T.C.
SAKARYA UYGULAMALI BİLİMLER ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

PTFE, FEP, PFA GİBİ FLORLU POLİMERLERİN METALİK YÜZEYLERE KAPLANMASI; YAPIŞMAZLIK, AŞINMA, KOROZYON VE ÇİZİLME ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Elif Deniz DÜZENLİ

Enstitü Anabilim Dalı	**:**	**METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ**
Tez Danışmanı	**:**	**Prof. Dr. Hüseyin ÜNAL**

AĞUSTOS 2021

T.C.
SAKARYA UYGULAMALI BİLİMLER ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

PTFE, FEP, PFA GİBİ FLORLU POLİMERLERİN METALİK YÜZEYLERE KAPLANMASI; YAPIŞMAZLIK, AŞINMA, KOROZYON VE ÇİZİLME ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Elif Deniz DÜZENLİ

Enstitü Anabilim Dalı : METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ

Bu tez 18/08/2021 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oybirliği ile kabul edilmiştir.

JÜRİ	BAŞARI DURUMU
Jüri Başkanı: Prof. Dr. Hüseyin ÜNAL	BAŞARILI
Üye: Prof. Dr. Fehim FINDIK	BAŞARILI
Üye: Prof. Dr. Ahmet ÖZEL	BAŞARILI

BEYAN

Tez içindeki tüm verilerin akademik kurallar çerçevesinde tarafımdan elde edildiğini, görsel ve yazılı tüm bilgi ve sonuçların akademik ve etik kurallara uygun şekilde sunulduğunu, kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapılmadığını, başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunulduğunu, tezde yer alan verilerin bu üniversite veya başka bir üniversitede herhangi bir tez çalışmasında kullanılmadığını beyan ederim.

Elif Deniz Düzenli

18/08/2021

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans eğitimim boyunca değerli bilgi ve deneyimlerinden yararlandığım, her konuda bilgi ve desteğini almaktan çekinmediğim, araştırmanın planlanmasından yazılmasına kadar tüm aşamalarında yardımlarını esirgemeyen, teşvik eden, aynı titizlikte beni yönlendiren değerli danışman hocam Prof. Dr. Hüseyin ÜNAL'a teşekkürlerimi sunarım.

Bölüm arkadaşlarımdan eğitim hayatım boyunca desteklerini esirgemeyen Pınar Yolcu'ya çok teşekkür ederim.

Ayrıca hayatım boyunca desteklerini esirgemeyen annem,babam,abime ve varlığı için eşime teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

BEYAN ..... **iii**
TEŞEKKÜR ..... **iv**
İÇİNDEKİLER ..... **v**
KISALTMALAR ..... **vii**
SİMGELER ..... **ix**
TABLOLAR LİSTESİ ..... **x**
ŞEKİLLER LİSTESİ ..... **xi**
ÖZET ..... **xiii**
SUMMARY ..... **xiv**

BÖLÜM 1.
GİRİŞ **15**
1.1. Yapışmaz Kaplamalar 16
1.1.1. Yapışmaz kaplamaların genel kullanım alanları 18
1.1.2. Mutfak gereçlerinde yapışmaz kaplama 19
1.2. Yapışmaz Kaplamaların Formülasyon Malzemeleri 20
1.2.1. Bağlayıcılar 21
1.2.2. Reoloji ajanları 21
1.2.3. Yüzey aktif malzemeler (surfactantlar) 22
1.2.4. Çözücüler 22
1.2.5. pH düzenleyiciler 22
1.2.6. Pigmentler 22
1.2.7. Dolgu malzemeleri 23
1.2.7.1. Alümina (Al_2O_3) 23
1.2.7.2. Silisyum karbür (SiC) 23
1.2.8. Politetrafloroetilen (PTFE) 24
1.2.9. Florlanmış etilen propilen (FEP) 24
1.2.10. Perfloroalkoksi (PFA) 25
1.3. Formülasyon Üretim Yöntemi 26
1.3.1. Karıştırma 26
1.3.2. Öğütme 27
1.4. Formülasyon Uygulama Yöntemi 27
1.4.1. Basınçlı sprey tabancası ile uygulama 27
1.5. Kaplama Yüzey Hazırlığı 28
1.5.1. Kumlama ile yüzey hazırlığı 28

1.6. Kaplama İnceleme Yöntemleri 29
1.6.1. Yüzey pürüzlülüğü ölçümü 29
1.6.2. Taramalı elektron mikroskobu (SEM-EDS) 29
1.6.2.1. Scanning electron microscope (SEM) 29
1.6.2.2. Energy dispersive spectrometry (EDS) 30
1.6.3. Termogravimetrik analiz (TGA) 30
1.6.4. Temas açısı (CA-Contact Angle) 31

BÖLÜM 2.
DENEY MALZEMELERİ VE UYGULANAN DENEYLER 33
2.1. Deney Malzemeleri Ve Yöntem 33
2.1.1. Malzemeler 33
2.1.2. Deneysel yöntem ve formülasyon hazırlığı 33
2.2.Uygulanan Deneyler 34
2.2.1. Aşınma testi 35
2.2.2. Korozyon testi 36
2.2.3. Kareleme testi (Cross Cut) 37
2.2.4.Yumurta testi 38
2.2.5. Süt testi 39
2.2.6. Ketçap testi 40
2.3. Literatür Araştırması 40

