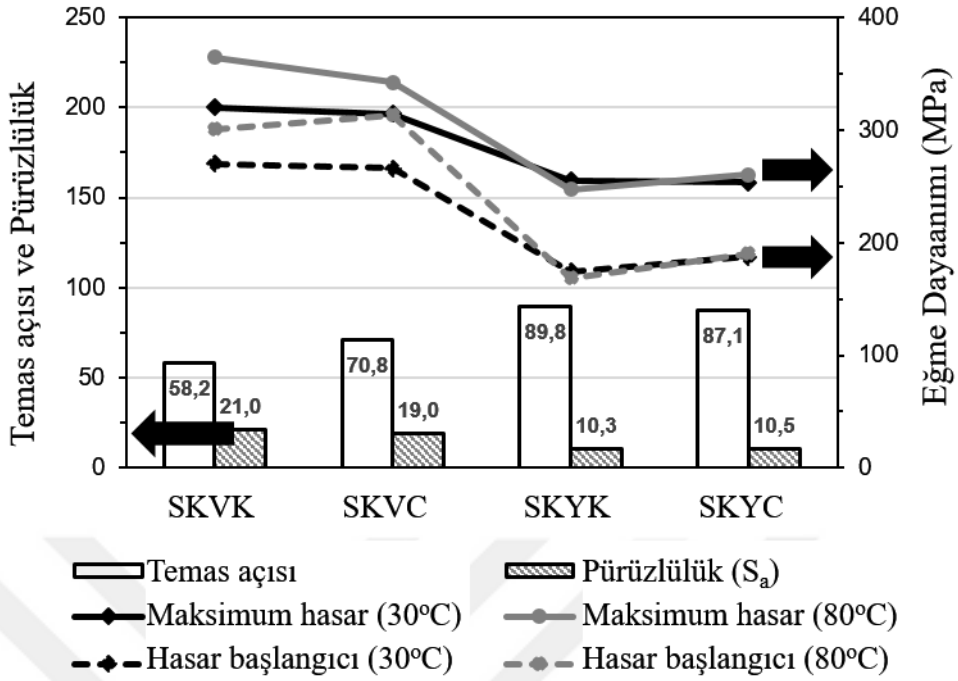
(Şekil 4.7). Bu sonuç aynı zamanda, poliamid soyma kumaşlarının kompozit yüzeyini daha yüksek yüzey serbest enerjisiyle daha polar hale getirdiğini vurgulayan önceki çalışmalarla uyumludur ve bu durum daha etkili ve iyi bir yapıştırma yüzeyini beraberinde getirmektedir [84,86–88]. Bu çalışmada, yüzeyin polaritesindeki iyileşme sayesinde, polar karakterde olan PA ile esasen apolar karaktere sahip olan epoksi arasında daha iyi yapışma sağlanmıştır.

Tablo 4.3. Temas açısı, pürüzlülük ve eğme dayanımı sonuçları

Kompozit ve Hibrit Örnek Kodu	Temas Açısı (°)	Pürüzlülük (µm)			Eğme Dayanımı (MPa)	
		R_a	R_z	S_a	Maksimum Hasar	Hasar Başlangıcı
SKVK	58,2 (±12,6)	10,6 (±0,7)	52,1 (±5,6)	21,0	-	-
SKV30K	-	-	-	-	320 (±9,5)	270 (±29,7)
SKV80K	-	-	-	-	364 (±26,2)	300 (±16,2)
SKVC	70,8 (±9,7)	9,7 (±0,6)	51,8 (±3,6)	19,0	-	-
SKV30C	-	-	-	-	315 (±25,5)	266 (±37,4)
SKV80C	-	-	-	-	342 (±12,5)	313 (±4,3)
SKYK	89,8 (±5,5)	0,7 (±0,1)	3,1 (±0,7)	10,3	-	-
SKY30K	-	-	-	-	255 (±19,0)	174 (±10,4)
SKY80K	-	-	-	-	247 (±13,2)	168 (±12,6)
SKYC	87,1 (±5,1)	1,5 (±0,2)	5,9 (±1,2)	10,5	-	-
SKY30C	-	-	-	-	254 (±5,9)	187 (±16,1)
SKY80C	-	-	-	-	260 (±13,8)	190 (±10,2)

Soyma kumaşı uygulanan karbon elyaf / epoksi yüzey, cam elyaf / epoksi yüzeye kıyasla önemli ölçüde daha düşük temas açısı değerleri ile sonuçlanmıştır. Daha iyi ıslanabilirlik anlamına gelen daha düşük temas açısı, nihai eğme mukavemeti sonuçlarındaki farkı doğrulamak için kullanılabilir (Şekil 4.7).

Soyma kumaşı uygulaması olmayan hibrit numuneler için, yüzey katındaki takviye tipi ve kalıp sıcaklığının temas açısı ve eğme mukavemeti değerleri üzerinde önemli bir etkisi yoktur. Bu sonuçlar, epoksi matris kompoziti ve PA katmanları arasındaki etkileşimin, aralarındaki etkili bağ için anahtar bir faktör olduğunu desteklemektedir.



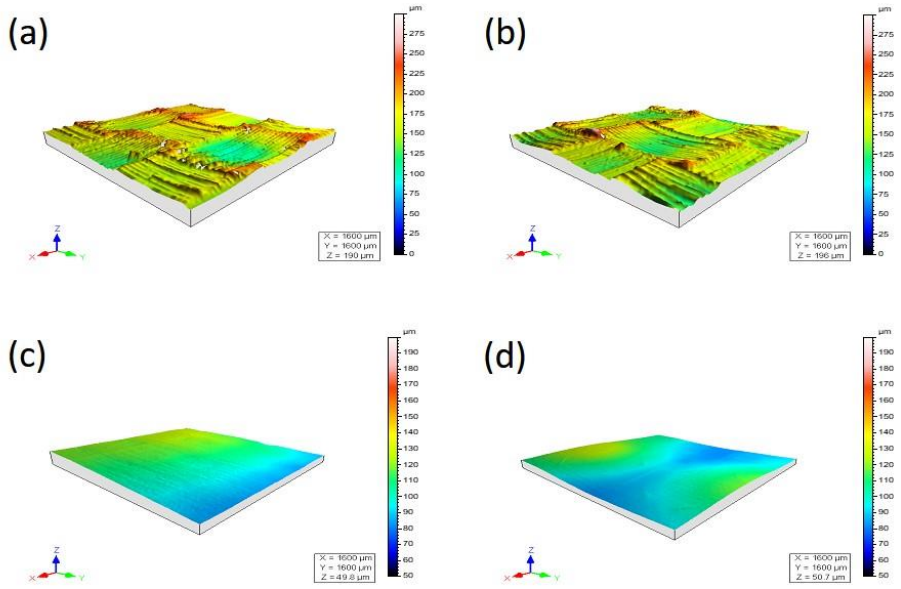
Şekil 4.7. Kompozit yüzeylerin temas açısı ve pürüzlülük değerlerinin hibrit örneklerin eğme dayanımı üzerine etkisi

4.1.4. Pürüzlülük ölçümleri

Pürüzlülük ölçümleri Tablo 4.2'de özetlenmiştir. Sonuçlar, kompozit yüzeylerin pürüzlülüğü ile temas açısı değerlerinin ters orantılı olduğunu göstermektedir. Soyma kumaş uygulaması yapılmadığında, cam elyaf yüzeylerin pürüzlülüğü karbon elyaf yüzeylerinkinden daha yüksektir. Bununla birlikte, soyma kumaşı uygulaması durumunda, karbon elyaf / epoksi kompozitler cam elyaf kompozitlere kıyasla daha fazla fayda sağlamış ve daha yüksek pürüzlülük ile sonuçlanmıştır. Kısacası, aynı poliamid soyma kumaşının kullanılmasına rağmen, kompozitlerin cam ve karbon elyaf / epoksi yüzeyi için hem pürüzlülük hem de temas açısı ölçümleri farklıdır. Bu durum, esasen ara yüzey yapışması üzerinde de önemli bir rolü olan, kompozitlerin yüzey kimyasındaki farklılıktan kaynaklanmaktadır [87,88].

Şekil 4.7'de kompozitin pürüzlülüğü arttıkça eğme mukavemetinin arttığı görülmektedir. Bu etki 80ºC kalıp sıcaklığı ile hazırlanan örnekler üzerinde daha belirgin hale gelmektedir. Kalıp sıcaklığının etkisi üzerine yapılan bu gözlemin, sadece soyma kumaşı uygulanan hibrit numunelerde açık bir şekilde vurgulanıyor

olması dikkat çekicidir. Tüm bu sonuçlar ayrıca Nanosurf profilometresi ile elde edilen 3D pürüzlülük profilleri ile de doğrulanmıştır (Şekil 4.8).



Şekil 4.8. Kompozit yüzeylerin 3D pürüzlülük profilleri a) Soyma kumaşı uygulanmış karbon elyaflı kompozit (SKVK), b) Soyma kumaşı uygulanmış cam elyaflı kompozit (SKVC), c) Soyma kumaşı uygulanmamış karbon elyaflı kompozit (SKYK), d) Soyma kumaşı uygulanmamış cam elyaflı kompozit (SKYC)

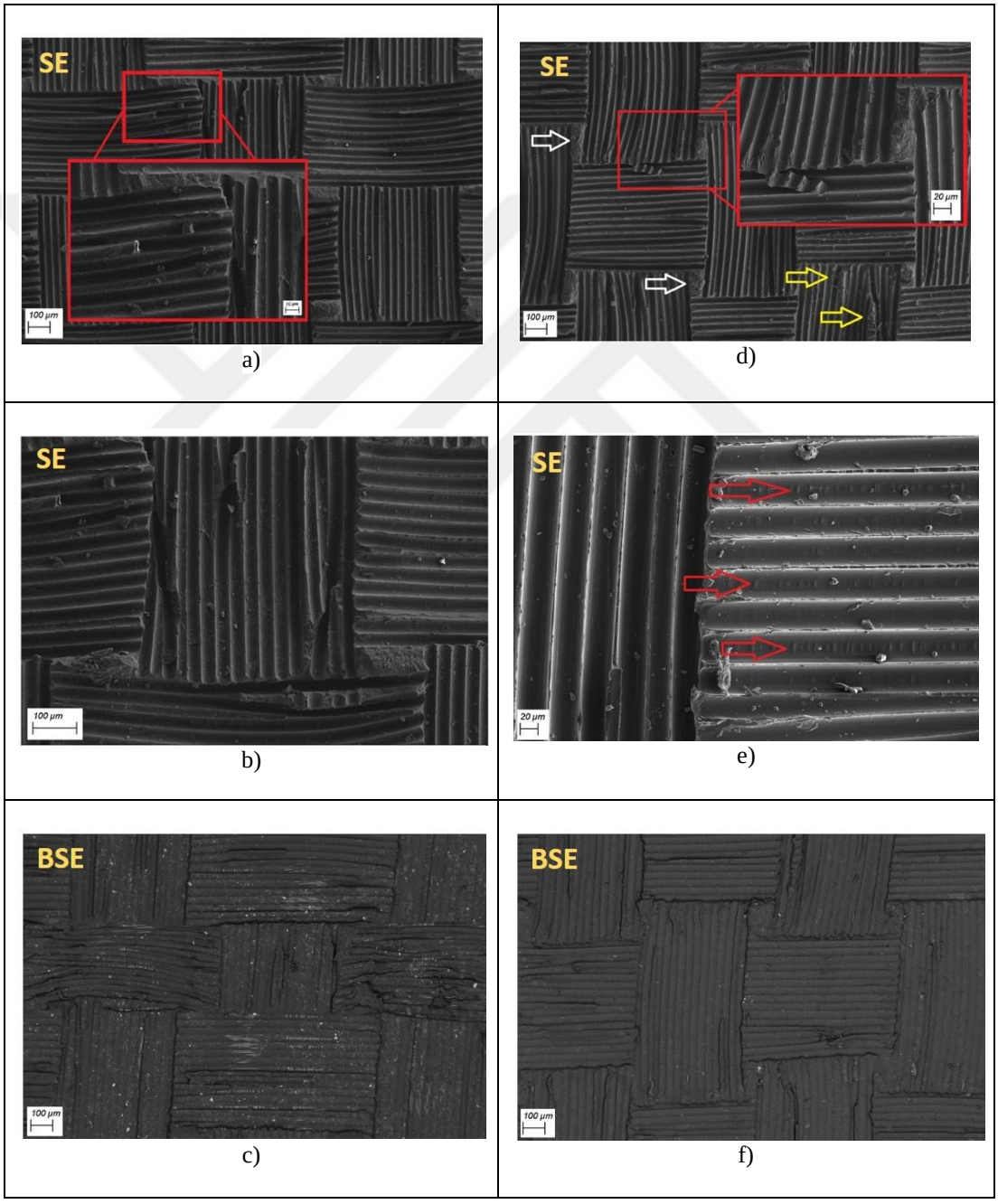
4.1.5. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri ve EDS sonuçları

Üzerine enjeksiyon işleminden önce kompozit yüzeylerin SEM görüntüleri Şekil 4.9'da verilmiştir. Şekilde görüldüğü gibi, soyma kumaşı uygulanmış kompozitler, soyma kumaşı dokusu tarafından oluşturulan tipik morfolojiye sahiptir.

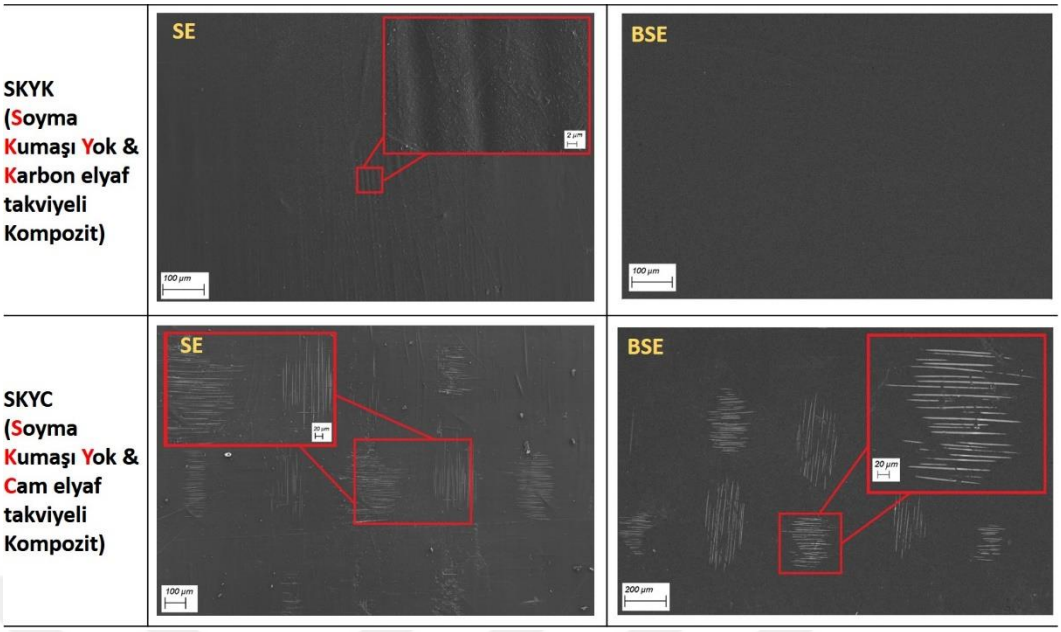
Soyma kumaşı uygulanan kompozitler için, cam elyaflar ile epoksi matris arasındaki elementel bileşim farkı nedeniyle, cam elyafının yüzeye çıktığı bölgeler net bir şekilde gözlenmektedir. Kompozisyon modundaki (geri saçılan elektron (BSE; İng. Back Scattered Electron)) SEM görüntüleri de cam elyafı çıkıntılarını göstermektedir. Soyma kumaşının kaldırılması ile karbon elyaf / epoksi kompozitin yüzeyinde hiçbir takviye elyafı açığa çıkmamıştır.

Beyaz oklar, taze ve kırık epoksi yüzeyleri işaret ederken, sarı oklar kompozit yüzeyindeki derin ve kapalı boşlukları göstermektedir [88]. Boşluklar, termoset kompozit ve üzerine enjekte edilen PA arasındaki arayüz yapışma yüzey alanını

arttıracak ve iyileştirecek olan mekanik kilitlenme bölgelerinin elde edilmesine hizmet edebilir. Kompozit yüzeyde kopmuş, kırılmış veya yüzeyde kalmış hiçbir soyma kumaşı gözlenmemiştir. Yüzeyde gözlenen karbon elyaflar kırmızı oklarla işaretlenmiştir ve epoksi ile kaplanmış gibi gözükmektedirler. Hem epoksi hem de karbon elyaf esas olarak karbon içerdiğinden, kompozisyon modunda (BSE) yapılan SEM analizi herhangi bir elementel farkı yansıtmamaktadır.



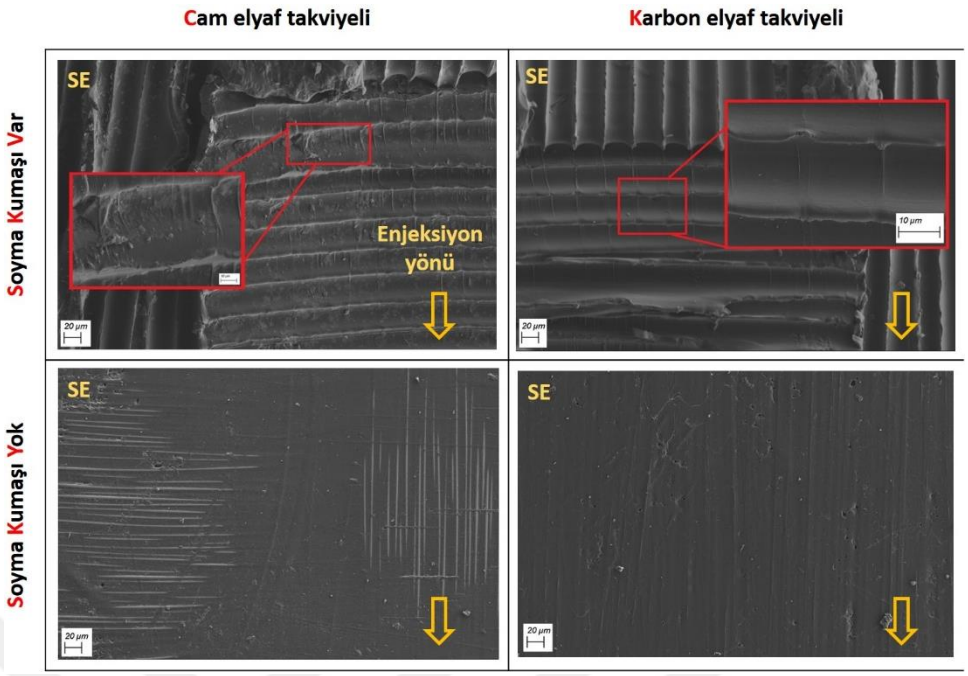
Şekil 4.9. Kompozit yüzeylerin SEM görüntüleri a, b ve c) Soyma kumaşı uygulanmış cam elyaflı kompozit (SKVC) d, e ve f) Soyma kumaşı uygulanmış karbon elyaflı kompozit (SKVK)



Şekil 4.10. SKYK (Soyma kumaşı uygulanmamış karbon elyaflı kompozit) ve SKYC (Soyma kumaşı uygulanmamış cam elyaflı kompozit) kodlu kompozit yüzeylerin SEM görüntüleri

Soyma kumaş uygulaması yapılmayan kompozitler için cam elyaf, Şekil 4.10'da verildiği gibi hem kompozisyon (BSE) hem de ikincil elektron (SE; İng. Secondary Electron) görüntüsü ile açıkça tespit edilebilmiştir. Öte yandan, karbon elyaf ve epoksi arasında elementel bileşim açısından farklılık olmaması nedeniyle karbon elyaf net bir şekilde gözlemlenememiştir.

Üç nokta eğme testi ile ayrıldıktan sonra, hibrit yapıların kompozit yüzeyi yine SEM'de araştırılmıştır (Şekil 4.11). Soyma kumaşı uygulanan kompozit yüzeyinde, enjeksiyon yönü ile paralel yönde olacak şekilde ince bir PA film tabakası (görüntülerde sarı oklarla gösterilmiştir) gözlenmektedir. Bu duruma, arayüzde iyileşme nedeniyle PA'nın yüzeyi daha iyi ıslatması ve nüfuz etmesinin sebep olduğu düşünülmektedir. Aksine, SKYC ve SKYK kompozit yüzeylerinde PA üzerinde hiçbir kalıntı gözlenmemiştir. Bu, üzerine enjeksiyonlanan PA'nın yapışmasının, soyma kumaşı kullanılmadığında zayıf olma eğiliminde olduğu anlamına gelmektedir. Bu zayıf yapışma kanıtı ile gözlenen mekanik özellikler, enjeksiyon işleminden sonra PA tabakasının termal büzülmesine atfedilmekte, bu da PA'yı ve kompozit tabakaları bir arada tutmakta veya başka bir deyişle kilitlemektedir [107].