BÖLÜM 3.
DENEYSEL SONUÇLAR 47
3.1. Yüzey Pürüzlülüğü Ölçümü 47
3.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM-EDS) 52
3.3. Kaplamaların Termogravimetrik (TGA) Analizleri 63
3.4. Temas Açısı Ölçümleri 67
3.5. Aşınma Testi Sonuçları 71
3.6. Korozyon Testi Sonuçları 72
3.7. Kareleme Testi Sonuçları 73
3.8. Yumurta, Süt ve Ketçap testleri 75

BÖLÜM 4.
SONUÇLAR VE ÖNERİLER 76

KAYNAKLAR 81

KISALTMALAR

3D	: 3 Boyutlu
3M	: Minnesota Mining And Manufacturing
AA	: Alüminyum Alaşımı
AFM	: Atomik Kuvvet Mikroskobu
Ag	: Gümüş
Al2O3	: Alümina
ASE	: Alkali Swellable Emulsion
ASTM	: International American Society For Testing And Materials
C	: Karbon
CA	: Contact Angle
CNT	: Karbon Nanotüp
CTFE	: Klorotrifloro Etilen
E-CTFE	: Etilen-Klorotrifloro Etilen
EDS	**:** Energy Dispersive Spectrometry
ETFE	: Etilen-Tetrafloro Etilen
FEP	: Florlanmış Etilen Propilen
FTIR	: Fourier Transform Infared Spektroskopisi
HASE	: Hydrophobically Modified Alkali Soluble Emulsion
HEC	: Hidroksietil Selüloz
HEUR	: Hydrophobically Modified Ethylene Oxide Urethane
HLD	: Hidrofil-lipofil
HMPE	: Hydrophobically Modified Etoxylated Polyether
ISO	: International Organization for Standardization
PAI	: Poliamid/imid
PTFE	: Politetrafloroetilen
PVDF	: Polivinilidin Florür

PVF : Polivinil Florür

SEA : Small Electrical Appliances

SEM : Scanning Electrone Microscope

SiC : Silisyum Karbür

SiO2 : Silisyum Oksit

TGA : Termogravimetrik Analiz

THV : Tetrafloroetilen Terpolymer, Altıgenopropilen Ve Vinilidin Florür

XRD : X-Işını Difraktometresi

SİMGELER

%	: Yüzde simgesi
°	: Açı derecesi
°C	: Celcius
°F	: Fahrenheit
µm	: Mikrometre
bar	: Basınç birimi
cm	: santimetre
DC	: Doğru akım
dk	: Dakika
g/cm3	: Özgül ağırlık birimi
m/sn	: Hız birimi
mg	: Miligram
mm	: Milimetre
MPa	: Mega Pascal
pH	: Asit bazik dengesi
Ra	: Pürüzlülük değerlerinin aritmetik ortalama sapması
Rp	: Pürüzlülük profilinde, bir numune uzunluğu içinde profilin ortalama çizgiden en yüksek noktasının yüksekliği
Rt	: Tüm ölçüm uzunluğu için maksimum yükseklik ile maksimum derinliğin toplamı
Rv	: Ölçüm alınan noktanın en derin olanı
Rz	: Ölçüm alınan 5 en yüksek, 5 en alçak noktanın toplamı
rpm	: Aşınma cihazı hız birimi

TABLOLAR LİSTESİ

Tablo 1. 1 : Kaplamalarda kullanılan homofloro-polimerlerin mekanik özellikleri.. 19
Tablo 1. 2 : Kaplamalarda kullanılan kloro-polimerlerin mekanik özellikleri. 19
Tablo 1. 3 : Karışım tiplerinin sınıflandırılması..... 26
Tablo 2. 1 : Kaplamada kullanılan üst katmanın kimyasal kompozisyonu..... 34
Tablo 2. 2 : Kareleme testi bant yapışma derecesi değerlendirme tablosu. 37
Tablo 3. 1 : PTFE kaplanmış numunenin 2D yüzey pürüzlülük değerleri..... 49
Tablo 3. 2 : FEP kaplanmış numunenin 2D yüzey pürüzlülük değerleri. 50
Tablo 3. 3 : PFA kaplanmış numunenin 2D yüzey pürüzlülük değerleri..... 51
Tablo 3. 4 : PTFE, FEP, PFA kaplanmış numunelerinin değerlerinin irdelenmesi... 51
Tablo 3. 5 : PTFE kaplanmış numunenin 1 numara ile gösterilen PTFE kaplamanın EDS analizi sonuçları. 54
Tablo 3. 6: PTFE kaplanmış numunenin 2 numara ile gösterilen kaplamanın EDS analizi sonuçları. 55
Tablo 3. 7 : PTFE kaplanmış numunenin 3 numara ile gösterilen kaplamanın EDS analizi sonuçları. 56
Tablo 3. 8 : PTFE kaplanmış numunenin 4 numara ile gösterilen kaplama ve altlığın EDS analizi sonuçları..... 57
Tablo 3. 9 : PTFE kaplanmış numunenin 5 numara ile gösterilen alüminyum altlık malzemenin eds analizi sonuçları. 58
Tablo 3. 10 : FEP kaplanmış numunenin 1 numara ile gösterilen FEP kaplamanın EDS analizi sonuçları. 58
Tablo 3. 11 : FEP kaplanmış numunenin 2 numara ile gösterilen FEP kaplamanın EDS analizi sonuçları. 59
Tablo 3. 12 : FEP kaplanmış numunenin 3 numara ile gösterilen kısmen FEP kaplamanın EDS analizi sonuçları. 60
Tablo 3. 13 : FEP kaplanmış numunenin 4 numara ile gösterilen alüminyum altlık malzemenin EDS analizi sonuçları. 61
Tablo 3. 14 : PFA kaplanmış numunenin 1 numara ile gösterilen PFA kaplamanın EDS analizi sonuçları 61
Tablo 3. 15 : PFA kaplanmış numunenin 2 numara ile gösterilen kaplamanın EDS analizi sonuçları 62
Tablo 3. 16 : PFA kaplanmış numunenin 3 numara ile gösterilen Alüminyum altlık malzemenin EDS analizi sonuçları. 63
Tablo 3. 17 : Kaplama numunelerinin kareleme test sonuçları..... 74

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 1. 1 : PTFE kimyasal bağ yapısı. 24
Şekil 1. 2 : FEP kimyasal bağ yapısı. 25
Şekil 1. 3 : PFA kimyasal bağ yapısı. 26
Şekil 1. 4 : KLA Tencor P6 yüzey profilometresi cihazı. 29
Şekil 1. 5 : FEI Quanta FEG 450 SEM-EDS cihazı. 30
Şekil 1. 6 : TGA cihazı görünümü. 31
Şekil 1. 7 : Temas açısı ölçüm cihazı. 31
Şekil 2. 1 : Deney yöntem şeması. 33
Şekil 2. 2 : Yapışmaz kaplama deneysel yöntemler şeması. 35
Şekil 2. 3 : Aşınma test örneği. 36
Şekil 2. 4 : Korozyon test örneği. 36
Şekil 2. 5 : Kareleme test cihazı. 38
Şekil 2. 6 : Yumurta testi örneği. 39
Şekil 2. 7 : Süt testi örneği. 39
Şekil 2. 8 : Ketçap testi örneği. 40
Şekil 3. 1 : PTFE kaplanmış numunenin 3D yüzey pürüzlülük görünümü. 48
Şekil 3. 2 : PTFE kaplanmış numunenin 2D yüzey pürüzlülüğü. 49
Şekil 3. 3 : FEP kaplanmış numunenin 3D yüzey pürüzlülük görünümü. 49
Şekil 3. 4 : FEP kaplanmış numunenin 2D yüzey pürüzlülüğü. 50
Şekil 3. 5 : PFA kaplanmış numunenin 3D yüzey pürüzlülük görünümü. 50
Şekil 3. 6 : PFA kaplanmış numunenin 2D yüzey pürüzlülüğü. 51
Şekil 3. 7 : PTFE kaplanmış numunenin yüzey ve kesit görünümü. 52
Şekil 3. 8 : FEP kaplanmış numunenin yüzey ve kesit görünümü. 53
Şekil 3. 9 : PFA kaplanmış numunenin yüzey ve kesit görünümü. 53
Şekil 3. 10 : PTFE kaplanmış numunenin 1 numara ile gösterilen PTFE kaplamanın SEM görüntüsü ve EDS analizi. 54
Şekil 3. 11 : PTFE kaplanmış numunenin 2 numara ile gösterilen kaplamanın SEM görüntüsü ve EDS analizi. 55
Şekil 3. 12 : PTFE kaplanmış numunenin 3 numara ile gösterilen kaplamanın SEM görüntüsü ve EDS analizi. 56
Şekil 3. 13 : PTFE kaplanmış numunenin 4 numara ile gösterilen kaplama ve altlığın SEM görüntüsü ve EDS analizi. 57
Şekil 3. 14: PTFE kaplanmış numunenin 5 numara ile gösterilen Alüminyum altlık malzemenin SEM görüntüsü ve EDS analizi. 57
Şekil 3. 15 : FEP kaplanmış numunenin 1 numara ile gösterilen FEP kaplamanın SEM görüntüsü ve EDS analizi. 58
Şekil 3. 16 : FEP kaplanmış numunenin 2 numara ile gösterilen FEP kaplamanın SEM görüntüsü ve EDS analizi. 59