Şekil 4.11. Üç nokta eğme testi sonrasında kompozit yüzeylerin SEM görüntüleri

Kompozit yüzeylere yapılan EDS analizi (% atomik) sonuçları Tablo 4.4'de verilmiştir. Bu sonuçlar, poliamid soyma kumaşı sıyırıldığında yüzeydeki floru uzaklaştırarak yüzey temizliği sağladığını göstermektedir. Ayrıca, soyma kumaşının kullanımı ile yüzeyde azot elementinin arttığı gözlenmiştir [86,108]. Kimyasal kirletici florun, termoset kompozit üretimi için kalıplara uygulanan PTFE kendinden yapışkanlı banttan kaynaklandığına inanılmaktadır. Soyma kumaşı çıkarılmamış SKYK ve SKVK kompozit yüzeylere yapılan EDS bulguları, bu hipotez için daha fazla destek sağlamaktadır.

Tablo 4.4. Kompozit yüzeylerin EDS analizi sonuçları

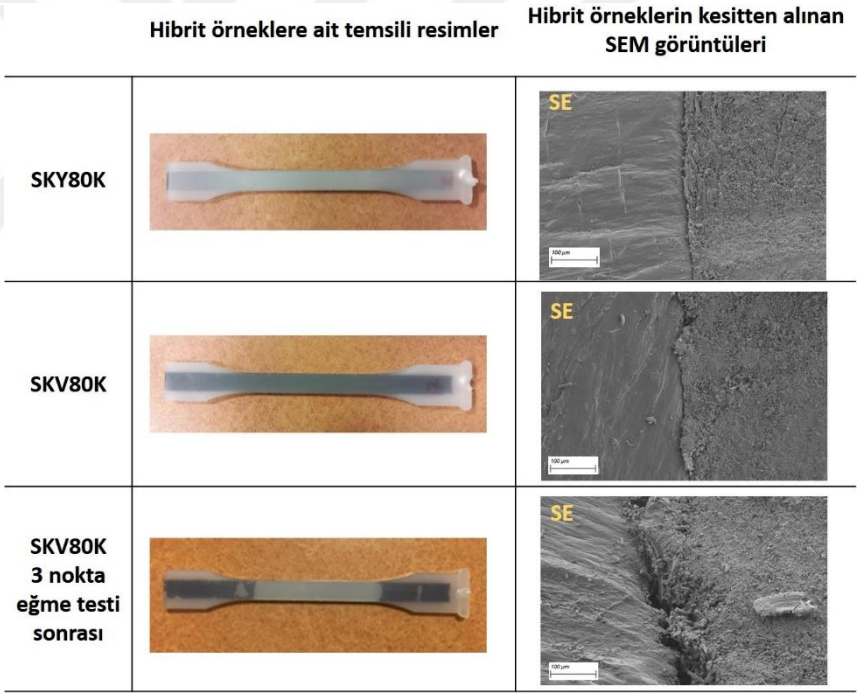
Kompozit Kodu	C	O	N	F	S
SKVK - Soyma kumaşı çıkardıktan sonra	80,7	16,1	3,2	-	-
SKYK	86,4	12,4	-	0,9	0,3
SKVK - Soyma kumaşı çıkarmadan önce	86,0	12,7	-	0,7	0,6

Ayrıca, soyma kumaşı uygulanan hibrit örneklerin PA tarafının saydamlığının, soyma kumaşı uygulanmayan örneklerden önemli ölçüde farklı olması da dikkat çekicidir.

Her gruptan birer temsili fotoğraf Şekil 4.12'de gösterilmektedir. Ayrıca, soyma kumaş uygulanan bir örneğin 3 nokta eğme testi yapıldıktan sonraki hali de verilmiştir.

Testten sonraki renk değişimi, epoksi matris kompoziti ve üzerine enjekte edilen PA tabakası arasındaki bağın kaybı sonucunda arayüzde meydana gelen boşluk oluşumuna bağlanabilir. Bu açıdan bakıldığında, soyma kumaşı uygulanan ve uygulanmayan örneklerdeki görünüm farkının, ara yüz yapışmasının performansı ile ilişkili olduğu düşünülebilir.

Opak görünümün arkasındaki sebebin daha az yapışmadan kaynaklandığı düşünülmektedir. Görünür ışığın dalga boyundan (380-700 nm) daha büyük boşluklar ışık saçılımına neden olmakta ve bu sebeple sonuçta oluşan yapı opak olarak algılanmaktadır.



Şekil 4.12. Hibrit örneklerin temsili resimleri ve kesitten alınan SEM görüntüleri (SKY80K, SKV80K ve SKV80K 3 nokta eğme testi sonrası)

Kompozit ve PA6 katmanı arasındaki arayüzde herhangi bir boşluk olup olmadığını araştırmak için hibrit yapılardan kesit numuneleri hazırlanmıştır. Şekil 4.12'de gösterilen SEM görüntülerinde (kompozit sağda, PA soldadır), 3 nokta eğme testi nedeniyle oluşan boşluk açıkça yakalanmıştır. Bununla birlikte, kesit örneği hazırlarken zorlukla karşılaşılmaktadır çünkü kesim işlemi arayüze zarar

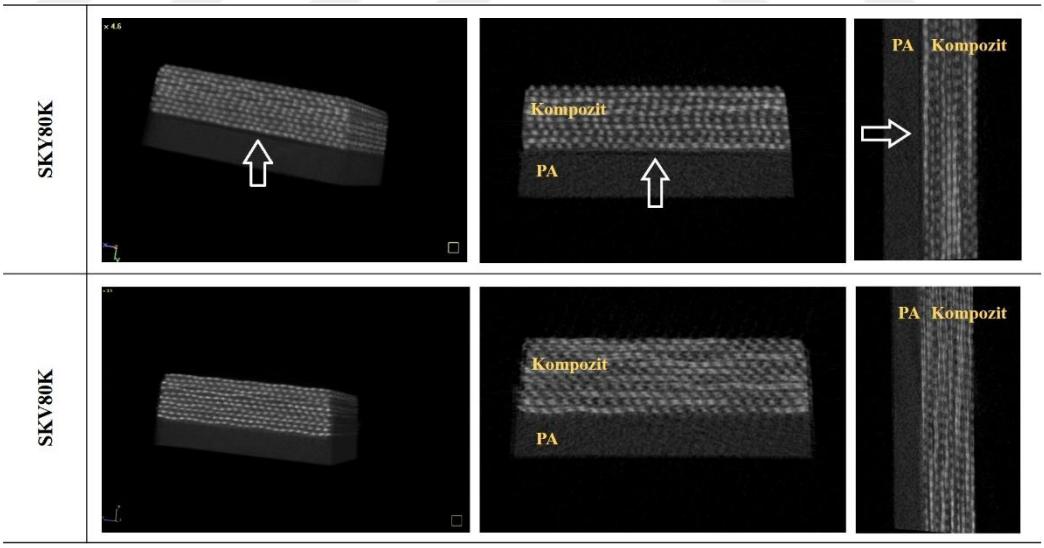
verebilmektedir. Sonuç olarak, SEM ile, soyma kumaşı uygulanmayan numunelerde herhangi bir boşluk olup olmadığını iddia etmek mümkün olamamıştır (Şekil 4.12'de SKY80K).

4.1.6. Mikro-CT ölçümleri

Soyma kumaşı uygulanan hibrit örneklerin PA tarafının saydamlığı, soyma kumaşı uygulanmayan örneklerden farklıdır. Bu durumun sebebini açıklayabilmek için numunelerin tahribatsız görüntülenmesine izin veren mikro-CT (Bilgisayarlı Mikro Tomografi) analizi yapılmıştır.

Bruker SkyScan 1172 marka mikro-CT cihazı kullanılmıştır. Analizler, hibrit numunelerin orta bölümünden alınan örnekler ile yapılmıştır.

Elde edilen görüntüler Şekil 4.13'de verilmiştir. Görüntüler sırasıyla hacimsel gösterim, enine (z-kesiti ve segment numarası 325) ve sajital (x-kesiti ve segment numarası 473) şeklinde verilmiştir. Görüntülerde cam elyaf (GF) beyaz renkte görülmektedir.



Şekil 4.13. SKY80K ve SKV80K hibrit örneklerine ait mikro-CT görüntüleri

Soyma kumaşı uygulanmayan bir örnekte (SKY80K), 50-70 µm arasında bir boyuta sahip, arayüz boşluğu (beyaz okla işaretlenmiştir) açıkça görülmüştür. Bu sonuç, üzerine enjeksiyon sırasında arayüz yapışmasının performansı için soyma kumaş uygulamasının avantajını açıklayan kanıtlar sunmaktadır.

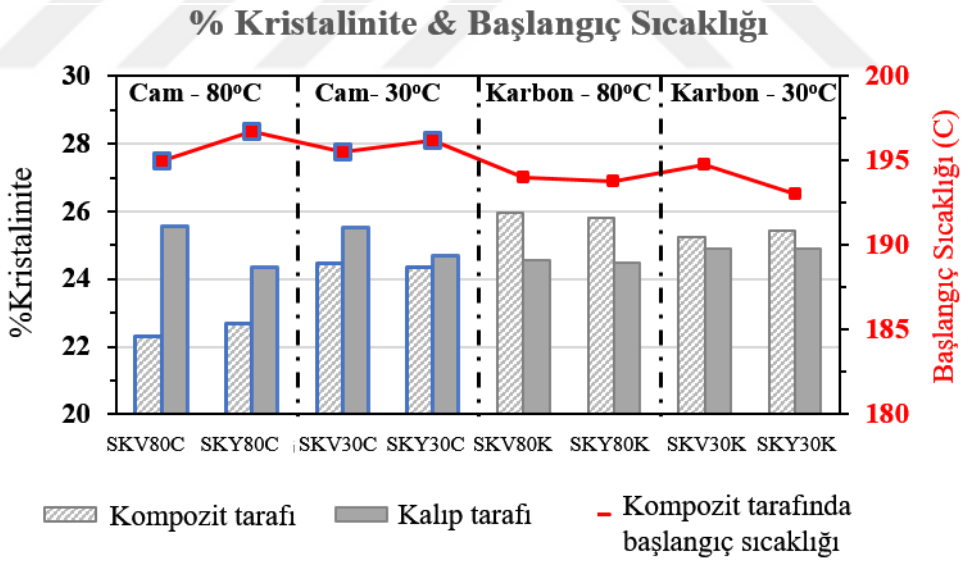
4.1.7. DSC ölçümleri

PA tabakasının kristalliğinin, soyma kumaş uygulanan ve uygulanmayan kompozitler için farklı olması da saydamlık farkı için başka bir potansiyel sebep olabilir. Bu nedenle, PA tabakasının kristalliği de incelenmiştir.

Termal analiz çalışmaları, üzerine enjekte edilen PA'nın hem kompozit tarafından hem de kalıp tarafından maket bıçağıyla yüzeyi kazıyarak elde edilen numunelerle gerçekleştirilmiştir. Kompozit tarafındaki PA'nın erime başlangıç sıcaklığı T_{onset} değeri hesaplanmıştır. Kristallenme derecesi % X_c aşağıda verilen denklemle elde edilmiştir.

$$X_c\ (\%) = \Delta H_f \times 100 / \Delta H_{fo} \qquad (1)$$

Burada ΔH_{fo} numunelerin erime entalpisi ve ΔH_{fo}: %100 kristal PA6 için erime entalpisidir (230 J/g) [109]. PA6'nın ısıtma ile herhangi bir soğuk kristallenme davranışı göstermediği unutulmamalıdır.



Şekil 4.14. Üzerine enjekte edilen PA'in kristalinitesi ve başlangıç sıcaklığı (PA tabakasının kompozit ve kalıp tarafından)

Şekil 4.14, üzerine enjeksiyonlanan PA katman numunelerinin X_c ve T_{onset} sonuçlarını göstermektedir. Şekilde gösterilmemesine rağmen, PA6'nın α formuna atfedilen erime piki (T_m sıcaklığı 222-223°C arasında) gözlenmiştir. Polimerlerin kristallenme sırasında temas ettikleri yüzeyin özelliklerini taklit ettiği bilinmektedir [110]. Şekil

4.14'den anlaşılacağı gibi, amorf yapıda olan cam elyaf (GF) tarafında, doğal olarak kristal olan karbon elyaf (CF) tarafı ile karşılaştırıldığında daha düşük kristallenme gözlenmiştir. Karbon elyafın, yüzeyinde polar olmayan bir özellikte kristallenmiş grafitli taban düzlemlere sahip olduğu bilinmektedir. Şekil 4.14'de görüldüğü gibi, kompozit en üst katmanı karbon elyaf ile takviye edildiğinde, kompozit tarafın kristallenme oranı, tüm konfigürasyonlar için kalıp tarafından daha yüksektir. Benzer şekilde, karbon elyaf ile takviye edilen numunelerin T_{onset} değerleri cam elyaf ile takviye edilenlerinkinden daha düşüktür. Bu bulgu, karbon elyafın reaktif fonksiyoneliğe sahip çekirdeklenme bölgesi olarak hareket ettiğini ve arafaz bölgesinde kristal büyüme hızını teşvik ettiğini göstermektedir. Üzerine enjeksiyon uygulaması olmasa da, bu durum daha önce PA6 / CF kompozitleri için tartışılmış ve çekirdeklenme etkisi nedeniyle PA6'nın karbon elyaf yüzeyi üzerinde kristallenmesinde bir artış rapor edilmiştir [111].

GF tarafının kristalliği ile ilgili bulgu, Klata ve arkadaşlarının hibrit iplikler ile üretilen GF / PA6 kompozitlerindeki kristalliği inceleyen çalışma ile uyumludur. PA6'nın kristalliğinin cam elyafların varlığıyla azaldığı bulunmuştur. Ayrıca, cam elyaf yüzeyine yakın kristalinliğin, yığın matrise kıyasla daha düşük olduğu tespit edilmiştir [112]. Bunun olası bir açıklaması PA'nın kompozit yüzeyinde açıkta kalan cam elyafın yüzeyi üzerinde kaydığından dolayı kristallenememesi olabilir.

Bu çalışmada araştırılan parametrelerin, kalıp tarafındaki PA'nın kristalliği üzerinde ihmal edilebilir veya neredeyse hiçbir etkisi yoktur, çünkü soğutma hızı tüm örnekler için benzerdir. Bu konuyu ayrıntılı olarak açıklamak için, içerisine herhangi bir kompozit konulmaksızın PA6 da aynı kalıba enjekte edilmiştir. Kristalinitenin 30ºC kalıp sıcaklığı için %26 ve 80ºC kalıp sıcaklığı için (şekilde gösterilmemiştir) %25.6 olduğu bulunmuştur. Beklendiği üzere, bu sonuçlar Şekil 4.14'de verilen değerlerden önemli ölçüde farklı değildir.

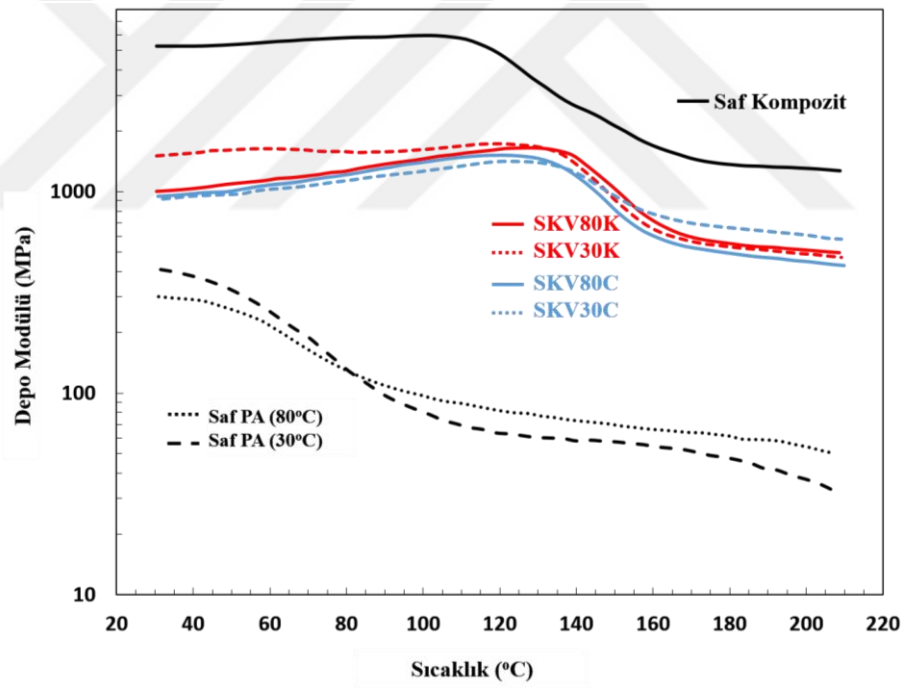
Soyma kumaşı uygulanan ve uygulanmayan örneklerle (örn. SKV80C ve SKY80C için) elde edilen kristallenme oranı sonuçlarının benzerliği, üzerine enjeksiyonlanan polimerin kristalliği üzerinde kompozit yüzeyin temas açısı veya pürüzlülüğünün hiçbir etkisi olmadığını göstermektedir. Bu termal analiz bulguları, karbon veya cam elyafın çıkıntısının neden olduğu temas yüzeyi kimyasının, üzerine enjeksiyonlanan

polimerin kristallenme davranışı üzerindeki temel rolünün altını çizmektedir. DSC sonuçları, üzerine enjeksiyonlanan polimerin kristalliğinin, yüzey kimyasının önemini vurgulamakta olan takviye elyafı tipinden etkilendiğini göstermektedir.

4.1.8. DMA (Dinamik Mekanik Analiz) ölçümleri

Sıcaklık ile özellik değişikliklerini ölçerek yapının dinamik mekanik tepkisini karakterize etmek için, hibrit örnekler kullanılarak 3 nokta eğme modunda DMA analizi gerçekleştirilmiştir. Saf kompozit plakası ve saf PA örneği de karşılaştırma amacıyla test edilmiştir.

Soyma kumaşı uygulanmayan hibrit örneklerin katmanlarının DMA testinin sonunda zaten birbirinden ayrılmış olduğu çıplak gözle bile gözlemlendiği için, bu örneklerin sonuçları değerlendirmeden çıkarılmıştır.



Şekil 4.15. Hibrit örneklerin depo modülü

Şekil 4.15'de gösterildiği gibi, hibrit numunelerin depolama modülünün (E'), beklendiği gibi saf kompozit ve saf PA'in değerleri arasında olduğu belirlenmiştir. Şekilde kırmızı çizgi ile gösterilen karbon elyaf takviyeli yüzeyler, cam elyaf takviyeli yüzeylere kıyasla daha yüksek E' değeri ile sonuçlanmıştır ve bu sonuç daha iyi yapışma performansı anlamına da gelmektedir.

4.2. Karbon Elyaf / Epoksi Kompozit - PA6 Hibrit Yapılarda Sıcak Eriyik Yapıştırıcı Etkisinin İncelenmesi ve Karakterizasyonu

Bu bölümde, karbon elyaf takviyeli epoksi kompozitler vakumlu torbalama yöntemi ile hazırlanmış ve alt katman olarak kullanılmıştır. Daha sonra sıcak eriyikler (İng. hot melt), termoset kompozitlere uygulanmış ve PA6 son aşamada üzerine enjeksiyon ile kalıplanmıştır. Bu çalışma, sıcak eriyik yapıştırıcı tipi (dört tip) ve yapıştıcı kalınlığının (iki tip) hibrit bağlantı performansı üzerindeki etkisini tek tesirli bindirme testi ve DMA analizi ile araştırmaktadır. Sıcak eriyik yapıştırıcıların ısıl özellikleri DSC analizi ile elde edilmiştir. Ayrıca, ayrılma yüzeyleri optik mikroskop ve SEM ile karakterize edilmiştir.

4.2.1. Deney tasarımı - sıcak eriyik tipi ve kalınlığının etkisinin incelenmesi

Yapıştırıcı kalınlığı, yapıştırıcıyla birleştirilen konfigürasyonların performansını etkileyen önemli bir faktördür. Yapıştırıcı kalınlığının optimizasyonu yapıştırıcının özelliklerine, geometrik parametrelere ve yükleme tipine bağlıdır [98]. Bu bölümde, dört farklı sıcak eriyik tipi için iki farklı yapıştırıcı kalınlığının, yani 25 ve 100 μm'nin etkisi araştırılmıştır. İncelenen parametreler ve örnek kodlarının tanımı Tablo 4.5'de özetlenmiştir.

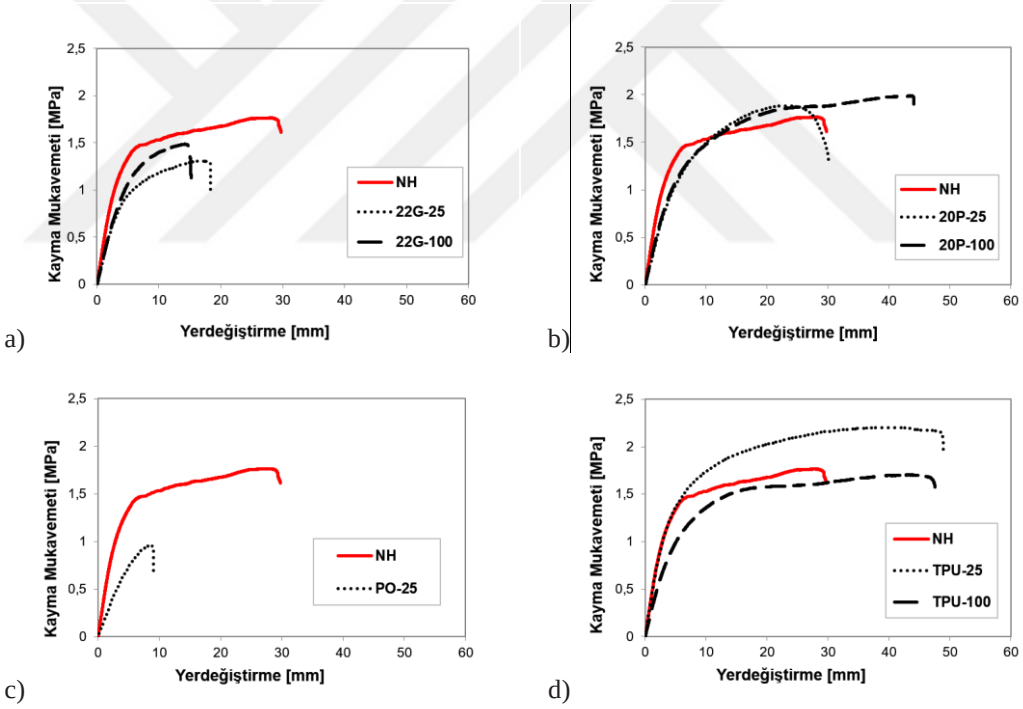
Tablo 4.5. Numune kodları ve sıcak eriyik yapıştırıcı bilgileri

Hibrit Numune Kodu	Hedeflenen Yapıştırıcı Kalınlığı (μm)	Sıcak Eriyik Kodu	Ürün Kodu
NH	-	-	-
22G-25	25	22G	CE22G
22G-100	100	22G	CE22G
20P-25	25	20P	CE20P
20P-100	100	20P	CE20P
PO-25	25	PO	Kleiberit 724.1
PO-100	100	PO	Kleiberit 724.1
TPU-25	25	TPU	Ravathane 130 A80
TPU-100	100	TPU	Ravathane 130 A80

4.2.2. Tek tesirli bindirme (single lap) testi

Bu çalışmada, dört farklı tipte sıcak eriyik yapıştırıcının her biri iki farklı kalınlıkta kompozitlerin üzerine uygulanmıştır. Hibrit örnekler PA6'nın bu kompozitlere üzerine enjeksiyon yöntemiyle uygulanması sonucu hazırlanmıştır. Hibrit örnekler ile tek tesirli bindirme testleri yapılmıştır ve test sonuçları için tipik eğriler Şekil 4.16'da gösterilmektedir.

Malzemeler yük altında sünek veya gevrek kırılma davranışı göstermektedir. Gevrek kırılmalarda plastik deformasyon çok az meydana gelmektedir. Diğer yandan, malzeme kırılmadan önce önemli miktarda plastik deformasyon gösterdiğinde sünek kırılma meydana gelmektedir. Sünek kırılma, daha iyi enerji emilimine, daha yavaş çatlak ilerlemesine ve daha az hasara yol açmaktadır [113].

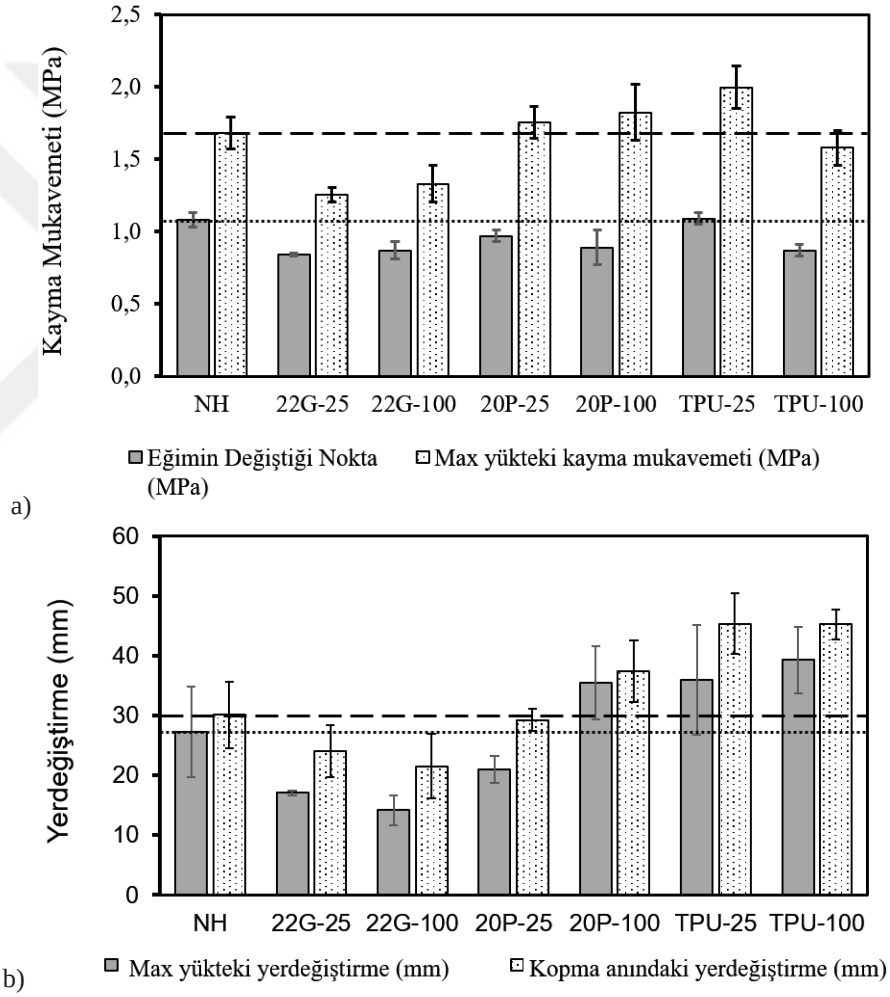


Şekil 4.16. Farklı sıcak eriyik yapıştırıcılar ile hazırlanan hibrit örneklerin tek tesirli bindirme testi sonucunda tipik mukavemet – yerdeğiştirme eğrileri a) 22G b) 20P c) PO d) TPU

Şekil 4.16 incelendiğinde, TPU sıcak eriyiğinin diğer gruplar arasında kayma mukavemeti ve yerdeğiştirme (İng. displacement) değeri açısından daha iyi performans gösterdiği görülmektedir. En yüksek değere sahip olan, düşük kalınlıkta

uygulanan TPU numunesi (TPU-25) dışında, tüm numunelerin rijitliği / diriliği aynıdır.

Poliolefin numunelerinin (PO) gevrek veya kırılgan yapıda olduğu ve en düşük dayanıma sahip olduğu belirlenmiştir. Deneyimlerimize göre, PO üzerine enjeksiyon işlemi sırasında problemlidir, çünkü erime nedeniyle kalıba sıvanma ve bulaşma eğilimi vardır. Bu durum, aynı zamanda bu işlem için uygun bir sıcak eriyik olmadığı anlamına gelmektedir. Bu nedenle, DSC analizi hariç, bu sıcak eriyik ile ilgili daha fazla araştırma veya diğer test sonuçları, bu çalışmanın geri kalanında verilmemiştir.



Şekil 4.17. Farklı sıcak eriyik yapıştırıcılar ile hazırlanan hibrit örneklerin tek tesirli bindirme testi sonuçları a) Kayma mukavemeti b) Yerdeğiştirme

Tek tesirli bindirme testlerinin genel sonuçları Şekil 4.17 ve 4.18'de gösterilmektedir. Görünür kayma mukavemeti, maksimum yükü üst üste binme alanına bölerek hesaplanmıştır. Eğimin değiştiği nokta (İng. change of slope) çekme testi

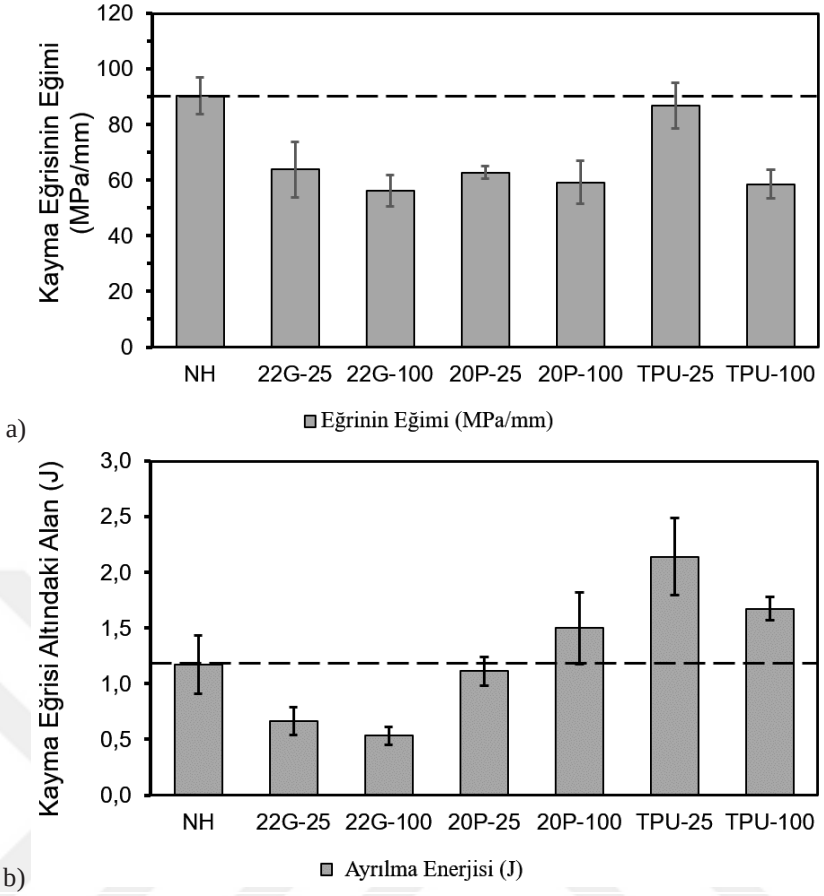
değerlendirmesine benzer şekilde raporlanmıştır. Eğimin değiştiği nokta, daha az direnç ile daha fazla deformasyonun başladığı noktadır. Bu değer, doğrusal (İng. linear) bölgeden doğrusal olmayan (İng. Non-linear) bölgeye geçiş olarak da tanımlanabilir (Şekil 4.17a). Maksimum kuvvet ve kopma anındaki yerdeğiştirme verileri Şekil 4.17b'de verilmiştir.

Doğrusal bölgede eğrinin eğimi hesaplanmış ve rijitliğin bir göstergesi olarak Şekil 4.18a'da gösterilmiştir. Tokluk (İng. toughness), bir malzemenin plastik bölgede enerjiyi emme kabiliyeti olarak tanımlanmaktadır. Tokluğun bir göstergesi olarak, kayma eğrisinin altında kalan alan hesaplanmış ve ayrılma enerjisi (İng. debonding energy) olarak ifade edilmiştir (Şekil 4.18b). Bir yapıştırıcının kırılma tokluğu, çatlak ilerlemesini sınırlama yeteneğini de belirlemektedir. Düşük tokluk yüksek oranda yapıştırılan maddelerin hasar görmesine neden olabilmektedir [113]. Tüm numuneler ve eğriler aynı standartta ve boyutsal olarak tutarlı olduğundan, tanımlanan bu ifadeler metin içerisinde kendi içinde karşılaştırılabilir durumdadır.

Şekil 4.17 ve 4.18'deki sonuçlar, nispeten yüksek erime sıcaklığına sahip olan kopolyester tipi sıcak eriyik ile hazırlanan hibrit yapının (22G) referans numune (NH) ile karşılaştırıldığında iyi performans göstermediğini ortaya koymaktadır. 22G'nin yapıştırıcı kalınlığındaki değişim sonuçlarda önemli bir fark yaratmamıştır.

Daha düşük erime sıcaklığına sahip olan kopolyester tipi sıcak eriyik ile düşük yapıştırıcı kalınlığında hazırlanan hibrit yapı (20P-25) referans numune (NH) ile benzer kayma mukavemeti ve yerdeğiştirme göstermektedir. 20P yüksek yapıştırıcı kalınlığında uygulandığında, daha yüksek kayma mukavemeti, yerdeğiştirme ve ayrılma enerjisi elde edilmektedir.

Termoplastik poliüretan tipi sıcak eriyik ile hazırlanan hibrit yapı (TPU) tüm gruplar arasında en iyi tek tesirli bindirme testi sonuçlarını vermiştir. Sadece TPU-25'in referans (NH) ile benzer rijitliği ve eğimin değiştiği nokta değeri gösterdiği, ancak diğer tüm grupların daha düşük değerlere sahip olduğu dikkati çekmiştir. TPU ayrıca NH'den daha sünek bir davranış sergilemektedir. Düşük yapıştırıcı kalınlığına sahip TPU sıcak eriyik (TPU-25), yüksek yapıştırıcı kalınlığındakine (TPU-100) kıyasla neredeyse aynı derecede sünek, ancak daha yüksek kayma mukavemeti ve ayrılma enerjisi göstermektedir.



Şekil 4.18. Farklı sıcak eriyik yapıştırıcılar ile hazırlanan hibrit örneklerin tek tesirli bindirme testi sonuçları a) Eğrinin Eğimi b) Ayrılma Enerjisi

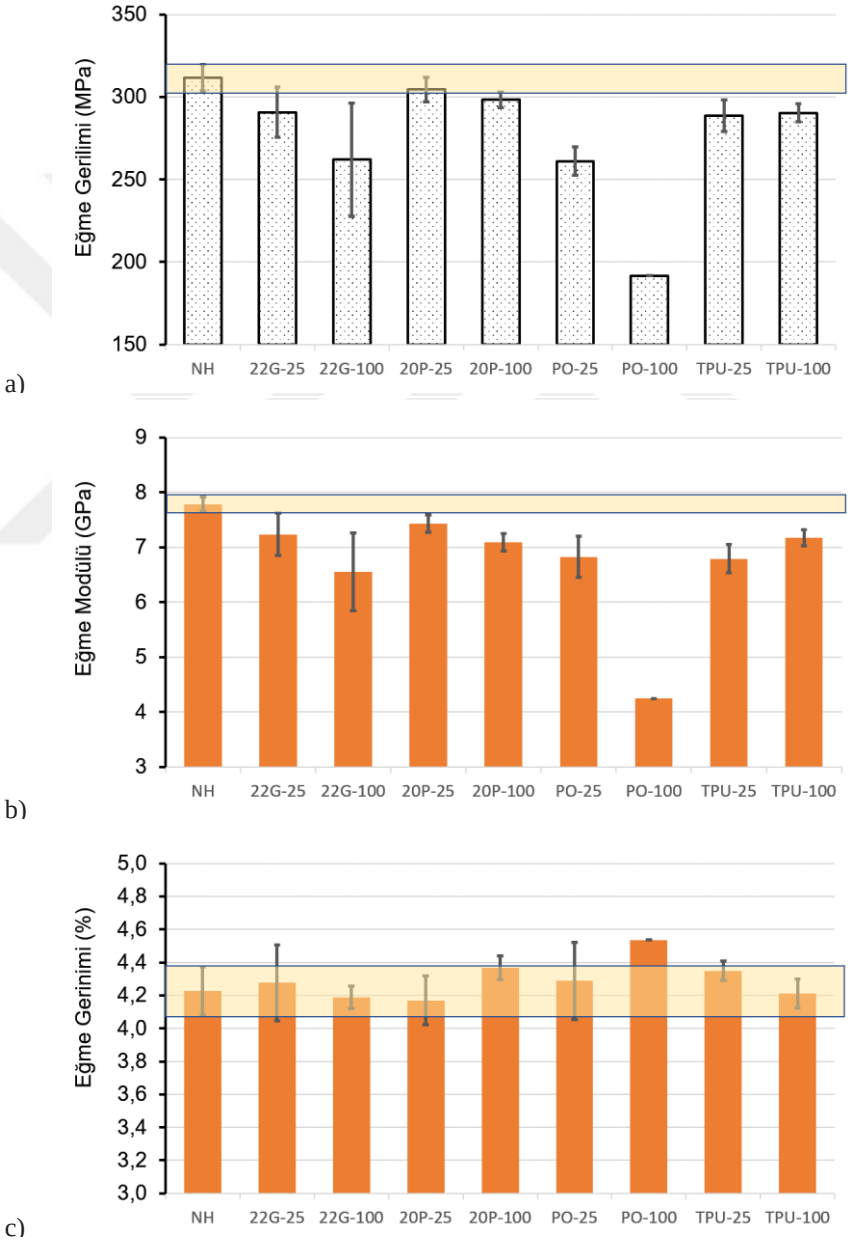
Bu sonuç, saf PA6'ya kıyasla saf TPU'nun daha düşük rijitliğinden kaynaklanabilir. Referans numunede (NH), PA6 ve kompozitler arasındaki arayüz PA6'den oluşmuştur. Düşük kalınlıkta uygulandığında (TPU-25), TPU etkileşimi her iki tabakayla (PA6 ve kompozit) daha iyidir ve arayüz malzemesi gibi davranmaktadır. Bu, TPU-25'in NH ile eşdeğer rijitliğine neden olmaktadır. Diğer taraftan, yüksek kalınlıkta uygulandığında (TPU-100), sonuçlar nispeten hacimli TPU tabakasının deformasyonunun daha baskın hale geldiğini, yani TPU-100 durumunda daha düşük rijitlik olduğunu göstermektedir.

Yapıştırmalı bir bağlantıda, yapıştırıcı kalınlığı ile elde edilen kayma mukavemeti genellikle ters orantılıdır. Bu nedenle, daha kalın bir yapıştırıcı uygulaması daha düşük kayma mukavemeti ile sonuçlanmaktadır. Bu durum, mikro çatlaklar, boşluklar veya daha yüksek arayüz gerilmeleri gibi kusurlara atfedilmektedir. Diğer yandan, yapıştırıcı kalınlığı ve kayma mukavemeti arasındaki ilişki genelleştirilememekte ve

yükleme tipi, yapıştırılan maddeler ve yapıştırıcı tipleri ile bağlantı tasarımı gibi birçok faktöre bağlı olarak değişkenlik göstermektedir [98].

4.2.3. Üç nokta eğme ölçümleri

Hibrit örneklerin mekanik özelliklerini belirlemek amacı ile üç nokta eğme testleri de yapılmıştır ve sonuçlar Şekil 4.19'da gösterilmiştir.



Şekil 4.19. Farklı sıcak eriyik yapıştırıcılar ile hazırlanan hibrit örneklerin üç nokta eğme testi sonuçları a) Eğme Gerilimi b) Eğme Modülü c) Eğme Gerinimi

Sıcak eriyik ile hazırlanan tüm örneklerin eğme gerilimi ve eğme modülü değerleri, hiç yapıştırıcı kullanılmayan gruba kıyasla azalmaktadır. Eğme gerinimi değerleri göz önüne alındığında, bütün grupların benzer sonuçlar verdiği söylenebilmektedir.