Şekil 3. 17 : FEP kaplanmış numunenin 3 numara ile gösterilen FEP kaplamanın SEM görüntüsü ve EDS analizi..... 60
Şekil 3. 18 : FEP kaplanmış numunenin 4 numara ile gösterilen Alüminyum altlık malzemenin SEM görüntüsü ve EDS analizi..... 60
Şekil 3. 19 : PFA kaplanmış numunenin 1 numara ile gösterilen PFA kaplamanın SEM görüntüsü ve EDS analizi..... 61
Şekil 3. 20 : PFA kaplanmış numunenin 2 numara ile gösterilen kaplamanın SEM görüntüsü ve EDS analizi..... 62
Şekil 3. 21: PFA kaplanmış numunenin 3 numara ile gösterilen Alüminyum altlık malzemenin SEM görüntüsü ve EDS analizi. 63
Şekil 3. 22 : Termogravimetrik analiz cihazı. 64
Şekil 3. 23 : PTFE termogravimetrik analizi. 65
Şekil 3. 24 : FEP termogravimetrik analizi. 66
Şekil 3. 25 : PFA termogravimetrik analizi. 67
Şekil 3. 26 : %50 PTFE formülasyonlu kaplamanın temas açı ölçüm cihazında görünümü. 68
Şekil 3. 27 : %50 FEP formülasyonlu kaplamanın temas açı ölçüm cihazında görünümü. 68
Şekil 3. 28 : %50 PFA formülasyonlu kaplamanın temas açı ölçüm cihazında görünümü. 69
Şekil 3. 29 : %50 PTFE formülasyonlu kaplamanın zamana bağlı temas açı ölçüm değerleri. 70
Şekil 3. 30 : %50FEP formülasyonlu kaplamanın zamana bağlı temas açı ölçüm değerleri. 70
Şekil 3. 31 : %50PFA formülasyonlu kaplamanın zamana bağlı temas açı ölçüm değerleri. 71
Şekil 3. 32 : Floropolimerlerin zamana bağlı temas açı ölçüm değerleri karşılaştırması. 71
Şekil 3. 33 : Aşınma test cihazı ve örnek test numunesi. 72
Şekil 3. 34 : Korozyon testi numune görselleri. 73
Şekil 3. 35 : Örnek kareleme test numuneleri. 74

PTFE, FEP, PFA GİBİ FLORLU POLİMERLERİN METALİK YÜZEYLERE KAPLANMASI; YAPIŞMAZLIK, AŞINMA, KOROZYON VE ÇİZİLME ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

ÖZET

Flor esaslı polimer kaplamaların kullanımı son yıllarda oldukça önem kazanmıştır. Özellikle mutfak eşyalarının kaplanmasında florlu polimerlere olan ilgiyi daha da arttırmıştır. Bu deneysel çalışma, mutfak eşyalarının flor esaslı polimerlerle kaplanmasında en uygun kaplama malzemesi seçimini belirlemek için yapılmıştır. Bu amaçla birbirinden farklı üç floropolimer esaslı kaplama malzemesi kullanılmıştır. Bunlar, politetrafloroetilen (PTFE), florlanmış etilen propilen (FEP) ve perfloralkoksi (PFA) polimerleridir. Ara kaplama olarak poliamid imid (PAI) polimer kullanılmıştır. Kaplama taban malzemesi olarak ise alüminyum altlık kullanılmıştır. Alüminyum altlık üzerine basınçlı sprey püskürtme metodu ile kaplama işlemi gerçekleştirilmiştir. Kaplama yüzeylerinin mekanik ve fiziksel özellikleri incelenmiştir. Yüzey pürüzlülüğü ölçümü, termal analiz için termogravimetrik analiz (TGA), yüzey incelemeleri için taramalı elektron mikroskop (SEM-EDS), temas açısı ölçümleri (CA), aşınma testi, korozyon testi, kareleme testi, yumurta testi, süt testi ve ketçap testi yapılmıştır. Aşınma testi deney sonuçlarına göre en iyi aşınma direnci sırasıyla PTFE, FEP ve PFA olarak belirlenmiştir. Korozyon testleri sonucunda ise en iyi korozyon direnci sırasıyla PTFE, PFA ve FEP polimer kaplamalarda elde edilmiştir. Kareleme testi sonucunda ise bantın kaplama yüzeyine yapışma derecesine göre tüm floropolimer esaslı kaplamalar için ASTM 5B standardı olarak belirlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Kaplama, PTFE, FEP, PFA, aşınma

FLOORED POLYMERS SUCH AS PTFE, FEP, PFA COATING ON METALLIC SURFACES; INVESTIGATION OF FEATURES SUCH AS NON-STICK, WEARING, CORROSION, SCRATCHING

SUMMARY

The use of fluorine-based polymer coatings has gained importance in recent years. Especially in the coating of kitchenware, the interest in fluorinated polymers has increased even more. This experimental study was carried out to determine the most suitable choice of coating material for coating utensils with fluorine-based polymers. For this purpose, three different fluoropolymer-based coating materials were used. These are polytetrafluoroethylene (PTFE), fluorinated ethylene propylene (FEP), and perfluoroalkoxy (PFA) polymers. Polyamide-imide (PAI) polymer was used as the intermediate coating. An aluminum substrate was used as the coating base material. The coating process was carried out on the aluminum substrate with the pressurized spray method. The mechanical and physical properties of the coating surfaces were investigated. Surface roughness measurement, thermogravimetric analysis (TGA) for thermal analysis, scanning electron microscope (SEM-EDS) for surface examinations, contact angle measurements (CA), abrasion test, corrosion test, square test, egg test, milk test, and ketchup test were performed. According to the wear test test results, the best wear resistance was determined as PTFE, FEP, and PFA, respectively. As a result of corrosion tests, the best corrosion resistance was obtained in PTFE, PFA, and FEP polymer coatings, respectively. As a result of the squaring test, it was determined as the ASTM 5B standard for all fluoropolymer-based coatings according to the degree of adhesion of the tape to the coating surface.