4.2.4. DSC ölçümleri

Diğer yapıştırıcılara benzer olarak, üreticiler sıcak eriyik yapıştırıcıların formülasyonu hakkında herhangi bir ayrıntı vermemektedir. Bu durum, eşdeğer olan sıcak eriyik yapıştırıcıların karşılaştırılmasını zorlaştırmaktadır. Bu nedenle, sıcak eriyik yapıştırıcıların termal özelliklerinin karakterizasyonu için DSC analizi yapılmış ve sonuçlar Tablo 4.6'da gösterilmiştir. DSC analizi, hibrit numunelerin kırık yüzeylerinden alınan yapıştırıcılar ile gerçekleştirilmiştir. Buradaki amaç, üzerine enjeksiyon koşulları ve termal geçmiş değişkenliklerinin sıcak eriyik kimyasında oluşturabileceği olası değişiklikleri ortadan kaldırmaktır.

Tablo 4.6. Sıcak eriyik yapıştırıcıların termal özellikleri

Sıcak Eriyik Kodu	**DSC analizi sonuçları**	
	T_g	**T_m**
22G	17,1	127,8
20P	17,6	110,6
PO	48,5	152,5
TPU	-36,9	T_m yok

DSC test sonuçlarına göre, tüm sıcak eriyiklerin erime noktası beklendiği üzere, servis sıcaklığından daha yüksektir. Kopolyester ve poliolefin esaslı (22G, 20P ve PO) sıcak eriyikler yarı kristalin moleküler yapı gösterirken, termoplastik poliüretan (TPU) amorf yapı göstermektedir. Tek tesirli bindirme testleri oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir, kopolyester ve termoplastik poliüretan (22G, 20P ve TPU) sıcak eriyik yapıştırıcılar bu sıcaklıkta kauçuğumsu bölgede bulunmaktadır. Oda sıcaklığında iken sadece PO camsı bölgede bulunmaktadır. Polimerler T_g sıcaklığının altında daha gevrek (İng. brittle) olma eğilimindedir [32]. Bu gerçek kısmen PO'nun neden diğerleri arasında daha düşük mukavemet ve gevrek kırılma gerçekleştirdiğini açıklamaktadır. Kristalin polimerlerin düşük sıcaklık uygulamalarında kullanıldığı durumda, stres altında çatlaklara neden olduğu bilinmektedir [114].

4.2.5. DMA ölçümleri

Dinamik mekanik test, yapıştırmalı bağlantıların performansını ve çevresel koşullarının yapışma arayüzü üzerindeki etkisini değerlendirmek için çeşitli çalışmalarda kullanılmıştır [115–117]. Karşılaştırılabilir testler yapabilmek amacıyla basit prensipler oluşturmak için polimer kompozitlerin DMA testi de sistematik olarak incelenmiştir [118].

DMA analizi hibrit numunelerle 3 noktalı eğme modunda gerçekleştirilmiştir ve sonuçlar Tablo 4.7'de özetlenmiştir. NH ve TPU'nun temsili DMA sonuçları da Şekil 4.20'de verilmektedir.

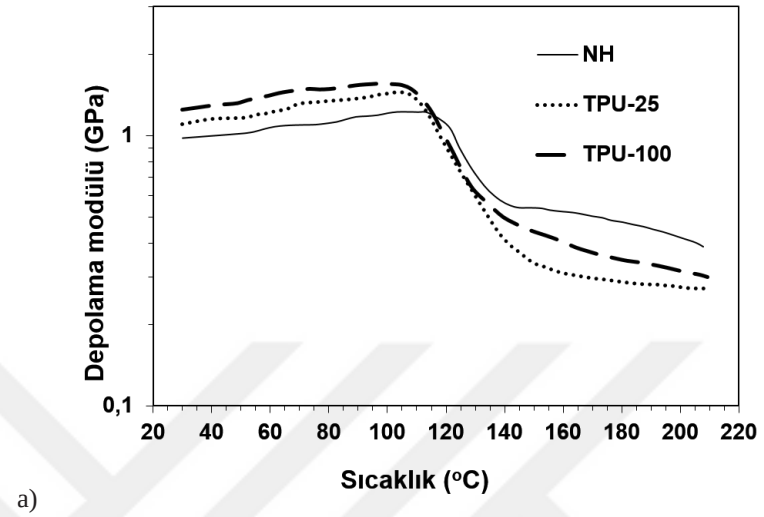
Tablo 4.7. Hibrit örneklerin dinamik mekanik özellikleri

Hibrit Örnek Kodu	Oda Sıc. E' (GPa)	T_g (°C) (tan delta max)	Tan delta max değerleri	tan delta eğrisinin tepe yüksekliğinin yarısında sahip olduğu genişlik (FWHM) (°C)
NH	0,98 (±0,05)	128,8 (±0,8)	0,18 (±0,004)	23,4 (±0,2)
22G-25	1,28 (±0,02)	130,8 (±0,8)	0,19 (±0,009)	22,7 (±0,7)
22G-100	1,59 (±0,06)	131,3 (±0,6)	0,19 (±0,004)	20,2 (±0,1)
20P-25	1,25 (±0,02)	129,1 (±0,5)	0,22 (±0,005)	22,3 (±0,1)
20P-100	1,40 (±0,05)	128,7 (±1,6)	0,22 (±0,001)	21,3 (±0,2)
TPU-25	1,11 (±0,03)	128,5 (±0,8)	0,23 (±0,005)	24,9 (±0,7)
TPU-100	1,25 (±0,04)	124,0 (±1,3)	0,22 (±0,002)	23,6 (±0,6)

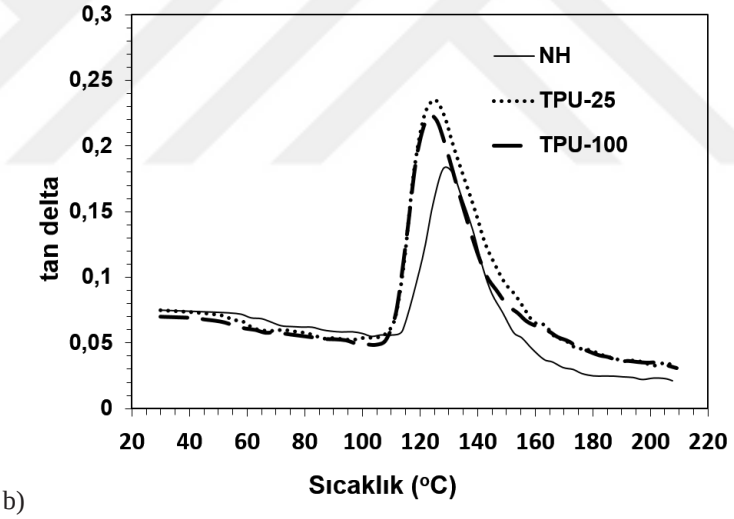
Depolama modülü (E') bir yapının rijitliği ile ilişkilidir ve kayıp modülü (E") sönümleme kapasitesini göstermektedir. Sonuçlar, sıcak eriyik yapıştırıcıların arayüzü etkilediğini, böylece sıcak eriyik uygulanan malzemelerin daha yüksek E' değerleri gösterdiğini ifade etmektedir. Bu sonuç ise, eğme modunda referans (NH) yapısına kıyasla, yapıştırılan malzemeler arasında daha etkin bir yapışma olduğunu ve daha iyi rijitlik elde edildiği anlamına gelmektedir.

Tan delta kayıp ve depolama modülünün oranı olarak tanımlanmaktadır. Aynı zamanda bir yapının viskoz ve elastik yanıt oranına da karşılık gelmekte ve bir malzemenin genel esnekliği hakkında bilgi vermektedir. Saf haldeki bir polimer için, tan delta'nın maksimum değere sahip olduğu sıcaklık, dinamik koşullar altında polimerin cam geçiş sıcaklığına karşılık gelir, ancak bizim durumumuzda kompozit

homojen bir yapı değil, üç katmanlı heterojen bir yapıdır. Epoksi matrisli kompozit faz, yapının bu dinamik davranışına hakim olduğu için, final yapının tan delta değerlerinin sıcak eriyik uygulaması ile önemli ölçüde değişmediği görülmektedir.



a)



b)

Şekil 4.20. NH ve TPU kodlu hibrit örneklerin dinamik mekanik testi tipik sonuçları a) Depo Modülü b) tan delta

Daha iyi sönümleme (ing. Damping) yani enerji kaybı (İng. dissipation) kabiliyeti için daha yüksek tan delta değeri istenmektedir. Moleküler hareketlilik arttığında, tan delta eğrisinin altındaki alan ve tan delta pikinin yüksekliği / genliği (İng. Amplitude) artmaktadır. Bu, daha iyi bir sönümleme kabiliyeti ile sonuçlanmakta, bu da yapının enerjiyi daha iyi emebileceği veya başka bir deyişle enerjiyi daha iyi dağıtabileceği anlamına gelmektedir. Bu nedenle, daha fazla darbeyi emmesi gereken bir yapı tasarımı hedeflendiğinde, tan delta eğrisinin altındaki alan arttırılmalıdır.

Tan delta pik değerleri incelendiğinde, sıcak eriyik uygulanan malzemelerin daha yüksek tan delta piklerine sahip olduğu görülmektedir. Bu sonuç daha etkin bir sönümleme kabiliyeti anlamına gelmektedir. Termoplastik poliüretan ile hazırlanan hibrit yapının (TPU), sünek yapısı nedeniyle referanstan (NH) %25 daha yüksek tan delta pik değeri gösterdiği söylenebilmektedir.

Herhangi bir yapının moleküler hareketliliği arttıkça, kırılma anındaki uzama değeri ve sünekliğinin iyileştiği bilinmektedir [119]. Bu nedenle, DMA analizinden elde edilen tan delta pik verileri, tek tesirli bindirme testinde de ölçüldüğü gibi TPU sıcak eriyik gruplarının sünekliği ile yakından ilişkilidir. Çünkü tek tesirli bindirme testleri de TPU sıcak eriyik gruplarının en yüksek sünekliğe sahip olduğunu göstermiştir.

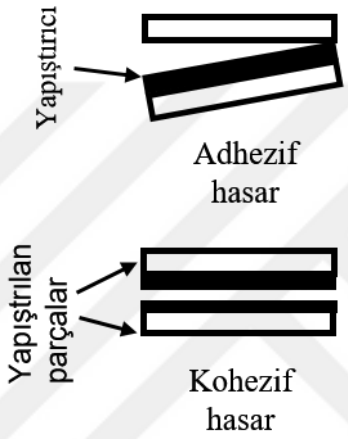
Tan delta eğrisindeki genişleme, esneklik modülünde artış veya daha yüksek kırılma tokluğu ve çatlak yayılımının daha iyi önlenmesi anlamına gelmektedir. Tan deltanın genişlemesi tan delta eğrisinin FWHM (Full Width at Half Maximum) değeri ile hesaplanır. FWHM tan delta eğrisinin tepe yüksekliğinin yarısında sahip olduğu genişlik değeridir [113]. Tan delta eğrisinin FWHM'sinin karşılaştırması, TPU sıcak eriyiklerinin NH'e kıyasla daha yüksek (TPU-25 için %6) veya eşdeğer (TPU-100) değerlere yol açarken diğer sıcak eriyik yapıştırıcıların daha düşük değerlere neden olduğunu göstermektedir.

4.2.6. Kırılma yüzeyi incelemeleri - ışık mikroskobu görüntüleri

Literatürde ve genel kullanımda, yapıştırmalı bağlantılar tamamen tahrip olana kadar test edilmekte ve hasar modu değerlendirilmektedir. Bu değerlendirme genellikle kohezif ve / veya adhezif hasar oranı olarak tanımlanmaktadır. Olası hasar modları Şekil 4.21'de gösterilmiştir. Yapıştırmalı bağlantılardaki ideal hasar modu, yapıştırıcının kendi içinde veya yapıştırılan maddelerin içinde gerçekleşen kohezif ayrılmadır [91]. Adhezif kuvvetler, mekanik kilitlenme ve yapıştırıcı ile yapıştırılan malzemeler arasındaki yakın temasla ilişkiliyken, kohezif kuvvetler yapıştırıcının özellikleri ve ikincil kuvvetlerle ilişkilidir [120]. Kohezif hasar durumunda, bağlantının mukavemeti daha güçlü bir yapıştırıcı kullanılarak arttırılabilmektedir.

Hasar modu analizi, bağlantıların değerlendirmesindeki tek kriter değildir. Ayrıca, bağlantının mukavemeti de dikkate alınmalıdır. Mukavemeti daha az olan bir

yapıştırıcı kohezif hasar sergiliyor diye adhezif hasar gösteren ama daha güçlü olan bir yapıştırıcı yerine kullanılmamalıdır. Bununla birlikte, hasar modu analizi, uygun yüzey işleminin veya hazırlamanın değerlendirilmesi ve zayıf bir arayüzün tespit edilmesinde oldukça yararlı bir yaklaşımdır [78,121]. Bu nedenle, tüm tek tesirli bindirme bağlantı örneklerinin her iki tarafındaki (kompozit ve PA6) kırık paternleri Şekil 4.22'te verildiği gibi görsel olarak incelenmiştir. Ayrılma sonrası kompozit yüzeylerin optik mikroskop görüntüleri de alınmış ve Şekil 4.23'de gösterilmiştir. Hasar modları değerlendirilerek Tablo 4.8'de özetlenmiştir.

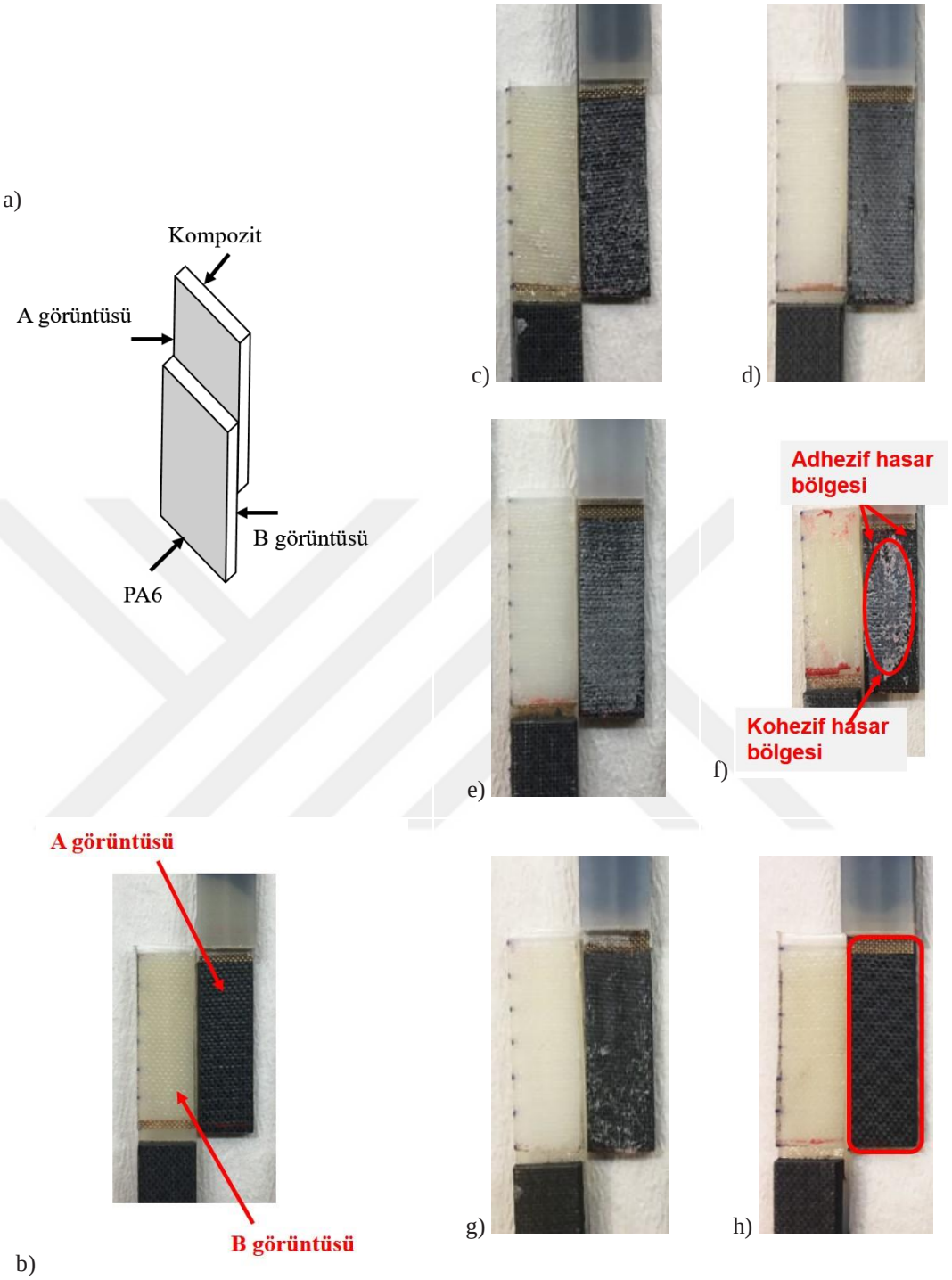


Şekil 4.21. Olası hasarlar

Tablo 4.8. Hibrit örneklerin tek tesirli bindirme testi sonrası hasar modu

Hibrit Örnek Kodu	Hasar Modu
NH	-
22G-25	%95 kohezif, %5 adhezif
22G-100	%90 kohezif, %10 adhezif
20P-25	%95 kohezif, %5 adhezif
20P-100	%75 kohezif, %25 adhezif
TPU-25	%100 kohezif
TPU-100	%100 adhezif

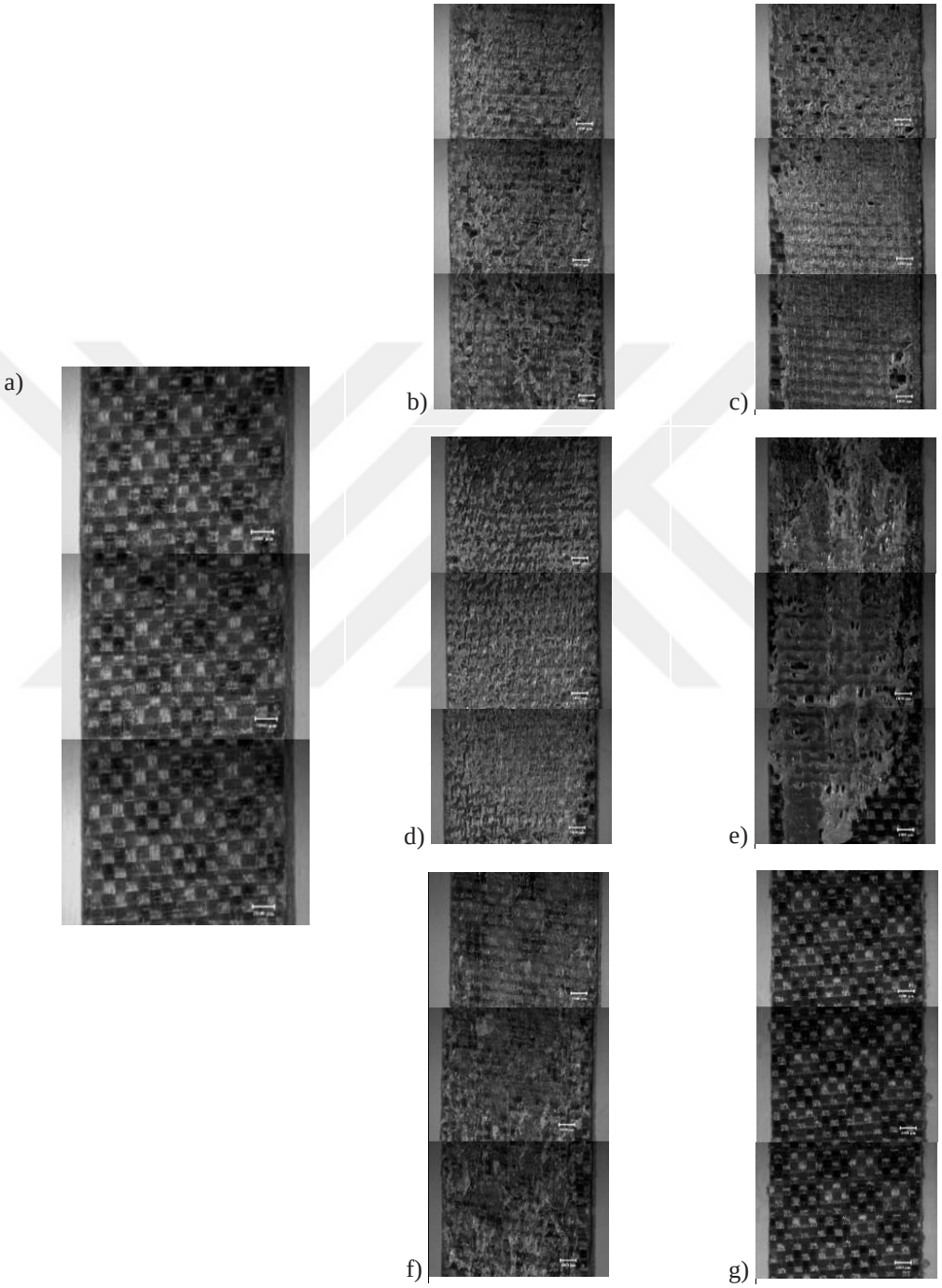
Bu çalışmada, iyi bir bağlantı elde edilebilmesi için, hem epoksi / sıcak eriyik ara yüzünün hem de PA6 / sıcak eriyik ara yüzünün önemli bir genel performans sağlayacak kadar güçlü olması gerekmektedir.