Keywords: Coating, PTFE, FEP, PFA, abrasion

BÖLÜM 1. GİRİŞ

Floropolimerler, düşük sürtünme katsayısı, düşük yüzey gerilimi, yağ ve su iticilik, yapışmazlık ve kirlilik önleyici özellikler gibi benzersiz özelliklerinin yanı sıra olağanüstü termal ve kimyasal kararlılık gibi ek avantajları nedeniyle fonksiyonel kaplama uygulamalarında kullanılmaktadır (Munekata, 1988; Simons, 1964). Flor atomlarının polarize edilme zorluğu sebebiyle moleküller arası kuvvet, floropolimerlerin düşük yüzey gerilimi ile sonuçlanabilmektedir (Kissa, 1993). Yüzey kaplamalarda en büyük avantajlardan biri ise korozyon direnci sağlamaktır. Su ve oksijen korozyon oluşmasına neden olan iki bileşendir. Bu sebeple polimerlerin kaplama yüzeylerinde korozyona karşı bariyer görevi yapabilmesi avantaj sağlamaktadır. Aynı zamanda geleneksel polimerler olarak bahsedilebilen hidroksil,ester,amid vb. gibi polar gruplar, kaplama yüzeyinde oluşturdukları etkileşim sayesinde yüzeyin ıslanabilirliğini azaltarak kaplama ömrünü uzatabilmektedir (Çanak Çakır, 2012; Elias, 1977).

Floropolimerler hayatımızda başta mutfak olmak üzere birbirinden farklı geniş bir kullanım alanına sahip plastik bir maddedir. Mutfak gereçlerinde adı herkesin bildiği gibi teflon olarak adlandırılmaktadır.

Teflonun mutfak gereçleriyle hayatımıza girişinin tarihçesi incelendiğinde; ilk olarak atom bombası ve uzay çalışmaları gibi alanlarda kullanımına başlanmıştır. 6 Nisan 1938 tarihinde Du Pont firmasında çalışan Dr. Roy J. Plunkett adlı bir kimyacı tarafından tesadüfi keşfedilmiştir. General Motors firması bir buzdolabı firması satın alarak bu piyasada herkesin bildiği isimle Frigidaire hatta Türkiye'de bilinen adıyla Frijider markasını kurmuş ve üretime geçmiştir. Buzdolabının ihtiyacına yönelik soğutucu olarak propan, amonyak ve kükürt dioksit kullanırken bu maddelerin zararlı olması sebebiyle freon adı verilen yeni bir madde kullanımına ihtiyaç duyulmuştur. Du Pont firmasına yeni maddeler geliştirme fikri ile freon tanıtılarak, buzdolabı üretiminde kullanılmak üzere yeni soğutucu maddeler üretimi için araştırmalar başlamıştır. Freon tetrafloroetilen ile tuz

ruhu olarak bilinen hidroklorik asitin birleşiminden oluşmaktadır. Teflon keşfi bu maddenin daha sonra kullanılmak üzere çelik bir tüple saklanmasının ardından tüpü kullanabilmek için açtıklarında içinden gaz yerine toz çıkışı gördüklerinde meydana gelmiştir. Tozun ele yapışmayarak kayganlaşması ve yüksek sıcaklıklara dayanıklı olması sebebiyle plastik bir madde olduğu tahmini ile keşfedilmiştir. Atom bombasındaki kullanımı conta yapımında kullanılarak bu noktada devreye girmiştir. Seneler sonra fırınlarda ekmek kalıbına teflon kaplanarak kullanımına başlanmış ardından haberlere konu olmasından sonra fransız bir mühendis olan Gregoire teflonun evlerde hayatımıza girebilmesini sağlamak amacıyla alüminyum tava ve tencerelerin kaplanabilmesini gerçekleştirmiştir. O günün şartlarında yüzeyi asitle aşındırarak mikro gözenekler oluşmasını sağlayarak yüzeye toz teflon sürdükten sonra fırında ısıl işlemle yüzey kaplanmasını sağlamıştır. TEFAL markası Gregoire tarafından teflon ve alüminyum yüzey kaplaması işleminden sonra meydana gelmiştir (URL-1, 2021).

Diğer çalışmalardan farklı olarak bu çalışmada, alüminyum metal bir altlık üzerine yapılan kaplamanın mutfak gereçlerinde kullanımı için mekanik ve fiziksel özelliklerinin incelenebilmesi adına kaplamalı yüzeyler termogravimetrik analiz cihazı ve taramalı elektron mikroskobuyla incelemeye, aşınma, korozyon, kareleme testlerine tabii tutulmuştur. Ayrıca temas açısının ölçümü, yüzey pürüzlülüğü ölçümü, yumurta, süt, ketçap testleriyle gözle kontrol irdelenmiştir. Mutfak ekipmanı olarak kullanılabilmesi amaçlanan kaplama yüzeylerine, birbirinden farklı kimyasal içeriği hazırlanan üç ayrı floropolimer yardımıyla alüminyum metal altlık üzerine basınçlı sprey tabancası ile astar ve üst kat olmak üzere iki kat florlu polimer kaplama formülasyonu uygulanmıştır. Bu sayede mutfak ekipmanlarında kaplama yapılırken en çok kullanılan, maddi olarak ayrıca avantaj sağlayan floropolimerlerin seçim kolaylığı sağlanması amaçlanmıştır.