Şekil 4.22. Tek tesirli bindirme testi sonrası kırık yüzeylerin fotoğrafı a) görüntülemenin şematik olarak gösterimi b) NH c) 22G-25 d) 22G-100 e) 20P-25 f) 20P-100 g) TPU-25 h) TPU-100

Bu çalışmada elde edilen yapıştırmalı bağlantılarda, sonuçlar daha ince bir yapıştırıcı uygulamasının tüm sıcak eriyik tipleri için daha fazla kohezif ve daha az adhezif hasarı ile sonuçlandığını göstermektedir. Daha az miktarda sıcak eriyik yapıştırıcı kullanmak malzeme maliyeti ve uygulama kolaylığı açısından daha elverişlidir. Ayrıca, diğer

setler arasında en iyi performansı gösteren TPU-25 (termoplastik poliüretan tipi sıcak eriyiğin düşük kalınlıkta uygulandığı hibrit yapı) için hasar modunun tamamen kohezif olduğu dikkati çekmektedir.



Şekil 4.23. Tek tesirli bindirme testi sonrası ayrılan kompozit yüzeylerin ışık mikroskobu görüntüleri a) NH b) 22G-25 c) 22G-100 d) 20P-25 e) 20P-100 f) TPU-25 g) TPU-100

Daha kalın yapıştırıcı kullanımının etkisi, 22G örneklerine kıyasla TPU ve 20P'de daha belirgin olmuştur. TPU-100'ün kırılma yüzeyleri, kompozit tarafında tamamen adhezif hasarın ortaya çıktığını göstermiştir. Bu da TPU sıcak eriyik kalın uygulandığında, kompozitle sıcak eriyik arasında zayıf bir ara yüz oluştuğuna işaret etmektedir.

Özellikle kalın uygulanan sıcak eriyik numuneleri için, Şekil 4.22'de gösterildiği gibi, hasar bölgesinde homojen olmayan bir kayma gerilimi oluşmaktadır. Bu durum, orta kısımda kohezif bir hasar bölgesine ve bağlantının kenarlarında ise kopmanın başladığı adhezif hasara sebep olmuştur [122].

4.2.7. Kırılma yüzeyi incelemeleri - SEM görüntüleri

NH için kırılma yüzeylerinin SEM görüntüleri Şekil 4.24'de verilmiştir. Soyma kumaşı tarafından oluşturulan dokuya has genel morfoloji her iki görüntüde de açıkça görülmektedir. Kesik çizgili çerçevede gösterilen bölgenin ayrıntılı büyütülmüş hali düz beyaz çizgili çerçevedeki resimde verilmiştir. Şekil 4.24a'da verilen iç çerçevedeki resim, epoksinin ayrılması nedeniyle oluşan matris çatlağını açıkça göstermektedir. Kayma yönü, tüm SEM görüntülerinin sağ alt köşesinde beyaz okla belirtilmiştir. Özellikle de Şekil 4.24b'nin iç kısmındaki resimde görüldüğü gibi, her iki katmandaki hasar yönü de kayma yönüne paralel olduğundan kompozit ve PA katmanı arasında uygun bir arayüzey yapışmasını düşündürmektedir. PA'nın makul olan üç mekanizma ile epoksilerle güçlü etkileşime ve daha iyi uyumluluğa sahip olabileceği bildirilmiştir: kovalent bağlar, hidrojen bağları veya moleküler zincir dolaşımı (yarı iç içe geçen (İng. semi-interpenetrating) polimer ağlar) [91].

Kopolyester ve termoplastik pliüretan tipi sıcak eriyik ile hazırlanan hibrit yapılar (22G, 20P ve TPU) için kırılma yüzeyleri de SEM'de incelenmiş ve görüntüler Şekil 4.25 - 4.30'da verilmiştir. Her iki kırılma yüzeyinin de akış yönünün kayma yönüyle aynı yönde olduğu gözlenmiştir.

Şekil 4.25, 26, 27 ve 28'de, özellikle gevrek kırılmada yaygın olan dokulu mikro akış (aşağıya doğru beyaz oklarla gösterilmiştir) görülmektedir [123]. SEM altında gözlemlenen bu dokulu mikro-akış özellikleri, tek tesirli bindirme testlerinde elde edilen gevrek 22G (nispeten yüksek erime sıcaklığına sahip kopolyester tipi sıcak eriyik ile hazırlanan hibrit yapı) kırılmasını açıklamaktadır. Öte yandan, 20P'nin

(nispeten düşük erime sıcaklığına sahip kopolyester tipi sıcak eriyik ile hazırlanan hibrit yapı) SEM görüntüleri, 22G'ye kıyasla daha fazla uzama ve sıvanma eğilimi olduğunu göstermektedir. Bunun da tek tesirli bindirme testi sonuçlarında gözlenen 20P'nin daha yüksek sünekliği ile bir korelasyonu olduğu düşünülebilir.

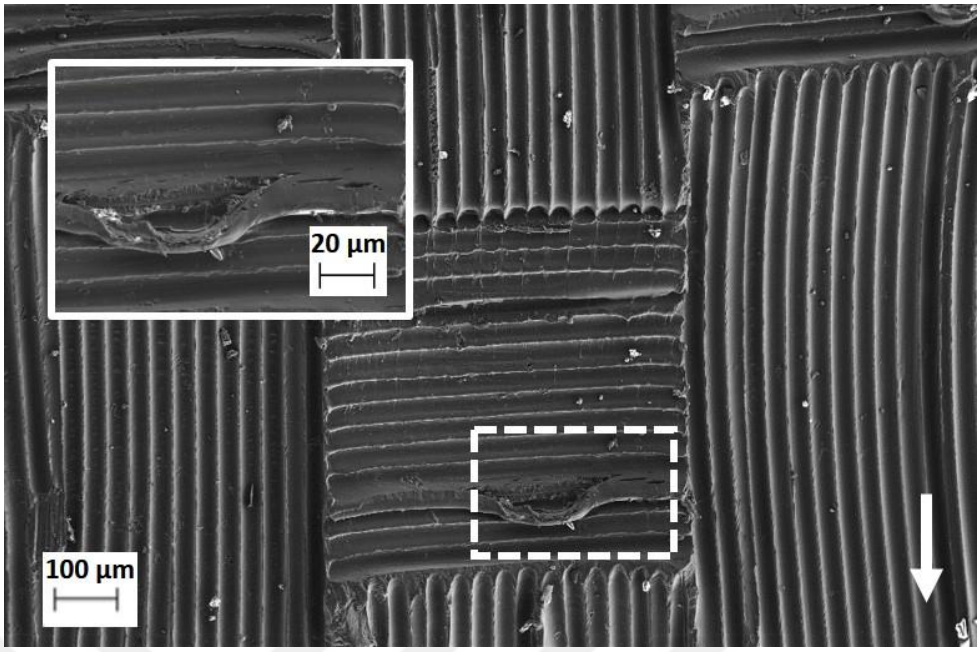
Sıcak eriyik yapıştırıcı ile yapıştırılan maddeler arasındaki arayüz yapışması kırılma morfolojisini etkileyen önemli bir faktördür. Sıcak eriyiğin kompozit tarafındaki adhezif hasarı gözlenmiştir (Şekil 4.28a). Bu hasar, aynı zamanda, Şekil 4.28a'nin iç görüntüsünde gösterildiği gibi kırık epoksi yüzeyine sebep olmuştur.

Tek tesirli bindirme testi sonuçlarına göre daha tok bir sıcak eriyik yapıştırıcı olan termoplastik poliüretan ile hazırlanan hibrit yapıların (TPU) SEM görüntülerinde dokulu mikro akış gözlenmemiştir [123]. Bu malzeme, daha çok fibrilasyon (yukarı doğru beyaz oklarla gösterilmiştir) ve matrisin sünek olarak uzaması ile kendini gösteren kayda değer oranda bir plastik deformasyon gösterir. Yüksek kalınlıkta uygulanan termoplastik poliüretan hibrit yapıların (TPU-100) kompozit yüzeyinde hiç yapıştırıcı kalmamıştır, bu da kompozit ve daha kalın uygulanan sıcak eriyik yapıştırıcı arasında zayıf bir yapışma olduğu anlamına gelmektedir. Muhtemelen ayrılma kaynaklı kırılmış epoksi bölgeleri de gözlenmiştir (Şekil 4.30a'nın iç çerçevesi).

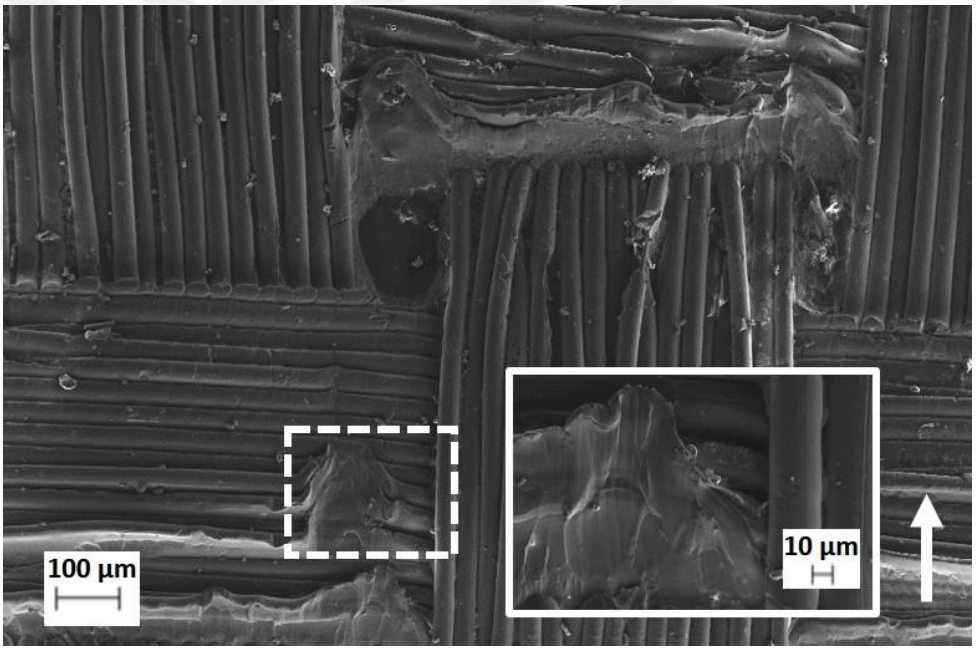
Kompozit tarafındaki %100 adhezif hasar nedeniyle, sadece TPU-100 PA katmanı tarafında soyma katı kumaşı (Şekil 4.30b) ile aynı morfolojiyi sergilemektedir. Bunun sebebi, diğer sıcak eriyik uygulanan tüm örneklerin sıcak eriyik matrisi içerisinde kısmen kohezif hasar göstermesidir.

TPU bazlı yapıştırıcı kullanımı ile daha iyi yapışma elde edilebilmesi ve gözlenen diğer özellikler, TPU’nun termoset matris ve PA6 katmanlarıyla daha uyumlu olduğu anlamına gelmektedir.

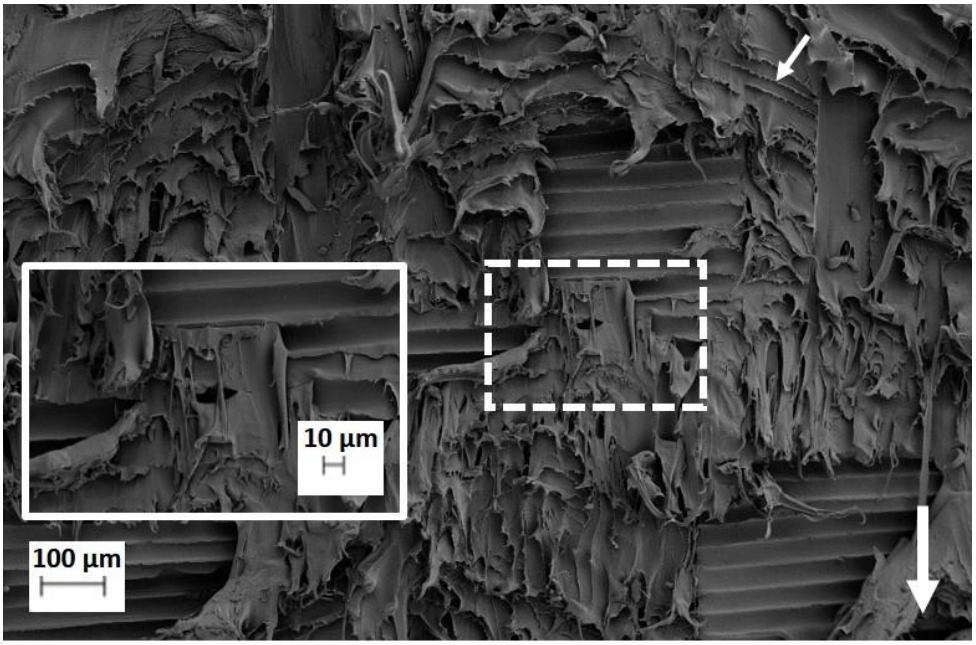
a)



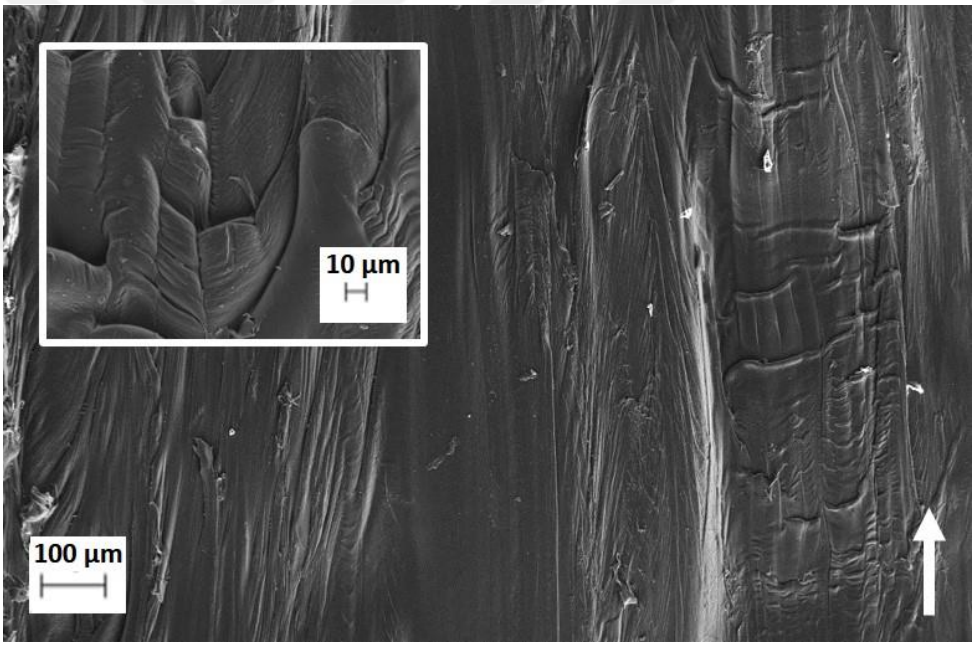
b)



Şekil 4.24. NH'ın kırılma yüzeylerine ait SEM görüntüleri a) kompozit yüzeyi b) PA6 yüzeyi



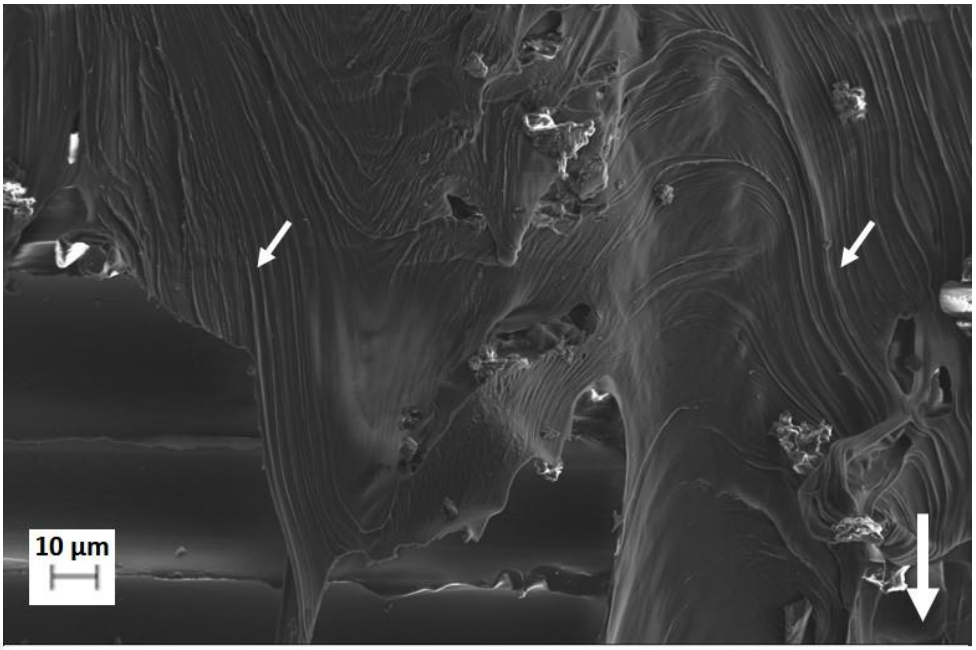
a)



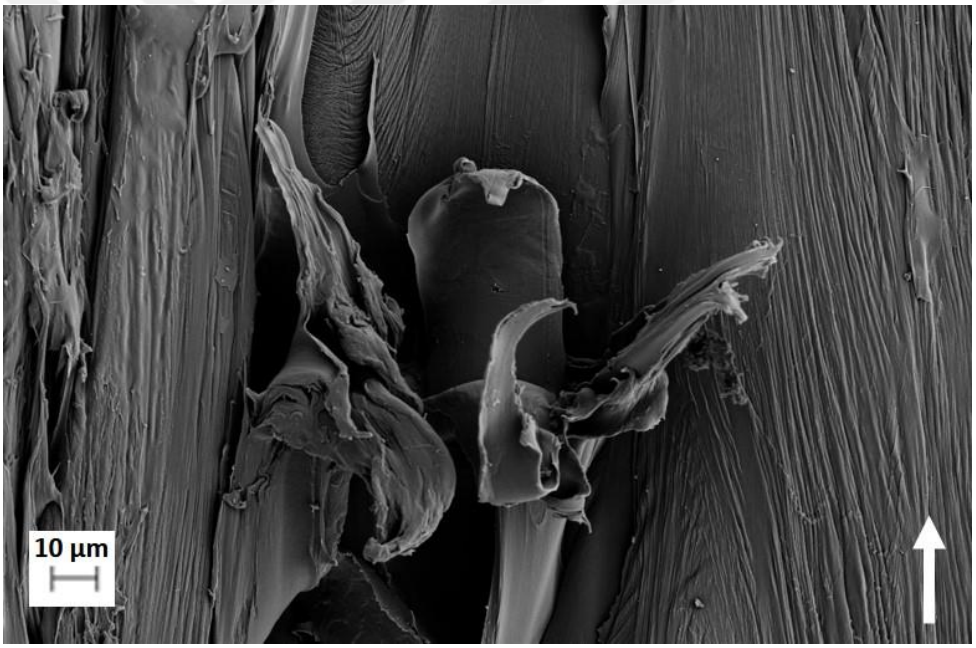
b)