1.1. Yapışmaz Kaplamalar

Yapışmaz kaplamalarda, kimyasal ortam ve yüksek sıcaklık gibi özelliklere ihtiyaç duyulmaktadır. Bu ihtiyacı floropolimerler giderebilmektedir (Lancia ve diğ., 2002; Vecellio, 2000). Dolayısıyla yapışmaz kaplamalara polimer bazlı kaplamalarda denilebilmektedir. Yapışmaz kaplamalar 5 ana malzemeden meydana gelmektedir. Bunlar; bağlayıcılar (reçine), pigmentler (renk verici kimyasal), florlu polimerler (PTFE-FEP-PFA gibi), taşıyıcılar (su veya çözücü kimyasallar) ve katkılardır (Fluoropolymer,

1993). Kaplamalarda kullanılan politetrafloroetilen, florlanmış etilen propilen, perfloroalkoksi veya silikon gibi malzemeler nemi tutamama ve yanmama özelliğine sahiptirler. Yapışmaz kaplamalar tek kat veya birden fazla olmak üzere istenilen herhangi bir altlığa uygulanabilmektedir. Örnek verilecek olursa metal enjeksiyon döküm, levha alüminyum, sac, paslanmaz çelik parçalar, tahta ve plastiklerdir. Yapışmaz kaplamaların sağladığı en iyi özellik yapışmazlıktır (Bozan ve diğ., 2014). Yapışmaz kaplamaların özellikleri aşağıdaki gibi maddelenmektedir.

a) Yapışmazlık özelliği: Yapışmaz özelliğini kazandıran maddeler floropolimer esaslı malzemelerdir ve düşük sürtünme katsayısına sahiptirler. Bu sayede süperhidrofobiklik kazandırmaktadırlar.
b) Islanmazlık: Yapışmaz kaplamalar sayesinde yağı sevmeyen (oleofobik) yüzey elde edilebilmektedir. Bu sayede yüzeyler kolay hatta mükemmel şekilde temizlenebilme özelliği kazanmaktadır.
c) Düşük sürtünme katsayısı: Yapışmaz kaplamaların sürtünme katsayısı uygulanan yüke, kayma hızına ve az da olsa kullanılan yapışmaz kaplama türüne bağlıdır. Katsayı değeri genel olarak 0,05 ile 0,20 arasında belirlenebilmektedir.
d) Kimyasal inertlik: Kimyasal maddelere karşı yüksek dayanım ve direnç sağlamaktadırlar. Yalnızca floropolimer esaslı endüstriyel kaplamalarda erimiş alkali metaller ve yüksek reaktif flor katkıları kimyasal inertliği etkilemektedir (Rivier, 1993).
e) Yüksek korozyon dayanımı: Kimyasal inertlik ve yalıtkan olmaları sebebiyle korozif ortamlarda dahi korozyon direnci çok yüksek yapışmaz kaplamalardır (Rivier, 1993).
f) Yağlayıcılık özelliği: Yapışmaz kaplamalarda kullanılan florlu polimerler arasında özellikle PTFE kendinden yağlayıcılık kazandırmaktadır (Rivier, 1993).
g) Geniş sıcaklık aralıklarında özelliğini koruma: Genel olarak yapışmaz kaplamalar fiziksel özelliklerinde değişiklik meydana gelmeden geniş sıcaklık aralıklarında kullanılabilmektedirler.
h) Yüksek dielektrik mukavemeti: Bu özelliği sayesinde yalıtkan özelliğe sahip yapışmaz kaplamalar üretilebilmektedir (Godec, 2006).
i) Esneklik: Hareketli yüzeylere dahi uygulanabilmesi sebebiyle otomotiv sanayisinde de yüksek bir kullanım oranına sahiptir.

j) Yanmama özelliği: Yapışmaz kaplamalar, kullanılan malzemelerle yakıldıklarında yanmamaktadır (Akıncı ve diğ., 2003; Bozan ve diğ., 2014).

1.1.1. Yapışmaz kaplamaların genel kullanım alanları

Florlu polimerlerin çok düşük yüzey enerjisine sahip olduğu yapılan en yakın araştırmalar sonucunda belirlenmiştir dolayısıyla kaplamalar, yapıştırıcılar ve bunun gibi çeşitli ticari uygulamalar genel kullanım alanları haline gelmiştir (Imae, 2003). Florlu polimerlerin kaplama uygulamaları incelendiğinde hidrofobiklik ve hava direnci özelliklerinin iyi olması sebebiyle mimari ve deri metal gibi çeşitli alanlarda da kullanımı mevcuttur. Halk dilinde teflon olarak bilinen, kullanım sıklığı en yüksek denilebilen politetrafloroetilen veya polivinilidin florür (PVDF) polimerlerinin kullanım alanı daha dardır. Bunun sebebi yüksek kristallenme derecelerine sahip olmalarıdır, çözücü içinde çözünememektedirler (Inceoglu ve diğ., 2004). Kaplamalar hidrofilik ve hidrofobik olarak ayrı ele alındığında, buzlanmayı önlemek için yapılan uygulamalarda hidrofobik kaplamaların kullanımının daha dayanıklı ve iyi olduğu gözlemlenmektedir (Bakar, 2013; Tang ve diğ., 2004). Flor esaslı polimer kaplamalar, flor atomlarına doyurulmuş uzun, düz bir karbon (C) zincirinden meydana gelen moleküler yapılardır. Atomlar arası kuvvetli bağlar nedeniyle inert özelliklere sahiptirler. Floropolimerler düşük sürtünme katsayısı sebebiyle aşınma direncine ve kimyasal dirence sahip malzemelerdir aynı zamanda yapışmazlık özelliğine sahiptir. Floropolimerler diğer polimer çeşitlerine göre daha yüksek ve geniş sıcaklık çalışma aralığı sayesinde birçok farklı sektörde kullanım kolaylığı sağlamaktadır. Yüksek performanslı bu polimer reçineli yapışmaz kaplamalar; pişirme ürünlerinde, endüstriyel mutfak ekipmanlarında uluslararası standartlara uygun halde üretilerek uygulanabilen ürünlerdir. Yüzeye doğrudan uygulanan kaplama, yüksek sıcaklıklarda fırınlarda pişirilmektedir. Nihai hale getirilen ürünler dayanıklı ve yapışmaz yüzeye sahip halde bulunmaktadır (URL-2, 2021). Tablo 1.1 ve Tablo 1.2'de verilen floropolimerler diğer paragraflarda anlatıldığı üzere genel kullanılan çeşitlerinin mekanik özellikleri, incelenmesi için belirtilmiştir (McKeen, 2006). Tabloda yer alan, International American Society for Testing and Materials (ASTM), ASTMD792 plastiklerin özgül ağırlığı ve yoğunluğunu, ASTM D638 çekme dayınım testini, ASTM D790 eğilme testini, ASTM D621 deformasyon testini ifade etmektedir.

Tablo 1. 1 : Kaplamalarda kullanılan homofloro-polimerlerin mekanik özellikleri.

Özellik	**Test**	**PTFE**	**PVDF**	**PVF**	**CTFE**
Çekme Mukavemeti, MPa	ASTM D792	2.14-2.22	1.78	1.37-1.39	2.1-2.18
Kopma Uzaması, %	ASTM D638	20-35	31-52	55-100	31-41
Çekmedeki Elastiklik Modülü, MPa	ASTM D638	300-550	500-250	90-250	80-250
Eğilme Mukavemeti, MPa	ASTM D638	550	1040-2070	2100-2600	1300-1800
Eğmedeki Elastiklik Modülü MPa	ASTM D790	Bozulma Yok	45-74	-	-
Statik Sürtünme Katsayısı	ASTM D790	340-620	1140-2240	1400	1600
Çekme Mukavemeti, MPa	ASTM D621	0.1	0.2-0.4	-	-

Tablo 1. 2 : Kaplamalarda kullanılan kloro-polimerlerin mekanik özellikleri.

Özellik	**Test**	**FEP**	**PFA**	**ETFE**	**E-CTFE**	**THV**
Özgül ağırlık, g/cm^3	ASTM D792	2.15	2.15	1.71	1.68	1.95-1.98
Çekme Mukavemeti, MPa	ASTM D638	20-28	20-26	45	48	23-24
Kopma Uzaması, %	ASTM D638	300	300	150-300	200	500-600
Çekmedeki Elastiklik Modülü, MPa	ASTM D638	345	276	327	1400-1600	-
Eğilme Mukavemeti, MPa	ASTM D790	Bozulma Yok	-	38	-	-
Eğmedeki Elastiklik Modülü MPa	ASTM D790	655	551	1034-1171	2000	83-207
Statik Sürtünme Katsayısı	ASTM D621	0.2	0.2	0.4	-	0.8

1.1.2. Mutfak gereçlerinde yapışmaz kaplama

Mutfak gereçleri, konu pişirme olduğu için farklı kullanım özelliklerine sahip birçok çeşit sunmaktadır. Bunun kök nedeni müşteri memnuniyetidir. Ürün farklılaşması sayesinde, farklı müşterilerin farklı isteklerini karşılayabilmeyi, ürünlere işlevsellik veya estetik kazandırabilmeyi sağlamaktadır. Her geçen gün arz talep ilişkisi pozitif ivme kazanmakla beraber pazar genişletilmektedir. Bu sayede çeşitli kaplama türleri ve cilalar geliştirilmektedir. Taleplerin karşılanabilmesi için yürütülen çalışmalar sonucu yüzey mühendisliği ve mühendislik bileşenlerinin özellikleri geliştirilebilmektedir (James ve diğ., 2005; Rossi ve diğ., 2014). Yakın zamana kadar çoğu kaplama, püskürtme ile uygulanmış olmaktadır. Bir tava; düz metal, kırmalı püskürtme metali ya da bir alevli