Şekil 4.25. 22G'nin kırılma yüzeylerine ait SEM görüntüleri a) 22G-25'in kompozit yüzeyi b) 22G-25'in PA6 yüzeyi

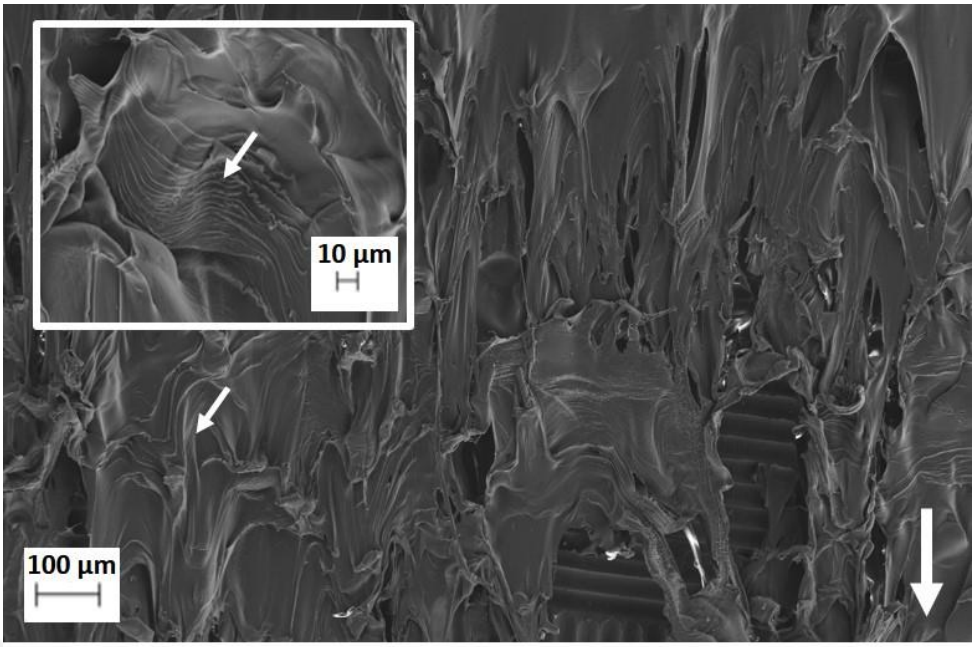
a)



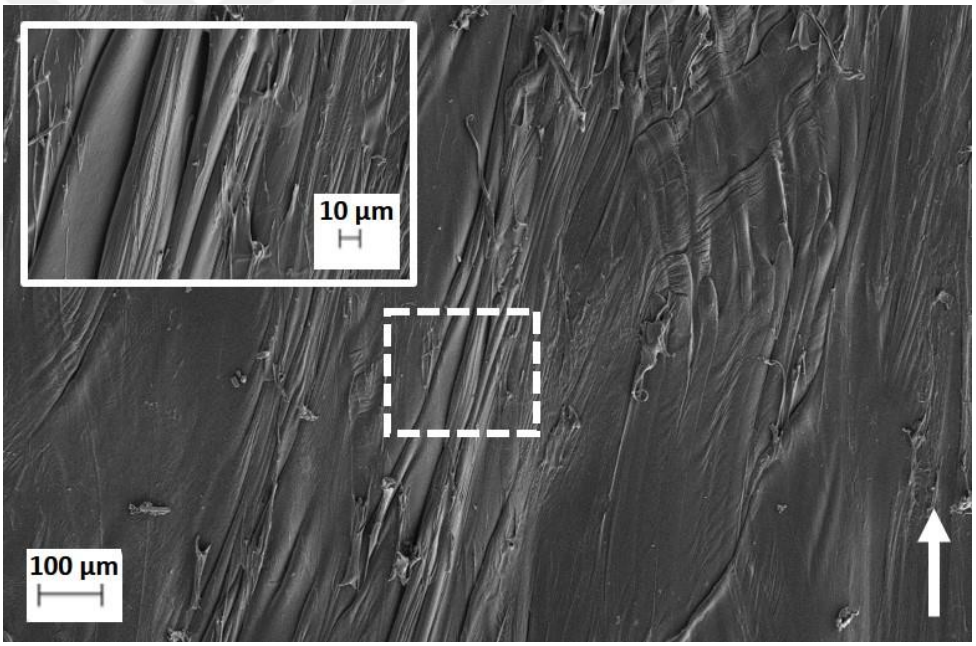
b)



Şekil 4.26. 22G'nin kırılma yüzeylerine ait SEM görüntüleri a) 22G-100'ün kompozit yüzeyi b) 22G-100'ün PA6 yüzeyi



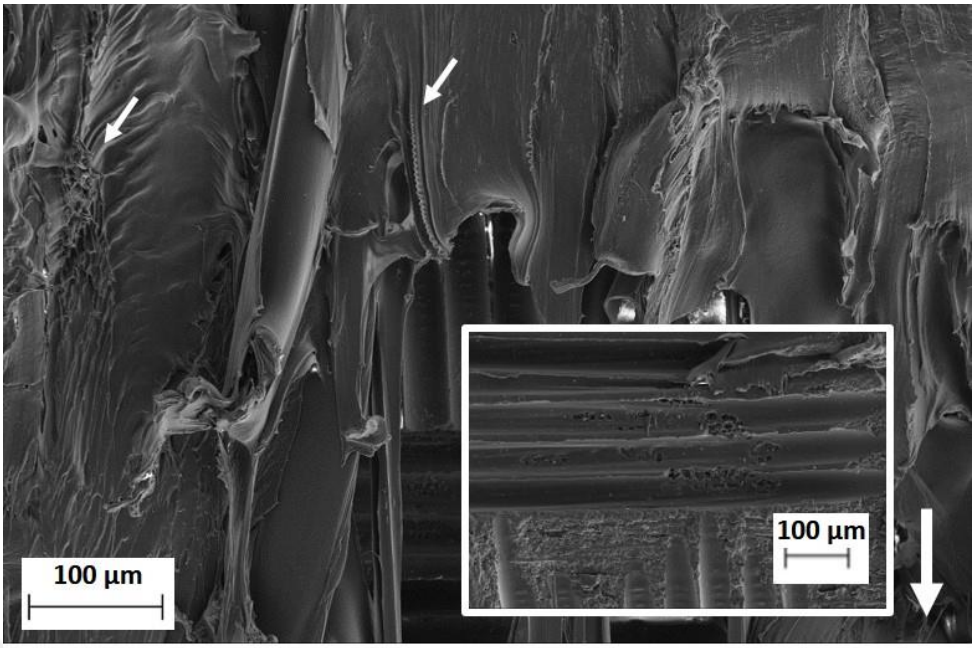
a)



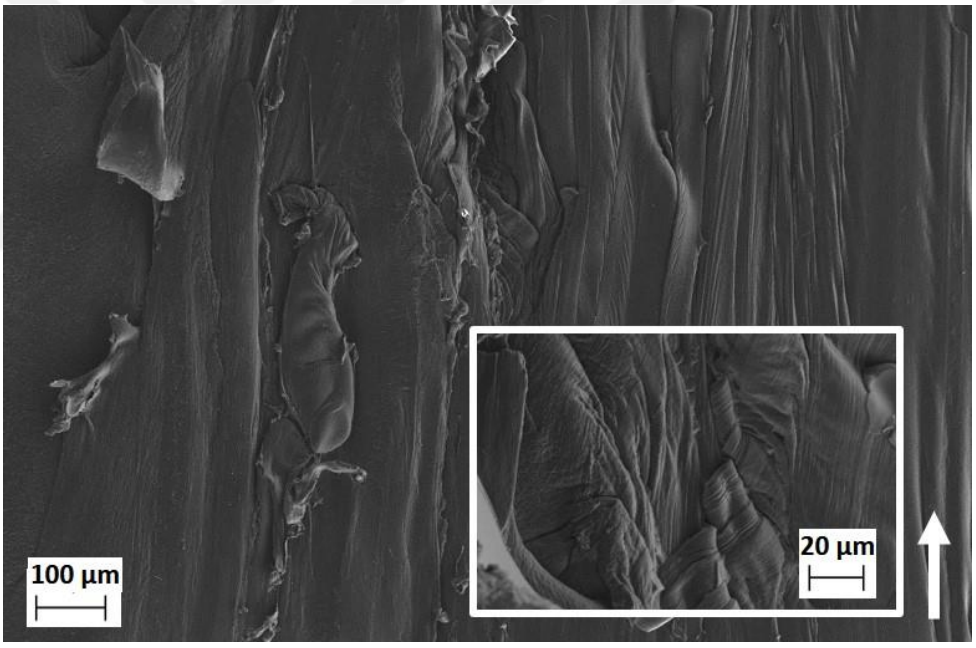
b)

Şekil 4.27. 20P'nin kırılma yüzeylerine ait SEM görüntüleri a) 20P-25'in kompozit yüzeyi b) 20P-25'in PA6 yüzeyi

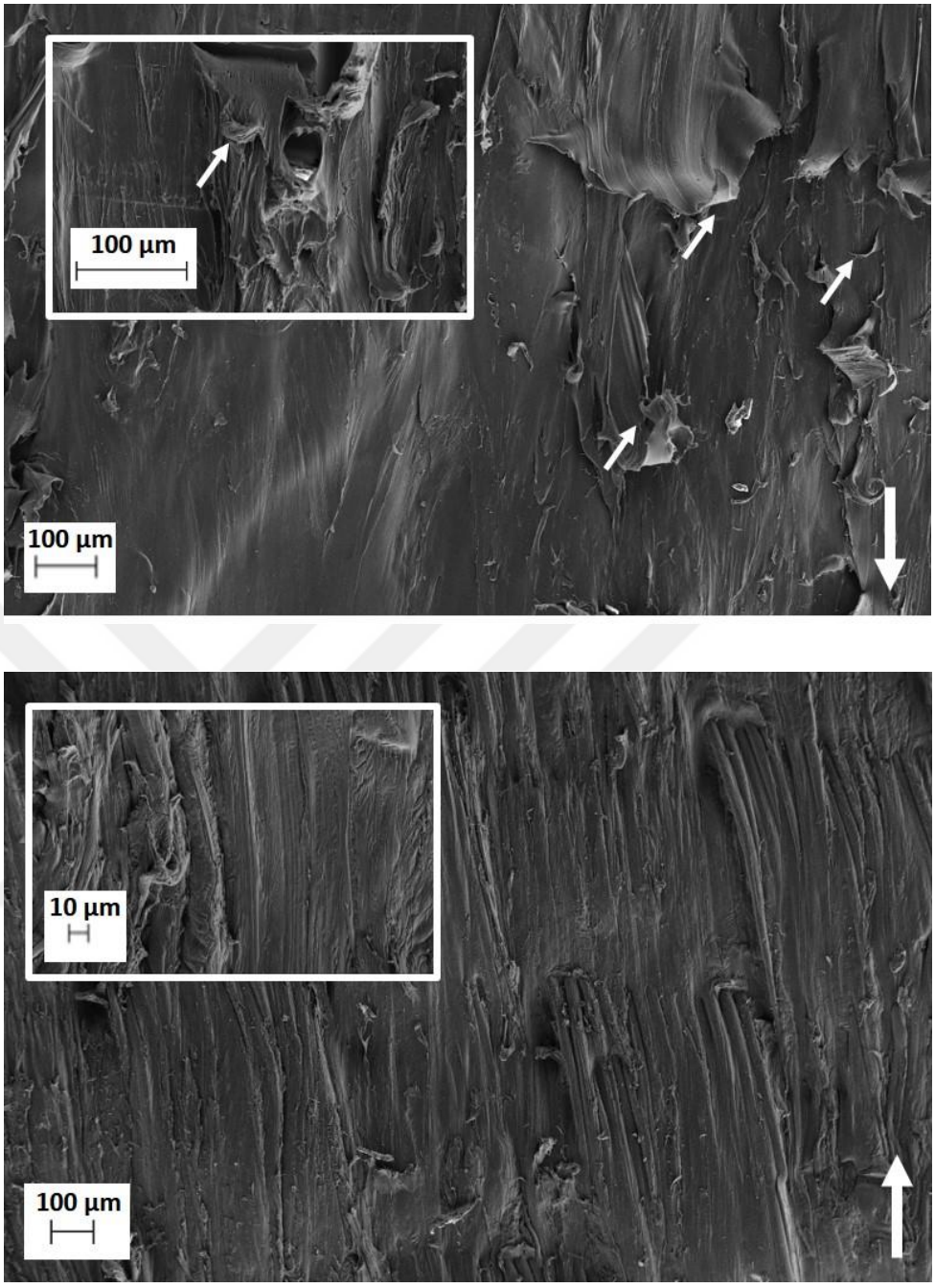
a)



b)

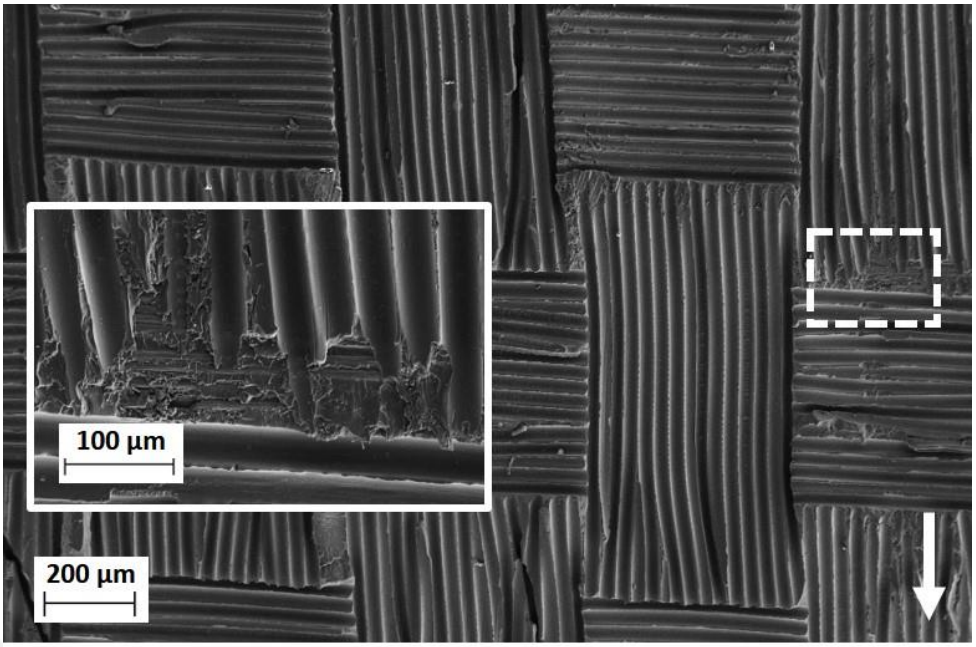


Şekil 4.28. 20P'nin kırılma yüzeylerine ait SEM görüntüleri a) 20P-100'ün kompozit yüzeyi b) 20P-100'ün PA6 yüzeyi

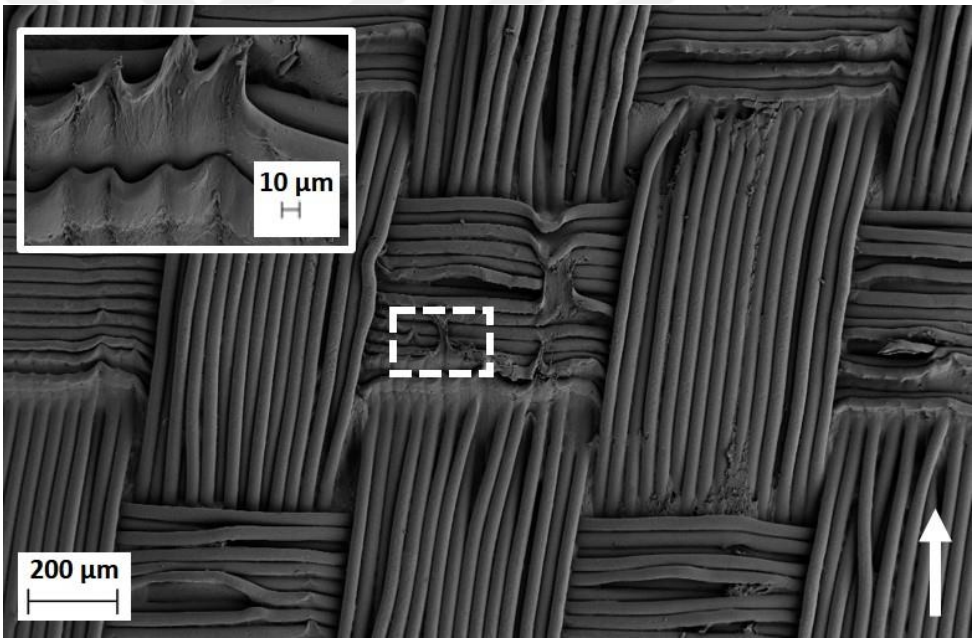


Şekil 4.29. TPU'nun kırılma yüzeylerine ait SEM görüntüleri a) TPU-25'in kompozit yüzeyi b) TPU-25'in PA6 yüzeyi

a)



b)



Şekil 4.30. TPU'nun kırılma yüzeylerine ait SEM görüntüleri a) TPU-100'ün kompozit yüzeyi b) TPU-100'ün PA6 yüzeyi

5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Bu çalışmada, hibrit termoset kompozitlerin üretimini sağlamak amacıyla termoset kompozitler ve termoplastiklerin birleştirilmesi ve dolayısıyla hibrit yapı eldesi için üzerine enjeksiyon teknolojisinin kullanılabilirliğinin incelenmesi amaçlanmıştır.

Termoset kompozit olarak cam ve karbon elyaf takviyeli epoksi matris kompozit, üzerine enjeksiyon ile ikinci bir katman olarak eklenen termoplastik katman için ise PA6 kullanılmıştır.

Elde edilen hibrit yapıların mekanik ve dinamik mekanik özellikleri; 3 nokta eğme, tek tesirli bindirme testi ve DMA analizi ile belirlenmiştir. Kompozit yüzeyin özellikleri pürüzlülük ve temas açısı ölçümleri ile karakterize edilmiştir. Kompozitlerin ilk hali ve kırılma sonrası yüzey özellikleri SEM ve EDS analizi ile optik mikroskop görüntülemeleri sayesinde incelenmiştir. DSC analizleri ile PA6 ve sıcak eriyik gibi polimerik malzemelerin özellikleri belirlenmiştir. Bunun yanısıra, arayüzey yapışma performansı tahribatsız bir görüntüleme yöntemi olan mikro-CT ile incelenmiştir.

Bu çalışma ile;

- Literatürde ilk defa tamamen kürlenmiş termoset kompozit ile termoplastik malzeme üzerine enjeksiyon yöntemi ile birleştirilmiştir. Bu kapsamda, cam ve karbon elyaf takviyeli epoksi bazlı termoset kompozit ve PA6 termoplastik malzemesi kullanılmıştır.
- Literatürde ilk defa epoksi matris kompozit ve PA6 tabakalarının uyumsuzluğuna bağlı yapışma probleminin üstesinden gelmek için, kompoziti takviye eden elyaf malzemesinin etkisi, kalıplama işlemi parametreleri ve soyma kumaş uygulamasıyla oluşturulan kompozit yüzeyi pürüzlülüğünün arayüz yapışması üzerine etkisi araştırılmıştır.

- Literatürde ilk defa sıcak eriyik yapıştırıcıların arayüzeyde kullanımının karbon elyaf takviyeli epoksi matris kompozit ve PA6 arasındaki arayüz yapışmasına etkisi ele alınmıştır.
- Literatürde ilk defa, üzerine enjeksiyon yapılan parçalar arasında kullanılan farklı sıcak eriyik tipleri ve yapıştırıcı kalınlığının etkileri ortaya koyulmuştur.

Çalışmanın ilk aşamasında, hibrit yapı içerisindeki arayüzey yapışmasını etkilediği düşünülen üç ana faktör incelenmiştir: kompozitte kullanılan takviye elyafı (karbon ve cam), üzerine enjeksiyon prosesi sırasında kullanılan kalıp sıcaklığı (30^{o}C ve 80^{o}C), kompozit yüzeyinde soyma kumaşı uygulaması.

Çalışma ilk aşamasında elde edilen genel sonuçlar aşağıdaki gibidir:

- 3 nokta eğme, SEM, mikro-CT ve DMA analiz sonuçlarının genel değerlendirmesi, soyma kumaşı uygulamasının ara / birleşme yüzeyinin yapışma performansını önemli ölçüde iyileştirdiğini göstermiştir.
- Çalışmada kullanılan 80^{o}C'lik kalıp sıcaklığının 30^{o}C'ye kıyasla daha iyi yapışma performansı sağladığı belirlenmiştir.
- Arayüz yapışma değerlerindeki artış, pürüzlülük ve iyi ıslanabilirlik sağlayan soyma kumaşı uygulamasıyla kompozitlerin yüzeyinin daha hidrofilik hale gelmesiyle ilişkilendirilmiştir. Bu nedenle, kompozitin pürüzlülüğü ile eğme mukavemeti artmaktadır.
- Termoset kompozitte kullanılan takviye malzemesinin etkisi, yani karbon veya cam elyaf olarak değerlendirildiğinde, bu araştırma kompozitlerin yüzey kimyasının arayüz yapışmasını kontrol eden önemli bir faktör olarak düşünülmesi gerektiğini desteklemektedir.
- Soyma kumaşı uygulanan kompozitler için, karbon elyaf tarafı, cam elyaf tarafına kıyasla daha yüksek pürüzlülüğe sahiptir ve yüzey kimyası nedeniyle daha iyi yapışma göstermektedir.
- Soyma kumaşı uygulanan ve 80°C kalıp sıcaklığında hazırlanan hibrit numuneler için, kompozit yüzeyinde karbon elyaf bulunduğunda, eğme dayanımı değerlerinde cam elyaf bulunduğu duruma kıyasla %6'lık bir artışa neden olmaktadır. Bununla birlikte, bu fark 30°C kalıp sıcaklığında %1.5 seviyesinde diğer deyişle neredeyse önemsizdir.

- Saf PA ve saf kompozit numunelerin üç nokta eğme sonuçları, en iyi sonuçları veren hibrit yapı olan SKV80K (Soyma kumaşı uygulanan, 80°C kalıp sıcaklığında hazırlanan ve kompozit yüzeyinde karbon elyaf bulunan hibrit yapı) numunesiyle karşılaştırıldığında, eğme dayanımı ve modülü açısından havacılık sektörü için yeterli olmamakla birlikte, otomotiv sektörü için umut vaadeden sonuçlara ulaşıldığı söylenebilmektedir.

Çalışmanın ikinci aşamasında, hibrit yapıda arayüzey yapışmasını iyileştirme amacıyla sıcak eriyik yapıştırıcı kullanımı denenmiştir. Bu kapsamda, termoset kompozit yüzeyine 4 farklı sıcak eriyik, 2 farklı kalınlıkta (25 ve 100 μm) uygulanmıştır.

İkinci aşamada elde edilen sonuçlar şu şekilde özetlenebilir:

- Genel değerlendirme, sıcak eriyik tipi ve yapıştırıcı kalınlığının arayüzey yapışma özelliklerini önemli ölçüde etkilediğini ortaya koymaktadır.
- Termoplastik poliüretan (TPU) bazlı sıcak eriyiğin düşük kalınlıkta uygulandığı durumda, tek tesirli bindirme testi ve eğme modunda yapılan DMA analizi sonuçları, rijitlik, süneklik, ayırma enerjisi ve sönümleme açısından bu grubun diğerlerine kıyasla üstün olduğunu göstermiştir. Optik mikroskop ve SEM ile kırılma yüzeylerinin hazar analizi değerlendirmesi de bu bulguları desteklemektedir. Bu özellikler, TPU'nun termoset matrisi ve PA6 katmanları ile daha iyi uyumluluğu olduğuna işaret etmektedir.
- Yapıştırıcı kalınlığının yapışma performansını etkileyen önemli bir parametre olduğu tespit edilmiştir. Daha ince yapıştırıcı kalınlığı (25 μm) daha iyi yapışma performansı ile sonuçlanmıştır. Bu durum, yapıştırıcı daha kalın uygulandığında, yapıştırıcı deformasyonunun baskın hale gelmesinden kaynaklanmaktadır.
- Kopolyester esaslı sıcakta eriyen yapıştırıcılar (22G ve 20P), mekanik testlerde referans numuneye (NH) kıyasla daha düşük veya eşdeğer mukavemet vermiştir. Diğer yandan, 22G ve 20P'nin karşılaştırması, farklı kopolyester tiplerinin dahi, kimyalarındaki farktan dolayı arayüzey yapışması ve kırılma davranışlarında farklılığa neden olduğu tespit edilmiştir.

- Poliolefin (PO) bazlı sıcak eriyik, gevrek davranış sergilediği ve enjeksiyon ile kalıplama sırasında eriyip kalıba bulaşma eğilimi gösterdiğinden, üzerine enjeksiyon uygulaması için uygun bulunmamıştır.

Bu önerilen ve geliştirilen sıcak eriyik uygulama yönteminde, sıcak eriyik uygulaması kürleme gerektirmez ve ek olarak açık zaman (yapıştırıcı uygulaması ile yapıştırılan ikinci parça ile sıkıştırmaya kadar geçen süre) bir sınırlama değildir. Belirtilen bu avantajlar sayesinde, sıcak eriyik yapıştırıcı kullanımı ile üretim tesislerinde daha fazla esneklik elde edilebilir.

Bu çalışma, gelecekte yapılabilecek olan üzerine enjeksiyon çalışmaları için bir temel oluşturabilir. Çalışmanın devamı niteliğinde, ileriye dönük yapılabilecek çalışmalar şu şekilde sıralanabilir:

- Kompozitin farklı yüzey işlemlerine tabi tutulması ile daha iyi bir ara yüzey ve yapışma performansı elde edilebilir.
- Farklı termoplastik poliüretan (TPU) bazlı sıcak eriyik tipleri kullanılarak üretilen hibrit yapının mekanik özellikleri daha geniş bir spektrumda ayarlanabilir.
- Yüzey işlemi ör. farklı aşındırma yöntemleri, plazma, solvent yöntemleri ile kompozit yüzeyinin pürüzlendirilmesi / hazırlanması ve beraberinde sıcak eriyik kullanımının etkisi incelenebilir.

KAYNAKLAR

[1] Kelly G., Joining of Carbon Fibre Reinforced Plastics for Automotive Applications, Royal Institute of Technology, Stockholm, 2004.

[2] Callister W. D., *Fundamentals of Materials Science and Engineering*, 5th ed., John Wiley & Sons Inc, New York, 2001.

[3] Xanthos M., *Functional Fillers for Plastics*, Wiley - VCH, Weinheim, 2005.

[4] A True All-Round Para-Aramid Performer, Teijin, 2018, https://www.teijinaramid.com/wp_content/uploads/2018/10/Product_brochure_Twaron.pdf (Ziyaret tarihi: 8 Mayıs 2020).

[5] Morgan P., *Carbon Fibers and Their Composites*, Taylor & Francis, Boca Raton, FL, USA, 2005.

[6] Chung D. D. L., *Carbon Fiber Composites*, Butterworth-Heinemann, Boston, MA, USA, 1994.

[7] Bhatt P., Goel A., Carbon Fibres: Production, Properties and Potential Use, *Material Science Research India*, 2017, **14**(1), 52-57.

[8] Chawla K. K., *Fibrous Materials, Cambridge University Press*, Cambridge UK, 1998.

[9] Walsh P. J., Carbon Fibers, Editors: Miracle D. B., Donaldson S. L., *ASM Handbook*, Vol. **21**, Composites, ASM International, Materials Park, Ohio, USA, 35-40, 2001.

[10] Jacob A., The Popularity of Carbon Fibre, *Reinforced Plastics*, 2006, **50**(3), 22-24.

[11] Chung M., Zhang G., Sengeh J., Developing a New Polyolefin Precursor for Low-Cost, High-Strength Carbon Fiber, *DOE Hydrogen Program Annual Merit Review and Peer Evaluation Meeting*, Washington, D.C., 13-15 June 2018.

[12] Summerscales J. (Editor), *Microstructural Characterisation of Fibre-Reinforced Composites, 2nd ed.*, Woodhead Publishing Limited, Cambridge UK, 2001.

[13] Carbon Nanotube Stitches Make Stronger, Lighter Composites, ScienceDaily, https://www.sciencedaily.com/releases/2016/08/160803111753.htm (Ziyaret tarihi: 8 Mayıs 2020).

[14] NASA + SpaceX Work Together, Quora, https://www.quora.com/How-do-SpaceX-and-NASA-work-together / (Ziyaret tarihi: 8 Mayıs 2020).

[15] McLaren Developing Next-Generation Carbon Tub and Powertrain, Motor Autority, 2016, https://www.motorauthority.com/news/1103795_mclaren-developing-next-generation-carbon-tub-and-powertrain (Ziyaret tarihi: 8 Mayıs 2020).

[16] Boot Mazda RX-8 Hydrogen RE '2004-08, WheelsAge.org, 2005, https://en.wheelsage.org/mazda/rx-8/pictures/h44duh/ (Ziyaret tarihi: 8 Mayıs 2020).

[17] https://www.crumptoncycles.com/ (Ziyaret tarihi: 8 Mayıs 2020).

[18] Hardie S., Carbon Marine to Launch 65 Knot Paragon Super Sport 28 Tender, 2016, https://www.boatinternational.com/yachts/news/carbon-marine-to-launch-65-knot-carbon-fibre-paragon-super-sport-28-tender--29237 (Ziyaret tarihi: 8 Mayıs 2020).

[19] The World's Lightest Carbon Fiber Wheels - ESE Carbon E1 Wheels Wigh 11 Pounds, 2016, https://www.mclarenboost.com/content.php?7765-The-world-s-lightest-carbon-fiber-wheels-ESE-Carbon-E1-wheels-weigh-11-pounds/ (Ziyaret tarihi: 8 Mayıs 2020).

[20] Applications Fields of Composite Materials, Sita Compositi, http://sitacompositi.com/en/applicazioni/ (Ziyaret tarihi: 8 Mayıs 2020).

[21] Carbon Fiber Repair Systems, https://beyondmaterialsgroup.com.au/services/concrete-composite-repair-system/ (Ziyaret tarihi: 8 Mayıs 2020).

[22] Mazumdar S., Karthikeyan D., Pichler D., Benevento M., Frassine R., State of the Composites Industry Report for 2017, http://composites manufacturingmagazine.com/2017/01/composites-industry-report-2017/ (Ziyaret tarihi: 8 Mayıs 2020).

[23] Carbon Fiber Products and Usage, Tha Japan Carbon Fiber Manufacturers Assoc., 2014, https://www.carbonfiber.gr.jp/english/material/usage.html (Ziyaret tarihi: 8 Mayıs 2020).

[24] https://directvoltage.com/shop/carbon-fiber-material/5000m-toray-torayca-12k-t700sc-carbon-fiber-tow-continuous-carbon-fiber-filament-yarn-thread-tape-5000-meters/ (Ziyaret tarihi: 8 Mayıs 2020).

[25] http://zoltek.com/products/ox/staple-fiber/ (Ziyaret tarihi: 8 Mayıs 2020).

[26] https://www.fuelcellstore.com/cetech-carbon-paper-gds090 (Ziyaret tarihi: 8 Mayıs 2020).

[27] https://www.cableorganizer.com/carbon-fiber-sleeving/ (Ziyaret tarihi: 8 Mayıs 2020).

[28] https://www.haufler.com/en/content/carbon-fibre/cut-carbon-fibers/ (Ziyaret tarihi: 8 Mayıs 2020).

[29] https://www.ecplaza.net/offers/carbon-fiber-nonwoven-mat_8615193 (Ziyaret tarihi: 8 Mayıs 2020).

[30] http://www.hitexinsulation.com (Ziyaret tarihi: 8 Mayıs 2020).

[31] Tsimpris C. W., Jakob J. P., Vercesi G. P., KEVLAR® Engineered Elastomer for Tire Reinforcement, *International Tire Exhibition and Conference*, Akron, Ohio, USA, 10-12 September 2002.

[32] Ashby M. F., Jones D. R. H., *Engineering Materials 2*, 2nd ed., Butterworth-Heinemann, Oxford, 1998.

[33] Mallick P. K., *Materials, Design and Manufacturing for Lightweight Vehicles*, Woodhead Publishing, Cambridge, 2010.

[34] Amancio-Filho S.T., Abibe A.B., Dos Santos J.F., Joining: Mechanical Fastening of Polymers, Composites, and Polymer–Metal Hybrid Structures, Editors: Nicolais L., Borzacchiello, *Wiley Encyclopedia of Composites*, 2nd ed., John Wiley & Sons, New York, 1-11, 2012.

[35] Rauwendaal C., *Polymer Extrusion*, 4th ed., Hanser Publishers, New York, 2001.

[36] Giles H. F., Wagner J. R., Mount E. M., *Extrusion: the definitive processing guide and handbook*, 1st ed., William Andrew Inc., New York, 2005.

[37] Rauwendaal C., *Encyclopedia of polymer science and technology*, 2nd ed., John Wiley & Sons, Inc; 2005.

[38] Shah V., *Handbook of Plastics Testing and Failure Analysis*, 3rd ed., John Wiley & Sons Inc, New Jersey, 2007.

[39] Brown R., *Handbook of Polymer Testing - Short-Term Mechanical Tests*, Rapra Technology Limited, Shawbury, 2002.

[40] Menard K. P., *Dynamic mechanical analysis a practical introduction*, 1st ed., CRC Press, Boca Raton, 1999.

[41] Keller E., Goldman R. D., Light microscopy, editors: Spector D. L., Goldman R. D., Basic Methods in Microscopy, 1st ed., Cold Spring Harbor Laboratory, 1-16, USA, 2006.

[42] Brundle C. R., Evans C. A., Wilson S., *Encyclopedia of Materials Characterization: surfaces, interfaces, thin films*, Butterworth-Heinemann, Greenwich, 1992.

[43] Croft W. L., *Under the microscope: a brief history of microscopy - Series in popular science*, World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd., 2006, **5**, 73-90.

[44] Carraher C. E., *Polymer chemistry*, 6th ed., CRC Press, USA, 2003.

[45] Bağçeci B. İ., Nano partikül yüzey kaplama, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 2010, 269938.

[46] Nosonovsky M., Bhushan B., Hierarchical rougness optimization for biomimetric superhydrophobic surfaces, *Ultramicroscopy*, 2007, **107**, 969-979.

[47] Zhu L., Feng Y., Ye X., Zhou Z., Tunning wettability and getting superhydrophobic surface by controlling surface roughness with well-designed microstructures, *Sensors and Actuators A*, 2006, **130-131**, 595-600.

[48] Skyscan 1172 Desktop X-Ray Microtomograph, Instruction Manual, Belgium, 2005.

[49] Lyu M. Y., Choi T. G., Research trends in polymer materials for use in lightweight vehicles, *Int J Precis Eng Manuf*, 2015, **16**, 213-220.

[50] Park H. S., Dang X. P., Roderburg A., Nau B., Development of plastic front side panels for green cars, *CIRP J Manuf Sci Technol*, 2013, **6**, 44-52.

[51] Friedrich K., Almajid A. A., Manufacturing aspects of advanced polymer composites for automotive applications, *Appl Compos Mater*, 2013, **20**, 107-128.

[52] Biron M., *Thermosets and Composites*, 2nd ed., Elsevier Ltd, 2014.

[53] Sauer B. B., Kampert W. G., Wakeman M. D., Yuan S., Screening method for the onset of bonding of molten polyamide resin layers to continuous fiber reinforced laminate sheets, *Compos Sci Technol*, 2016, 129, 166-172.

[54] Renault T., Developments in thermoplastic composites for automotive applications, *Franco-British Symp. Compos. Mater.*, London, 2015.

[55] Vaidya U. K., Chawla K. K., Processing of fibre reinforced thermoplastic composites, *Int Mater Rev*, 2008, **53**, 185-218.

[56] Occhiello E., Morra M., Morini G., Garbassi F., Johnson D., On oxygen plasma-treated polypropylene interfaces with air, water, and epoxy resins. II. Epoxy resins, *J Appl Polym Sci*, 1991, **42**, 2045-2052.

[57] Bormashenko E., Eldar B., Chaniel G., Multanen V., Whyman G., Influence of cold radiofrequency air and nitrogen plasmas treatment on wetting of polypropylene by the liquid epoxy resin, *Colloids Surfaces A Physicochem Eng Asp*, 2016, **506**, 445-449.

[58] Chan C. M., Ko T. M., Hiraoka H., Polymer surface modification by plasmas and photons, *Surf Sci Rep*, 1996, **24**, 1–54.

[59] Wang C. R., Gu Y. Z., Zhang K. M., Li M., Zhang Z. G., Rapid curing epoxy resin and its application in carbon fibre composite fabricated using VARTM moulding, *Polym Polym Compos*, 2013, **21**, 315-324.

[60] Groh F., Kappel E., Hühne C., Brymerski W., Investigation of fast curing epoxy resins regarding process induced distortions of fibre reinforced composites, *Compos Struct*, 2019, **207**, 923-934.

[61] Wang Y., Liu W., Qiu Y., Wei Y., A one-component, fast-cure, and economical epoxy resin system suitable for liquid molding of automotive composite parts, *Materials*, 2018, **11**, 1-12.

[62] Villegas I. F., Rubio P. V., High-Temperature Hybrid Welding of Thermoplastic (Cf / Peek) To Thermoset (Cf / Epoxy) Composites, *20th Int. Conf. Compos. Mater*., Copenhagen, 2015.

[63] Xie L., Liu H., Wu W., Abliz D., Duan Y., Li D., Fusion bonding of thermosets composite structures with thermoplastic binder co-cure and prepreg interlayer in electrical resistance welding, *Materialsa and Design*, 2016, **98**, 143-149.

[64] Ageorges C., Ye L., Resistance welding of thermosetting composite/thermoplastic composite joints, *Compos - Part A Appl Sci Manuf*, 2001, **32**, 1603-1612.

[65] Amend P., Frick T., Schmidt M., Experimental studies on laser-based hot-melt bonding of thermosetting composites and thermoplastics, *Phys Procedia*, 2011, **12**, 166-173.

[66] Chan C. M., Ko T. M., Hiraoka H., Polymer surface modification by plasmas and photons, *Surf Sci Rep*, 1996, **24**, 1–54.

[67] Parmar U., Pandya D. H., Experimental Investigation of Ultrasonic Welding on Non-metallic Material, *Procedia Technol*, 2016, **23**, 551-557.

[68] Villegas I. F., Moser L., Yousefpour A., Mitschang P., Bersee H. E., Process and performance evaluation of ultrasonic, induction and resistance welding of advanced thermoplastic composites, *J Thermoplast Compos Mater*, 2013, **26**, 1007-1024.

[69] Ageorges C., Ye L., Hou M., Advances in fusion boding techniques for joining thermoplastics materials composites: a review, *Compos Part A*, 2001, **32**, 839-857.

[70] Jung K. W., Kawahito Y., Katayama S., Mechanical property and joining characteristics of laser direct joining of CFRP to polyethylene terephthalate, *Int J Precis Eng Manuf - Green Technol*, 2014, **1**, 43-48.

[71] Nguyen S., Perez C. J., Desimone M., Pastor J. M., Tomba J. P., Carella J. M., Adhesion control for injection overmolding of elastomeric propylene copolymers on polypropylene. Effects of block and random microstructures, *Int J Adhes Adhes*, 2013, **46**, 44-55.

[72] Carella A. R., Alonso C., Merino J. C., Pastor J. M., Sequential injection molding of thermoplastic polymers. Analysis of processing parameters for optimal bonding conditions, *Polym Eng Sci*, 2002, **42**, 2172-2181.

[73] Giusti R., Lucchetta G., Modeling the adhesion bonding mechanism in overmolding hybrid structural parts for lightweight applications, *Key Eng Mater*, 2014, **611-612**, 915-921.

[74] Fiorotto M., Lucchetta G., Experimental investigation of a new hybrid molding process to manufacture high-performance composites, *Int J Mater Form*, 2013, **6**, 179-185.

[75] Chandran R., Plummer C. J. G., Bourban P., Månson J. E., Interfacial Characterization of Non-Isotehrmally Fusion Bonded Hard and Soft Thermoplastics: Implications for Fused Deposition Modeling, *16th Annu. Automot. Compos. Conf. Exhib.*, USA, 2016.

[76] Rossa-Sierra A., Sánchez-Soto M., Illescas S., Maspoch M. L., Study of the interface behaviour between MABS/TPU bi-layer structures obtained through over moulding, *Materials and Design*, 2009, **30**, 3979-3988.

[77] Pinpathomrat B., Imajo A., Thumsorn S., Hamada H., Thermoplastic Prepreg Insert Injection Molding Composites: Mechanical and Adhesive Properties, *16th Annu. Automot. Compos. Conf. Exhib.*, USA, 2016.

[78] Ebnesajjad S., Ebnesajjad C. F., *Surface Treatment of Materials for Adhesion Bonding*, William Andrew Publishing, Norwich, 2006.

[79] Pinpathomrat B., Mathurosemontri S., Uawongsuwan P., Thumsorn S., Hamada H., Study on Adhesive Property of Insert Injection Molded Glass Fiber Reinforced Polypropylene Composites, *Energy Procedia*, 2016, **89**, 291-298.

[80] Li M., Wen X., Liu J., Tang T., Synergetic effect of epoxy resin and maleic anhydride grafted polypropylene on improving mechanical properties of polypropylene/short carbon fiber composites, *Compos Part A Appl Sci Manuf*, 2014, **67**, 212-220.

[81] Kazan H., Zheng T., Farahani S., Pilla S., Degree of cure, mechanical properties, and morphology of carbon fiber/epoxy- PP hybrids manufactured by a novel single shot method, *Mater Today Commun*, 2019, **19**, 441-449.

[82] Kazan H., Farahani S., Pilla S., Feasibility study for manufacturing CF/epoxy – Thermoplastic hybrid structures in a single operation, *Procedia Manuf*, 2019, **33**, 232-239.

[83] Kazan H., Hybrid Single Shot Manufacturing of Multi-Materials Structure for Automotive Applications, Doktora Tezi, Clemson University, Automotive Engineering, 2019.

[84] Bénard Q., Fois M., Grisel M., Peel ply surface treatment for composite assemblies: Chemistry and morphology effects, *Compos Part A Appl Sci Manuf*, 2005, **36**, 1562-1568.

[85] Bénard Q., Fois M., Grisel M., Roughness and fibre reinforcement effect onto wettability of composite surfaces, *Appl Surf Sci*, 2007, **253**, 4753-4758.

[86] Bénard Q., Fois M., Grisel M., Laurens P., Joubert F., Influence of the polymer surface layer on the Adhesion of polymer matrix composites, *J Thermoplast Compos Mater*, 2009, **22**, 51-61.

[87] Bénard Q., Fois M., Grisel M., Influence of fibre reinforcement and peel ply surface treatment towards adhesion of composite surfaces, *Int J Adhes Adhes*, 2005, **25**, 404-409.

[88] Kanerva M., Saarela O., The peel ply surface treatment for adhesive bonding of composites: A review, *Int J Adhes Adhes*, 2013, **43**, 60-69.

[89] Prolongo S. G., Gude M. R., Del Rosario G., Ureña A., Surface pretreatments for composite joints: Study of surface profile by SEM image analysis, *J Adhes Sci Technol*, 2010, **24**, 1855-1867.

[90] Buchmann C., Langer S., Filsinger J., Drechsler K., Analysis of the removal of peel ply from CFRP surfaces, *Compos Part B Eng*, 2016, **89**, 352-361.

[91] Deng S., Djukic L., Paton R., Ye L., Thermoplastic-epoxy interactions and their potential applications in joining composite structures - A review, *Compos Part A Appl Sci Manuf*, 2015, **68**, 121-132.

[92] Neto J. A. B. P., Campilho R. D. S. G., Da Silva L. F. M., Parametric study of adhesive joints with composites, *Int J Adhes Adhes*, 2012, **37**, 96-101.

[93] Banea M. D., Da Silva L. F. M., Adhesively bonded joints in composite materials: An overview, *Proc. IMechE Part L J Materials Design and Applications*, 2009, **223**, 1-18.

[94] Jölly I., Schlögl S., Wolfahrt M., Pinter G., Fleischmann M., Kern W., Chemical functionalization of composite surfaces for improved structural bonded repairs. *Compos Part B Eng*, 2015, **69**, 296-303.

[95] Tao R., Alfano M., Lubineau G., In situ analysis of interfacial damage in adhesively bonded composite joints subjected to various surface pretreatments, *Compos Part A Appl Sci Manuf*, 2019, **116**, 216-223.

[96] Tao R., Alfano M., Lubineau G., Laser-based surface patterning of composite plates for improved secondary adhesive bonding, *Compos Part A Appl Sci Manuf*, 2018, **109**, 84-94.

[97] Martínez-Landeros V. H., Vargas-Islas S. Y., Cruz-González C. E., Barrera S., Mourtazov K., Ramírez-Bon R., Studies on the influence of surface treatment type, in the effectiveness of structural adhesive bonding, for carbon fiber reinforced composites, *J Manuf Process*, 2019, **39**, 160-166.

[98] Budhe S., Banea M. D., de Barros S., da Silva L. F. M., An updated review of adhesively bonded joints in composite materials, *Int J Adhes Adhes*, 2017, **72**, 30-42.

[99] Song M. G., Kweon J. H., Choi J. H., Byun J. H., Song M. H., Shin S. J., Effect of manufacturing methods on the shear strength of composite single-lap bonded joints, *Compos Struct*, 2010, **92**, 2194-2202.

[100] Araújo H. A. M., Machado J. J. M., Marques E. A. S., da Silva L. F. M., Dynamic behaviour of composite adhesive joints for the automotive industry, *Compos Struct*, 2017, **171**, 549-561.

[101] Ebnesajjad S., *Handbook of Adhesives and Surface Preparation*, 1st ed., Elsevier Inc., USA, 2011.

[102] Hou M., Thermoplastic Adhesive for Thermosetting Composites, *Mater Sci Forum*, 2012, **706-709**, 2968-2973.

[103] Rudawska A., *Surface Treatment in Bonding Technology*, 1st ed., Academic Press; USA, 2019.

[104] Davis M., Bond D., Principles and practices of adhesive bonded structural joints and repairs, *Int J Adhes Adhes*, 1999, **19**, 91-105.

[105] DeVries K. L., Adams D. O., Mechanical Testing of Adhesive Joints, Editors: Dillard D. A., Pocius A. V., *Adhes. Sci. Eng.*, Elsevier, Netherlands, 193-234, 2002.

[106] Pisanu L., Santiago L. C., Barbosa J. D. V., Beal V. E., Nascimento M. L. F., Strength shear test for adhesive joints between dissimilar materials obtained by multicomponent injection, *Int J Adhes Adhes*, 2018, **86**, 22-28.

[107] Huang C., Chen M., Yang W., Chang K., Tseng S., Investigation on warpage and its behavior in sequential overmolding, *ANTEC 2007 Plastics: Annual Technical Conference*, Cincinnati, Ohio, USA, 2007.

[108] Kanerva M., Sarlin E., Hoikkanen M., Rämö K., Saarela O., Vuorinen J., Interface modification of glass fibre-polyester composite-composite joints using peel plies, *Int J Adhes Adhes*, 2015, **59**, 40-52.

[109] Millot C., Fillot L. A., Lame O., Sotta P., Seguela R., Assessment of polyamide-6 crystallinity by DSC: Temperature dependence of the melting enthalpy, *J Therm Anal Calorim*, 2015, **122**, 307-314.

[110] Mullin J. W., *Crystallization*, Fourth Ed., Butterworth-Heinemann, Oxford, 2001.

[111] Liang J., Xu Y., Wei Z., Song P., Chen G., Zhang W., Mechanical properties, crystallization and melting behaviors of carbon fiber-reinforced PA6 composites, *J Therm Anal Calorim*, 2013, **115**, 209-218.

[112] Klata E., Borysiak S., Van de Velde K., Garbarczyk J., Krucińska I., Crystallinity of polyamide-6 matrix in glass fibre/polyamide-6 composites manufactured from hybrid yarns, *Fibres Text East Eur*, 2004, **12**, 64-69.

[113] Young C., Predicting Practical Properties of Unfilled and Filled Adhesives From Thermomechanical Data, *CCI Symposium ICC*, Ottawa, Canada, 2011.

[114] Menczel J. D., Prime R. B., *Thermal Analysis of Polymers: Fundamentals and Applications*, John Wiley & Sons Inc, New Jersey, 2008.

[115] Li C., Dickie R. A., Morman K. N., Dynamic mechanical response of adhesively bonded beams: Effect of environmental exposure and interfacial zone properties, *Polym Eng Sci*, 1990, **30**, 249-255.

[116] Causse N., Quiroga Cortes L., Dantras E., Tonon C., Chevalier M., Combes H., et al, New bonded assembly configuration for dynamic mechanical analysis of adhesives, *Int J Adhes Adhes*, 2013, **46**, 1-6.

[117] Brinson H. F., Dickie R. A., Debolt M. A., Measurement of Adhesive Bond Properties Including Damage by Dynamic Mechanical Thermal Analysis of a Beam Specimen, *J Adhes*, 1995, **55**, 17-30.

[118] Swaminathan G., Shivakumar K., A Re-examination of DMA testing of polymer matrix composites, *J Reinf Plast Compos*, 2009, **28**, 979-994.

[119] Ourahmoune R., Salvia M., Mechanical properties of light weight hybrid thermoplastic based composites, *DYNCOMP'2015 International Conference on Dynamics of Composites,* Aries, France, 2015.

[120] Guo Y., Li Y., Wang S., Liu Z. X., Cai B., Wang P. C., Effect of silane treatment on adhesion of adhesive-bonded carbon fiber reinforced nylon 6 composite, *Int J Adhes Adhes*, 2019, **91**, 102-115.

[121] Afendi M., Three-Point Bending Fracture Test of Epoxy Adhesive-bonded Dissimilar Materials, Yüksek Lisans Tezi, University of Tsukuba, Graduate School of Systems and Information Engineering, Tsukuba, Japonya, 2008.

[122] Calvez P., Bistac S., Brogly M., Richard J., Verchère D., Mechanisms of interfacial degradation of epoxy adhesive / galvanized steel assemblies: Relevance to durability, *J Adhes*, 2012, **88**, 145-170.

[123] Greenhalgh E. S., *Failure analysis and fractography of polymer composites*, Woodhead Publishing, London, 2009.

EKLER

EK -A Teknik Terimler Dizini

Additive manufacturing: Katmanlı üretim
Adhesion: Adhezyon
Adhesive bonding: Yapıştırmalı bağlantı
Adhesive fillet: Yapıştırıcı köşe
Amplitude: Genlik / yükseklik
Blow molding: Üflemeli kaplama
Braid: Örgü, lif ya da tovdan yapılan iplik örgüsü
Brittle: Gevrek
Bolt: Civata
Bushing: Burç
Calendaring: Perdahlama
Capillarity: Kılcallık
Capillary action: Kılcal hareket
Carbon Fiber Reinforced Composite: Karbon elyaf takviyeli kompozit
Carbonization: Karbonlaştırma
CB: Karbon siyahı
CF: Karbon elyaf
Change of slope: Eğimin değiştiği nokta
Chopped fiber: Kırpılmış elyaf
Chopped strand: Kısa iplik
Co-bonding: Birlikte bağlantı
Cohesion: Kohezyon
Cold plasma: Soğuk plazma
Compressin molding: Basınçla kalıplama / Hazır kalıplama
Contraction: Kasılma
Corona discharge: Korona deşarj
Cure cycle: Kür çevrimi
Curve: Eğri
Damping: Sönümleme
Debonding energy: Ayrılma enerjisi
Differential thermal: Diferansiyel termal (ısıl)
Dissipation: Enerji kaybı
Displacement: Yerdeğiştirme
Double cantilever beam: Çift dirsekli kiriş
Double strap joint: Çift tesirli bindirme bağlantı
Drawing temperature: Çekme sıcaklığı
Drilling hole: Delme deliği
Ductile: Sünek
Elastic trough: Elastik oluk
Extrusion: Ekstrüzyon
Fabric: Kumaş
Felt mat: Keçe halı
Filament: Lif, filaman
Filament winding: Filaman sarma
Fixation: Kimyasal sabitleme
Flexural strength: Eğme mukavemeti
Floor pan: Taban sacı

Fusion bonding: Ergitme kaynağı
Graphitization: Grafitleştirme
Hand lay-up: Elle yatırma
Hot melt: Sıcak eriyik
Hybrid composite: Hibrit kompozit
Hyrid structure: Hibrit yapı
Injection molding: Enjeksiyon kalıplama
Inside taper: Konik iç
Joining: Birleştirme, bağlantı
Linear: Doğrusal
Mat: Hasır
Matrix: Matris
Mechanical fastening: Mekanik bağlantı
Milled fiber: Öğütülmüş elyaf (toz)
Modulus: Modül
Monocoque: Monokok
Non-linear: Doğrusal olmayan
Overlap: Üst üste binme
Overlap length: Bindirme uzunluğu
Overmolding: Üzerine enjeksiyon
Paper: Kağıt
Particle: Parçacık
Peel ply: Soyma kumaşı
Peel stress: Soyma gerilmesi
Pitch based: Katran esaslı
Precursor: Öncül madde
Prepreg: Ön reçinelenmiş kompozit, karbon elyaftan oluşan yarı sertleştirilmiş tabaka şeklinde ara ürün, prepreg
Prepreg draping: Prepreg kaplama
Pulp: Pulpa
Pultrusion: Profil çekme / pultruzyon
Reversible: Tersinir
Rivet: Perçin
Roving: Fitil
Scarf joint: Eğik bağlantı
Secondary bonding: İkincil bağlantı
Semi-interpenetrating: Yarı iç içe giren
Shadow image: Gölge görüntü
Shear stress: Kayma / kesme gerilmesi
Single lap: Tek tesirli bindirme
Sizing: Kaplama (Fonksiyonel grupların yüzeye bağlanması için)
Spray-up: Püskürtme
Stabilization: Dengeleme
Staple yarn: Kesikli iplik, kesik liflerden eğirilen iplik
Staple: Liflenmiş
Stepped joint: Basamaklı bağlantı
Stiffness: Dirilik / rijitlik
Strain: Gerinim
Strand: İplik

Stress relaxation: Gerilim gevşemesi
Stress: Gerilim
Structural: Yapısal
Structure: Yapı
Substrate: Alt tabaka
Surface ply fiber orientation: Yüzey kat elyafı oryantasyonu
Surface preparation: Yüzey hazırlama
Tangent delta: Tanjant delta, kayıp faktörü
Tensile Strain: Kopmada uzama
Tensile Strength: Kopma dayanımı
Tensile testing: Çekme testi
Tip diameter: Uç çapı
Toughness: Tokluk
Transmission image: İletim görüntüsü
Troughput: Üretim hızı
Vacuum bag molding: Vakum torbalama
Washer: Pul
Wedge: Kama
Welding: Kaynak
Woven fabric: Dokunmuş kumaş

KİŞİSEL YAYINLAR VE ESERLER

[1] Ercan Kalkan M., **Karakaya N.**, Özkoç G., POSS nanoparticles as a potential compatibilizer for Natural Rubber/Butadiene Rubber Blends, *Polymers for Advanced Technologies*, 2020, DOI: 10.1002/pat.4949.

[2] **Karakaya N.**, Papila M., Özkoç G., Overmolded hybrid composites of polyamide-6 on continuous carbon and glass fiber / epoxy composites : ' An assessment of the interface', *Composites Part A*, 2020, 131, DOI: 10.1016/j.compositesa.2020.105771.

[3] Kodal M., **Karakaya N.**, Alchekh Wis A., Özkoç G., Thermal Properties (DSC, TMA, TGA, DTA) of Rubber Nanocomposites Containing Carbon Nanofillers, Editors: Yaragalla S., Kumar Mishra R., Thomas S., Kalarikkal N., Maria H. J., *Carbon-Based Nanofillers and Their Rubber Nanocomposites*, Elsevier, 325-366, 2019.

[4] Ercan Kalkan M., **Karakaya N.**, Kodal M., Özkoç G., Reverse Engineering Methods: "A Focus to the Compositional Analysis of Rubbers in Automotive", *Europe-Africa PPS 2019 Regional Conference*, Pretoria, Güney Afrika, 18 - 21 Kasım 2019.

[5] Ercan Kalkan M., **Karakaya N.**, Kodal M., Özkoç G., Investigation of Mechanical, Dynamic Mechanical and Morphological Properties of NR/BR/POSS Vulcanizates, *Europe-Africa PPS 2019 Regional Conference*, Pretoria, Güney Afrika, 18 - 21 Kasım 2019.

[6] **Karakaya N.**, Papila M., Özkoç G., Study on Interfacial Adhesion of Hybrid Composite Structures, *PPS-35 35th International Conference of the Polymer Processing Society*, İzmir, Türkiye, 26-30 Mayıs 2019.

[7] Ercan Kalkan M., **Karakaya N.**, Özkoç G., The effects of different POSS types on the properties of NR/BR elastomer blends, *PPS-35 35th International Conference of the Polymer Processing Society*, İzmir, Türkiye, 26-30 Mayıs 2019.

[8] Ercan Kalkan M., **Karakaya N.**, Özkoç G., Comparison of different TGA methods on the compositional analysis of rubber vulcanizates, *Rubber Con 2018*, İstanbul, Türkiye, 10-11 Mayıs 2018

[9] **Karakaya N.,** Ersoy O. G., Oral M. A., Gönül T., Deniz V., Effect of different fillers on physical, mechanical & optical properties of styrenic based thermoplastic elastomers, *Polymer Engineering and Science*, 2010, 50, 677-688.

[10] **Karakaya N**., Akar B., A Washer, 2010, EP2244568, *European Patent Office.*

[11] **Karakaya N**., Koç Y., Mert S., A Packaging Element, 2010, TR200906511, *Türk Patent ve Marka Kurumu.*

[12] Mert S., **Karakaya N**., Koç Y., A Packaging Element, 2010, TR200906510, *Türk Patent ve Marka Kurumu.*

[13] Kayıhan A., Kerpiçci H., Oğuz E., **Karakaya N**., Hocaoğlu S., Ersoy O. G., An Oven, 2010, EP2191202, *European Patent Office.*

[14] Taşkın D., Sarıoğlu K., Çelik A., Özdemir A. R., **Karakaya N**., Kodaz T., A Dryer Having a Self Cleaning Lint Filter, 2009, TR20080003082, *Türk Patent ve Marka Kurumu.*

[15] Karşal C., Tanoğlu M., Odabaş S., Ersoy O. G., **Karakaya N.**, Effect of Blending Conditions on the Properties of EPDM/Organoclay Nanocomposites, *ICCM International Conferences on Composite Materials*, Edinburgh, İskoçya, 27-31 Temuz 2009.

[16] **Karakaya N**., Odabaş S., Özkadı F., Oğuz E., A Compressor, 2008, EP1913258, *European Patent Office.*

[17] **Karakaya N.**, Farklı Dolgu Maddelerinin Termoplastik Elastomer Malzemenin Mekanik ve Fiziksel Özelliklerine Etkileri, Yüksek Lisans Tezi, Kocaeli Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kocaeli, 2007, 232687.

ÖZGEÇMİŞ

Nursel KARAKAYA, 1979 yılında Sakarya Hendek'te dünyaya geldi. İlköğrenimini Hendek Cumhuriyet İlkokulu, ortaokul ve lise öğrenimini ise Sakarya Anadolu Lisesi'nde tamamladı. Orta Doğu Teknik Üniversitesi Kimya Mühendisliği'nde 2002 yılında lisans derecesini aldı. Kocaeli Üniversitesi Kimya Mühendisliği'nde 2007 yılında yüksek lisans yaparak Kimya Yüksek Mühendisi ünvanını aldı.

Lisans eğitimi sonrasında 2002 senesinde özel sektörde çalışma hayatına atılan KARAKAYA, ilk 1 yıl TÜBİTAK SAGE'de araştırma mühendisi olarak çalıştı. Daha sonraki yıllarda, 7 yıl süresince Arçelik Ar-Ge Merkezi'nde, yaklaşık 3.5 yıl süreyle Brisa Hammadde Onay ve Laboratuvarlar'da ve 3 yıl süreyle GE Marmara Araştırma Merkezi'nde mühendis olarak görev aldı. Mart 2017'den itibaren Sabancı Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Nano Mühendislik Programı'nda Laboratuvar Uzmanı olarak görevine devam etmektedir.

2012 yılında Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı'nda doktora eğitimine başladı. Araştırmaya önem veren KARAKAYA'nın 6 adet patent başvurusu, uluslararası dergilerde yayınlanmış 3 adet bilimsel makalesi, 1 adet kitap bölümü ve uluslararası kongrelerde yayınlanmış 1 adet konferans bildirisi, 1 adet sözlü sunumu ve 4 adet poster sunumu bulunmaktadır.

Kocaeli'de ikamet etmekte olan KARAKAYA, evli ve 2 çocuk annesidir.