püskürtmeli sert, kaba bir yüzey üzerine kaplanabilmektedir. Döküm veya paslanmaz çelik yaygın olmasına rağmen, haddelenmiş alüminyum en yaygın metaldir. Hatta kaplama yüzeyi cam ve seramik tencere bile olmuştur. İlk kat hemen hemen her zaman poliamid imid ve floropolimere dayalı bir astardır. Bu, tipik olarak kurutulur daha sonra daha çok floropolimer veya floropolimer karşımından oluşan bir ara kat ile kaplanır. Karışım, genellikle PTFE ve PFA'dır. Arakat genellikle astar/alt tabakayı gizlemek için bol pigmentlidir ve genellikle kullanım esnasında kaplamanın lekelenmesini gizlemek için koyu renklidir. Üçüncü kat olarak bir üst kat, en son uygulanır. Genellikle de direk ıslak ara kat üzerine uygulanır. Bu kaplama PTFE ya da bir karışım içerir, ancak genellikle ışıltılı görünüm sağlamak için içinde mika vardır. Kaplama tipik olarak 700°F-820°F (371°C-438°C) arasında, sisteme bağlı olarak pişirilir. Son zamanlarda, daha fazla tencere silindir kaplanmış veya perde kaplanmıştır. Bunun, kaplama tamamlandıktan sonra ve kürleme işlemi sonrasında bir tavaya dönüştürülen düz diskler üzerinde yapılması gerekmektedir. Tava kaplanmış bir diskten bastırılıp şekil aldığından kaplamanın sonradan şekil verilebilir olması gerekmektedir. Küçük elektrikli ev aletleri (SEA) ekmek makineleri, gözleme kapları ve pilav tencereleri gibi mutfak aletlerini kapsamaktadır (McKeen, 2006).

1.2. Yapışmaz Kaplamaların Formülasyon Malzemeleri

Yapışmaz kaplamaların elde edilebilmesi için polimerik bazlı formülasyon uygulanmaktadır. Formülasyon malzemeleri genel olarak 5 ana bileşene ayrılabilmektedir.

a) Floropolimerler; PTFE, FEP, PFA, silikon gibi ürünler kaplamaya yapışmazlık özelliği kazandırmaktadırlar.
b) Bağlayıcı (reçine); Bağlayıcılar formülasyona katıldıklarında malzeme yüzeyine bağlanan adeta yapıştırıcı olarak davranarak yapışmayı sağlamaktadırlar. Bu durum kaplamanın bağlanmasını ve dayanımını etkilemektedir.
c) Pigment (renk verici kimyasal); Pigmentler kaplama formülasyonuna renk vermek amacıyla katılmaktadırlar. Alt kat uygulamasını gizlemek amacıyla pigmentlere ihtiyaç duyulmaktadır.
d) Katkılar; Kaplamanın dayanımını artırmak için katkılar eklenmektedir.

e) Taşıyıcılar (su veya çözücü kimyasallar); Kaplama oluşumundan sonra tabakadan buharlaşarak kaplamayı terk eden dolgulardır (Bozan ve diğ., 2014).

1.2.1. Bağlayıcılar

Flor içeren kaplamalarda floropolimer olmayan bağlayıcılar alt tabakaya yapışma özelliği kazandırmaktadırlar. Floropolimer kaplamalar yapışmaz kaplamalardır, bağlayıcıların yapışmaz kaplamaya yapışma özelliği kazandırması en önemli ihtiyaçtır. Bağlayıcı moleküller, yüzey tarafından emilimi gerçekleştirdiğinde yapışma sağlanmaktadır. Yapışma gücü, bağlayıcı ve alt tabaka arasında gerçekleşen kimyasal bağlar ile sağlanmaktadır. Bağlayıcıların kaplamalarda sağladığı diğer özellikler gücü arttırmak, bariyer özelliklerini etkilemek, pigment dispersiyonu, dayanıklılık ve elektriksel özellikler olarak sıralanabilmektedir.

Poliamid imid (PAI) bağlayıcısı en yaygın, en önemli bağlayıcılardan biridir. Genel olarak tüm mutfak ekipmanlarının kaplamasının neredeyse tamamında astar oluşumuna yardımcı olmaktadır. Bunun sebebi çoğu metal alt tabakaya güçlü bir şekilde bağlanabilmesidir. Yüksek termal denge sağlamaktadır. Çözelti ya da toz formunda piyasada bulunmaktadır (McKeen, 2006).

1.2.2. Reoloji ajanları

Reoloji ajanları; su bazlı sistem formülasyonlarında ürünün kullanım alanına bağlı olarak özelliklerini iyileştirebilmek amacıyla kullanılmaktadırlar. Formülasyona kazandırdıkları özellikler; iyi yayılım sağlama, uygulama sırasında sıçramama, uygulama yapılan aparata kolay yüklenmesini sağlama, ovalama direnci ayrıca pigment içeren formülasyonlarda stabilizasyon olarak ifade edilebilmektedir (URL-2, 2021).

Reoloji ajanları su bazlı sistemlerde etkileşimli ve etkileşimsiz olmak üzere iki gruba ayrılabilmektedir. Etkileşimsiz reoloji ajanları; akrilik (ASE – Alkali Swellable Emulsion) ve hidroksietil selüloz (HEC) kalınlaştırıcılarını içermektedir. Etkileşimli ajanlar; poliüretan (HEUR – Hydrophobically modified ethylene oxide urethane), HASE (Hydrophobically modified Alkali Soluble Emulsion ve polieter bazlı HMPE (Hydrophobically modified etoxylated polyether) içermektedir (URL-3, 2021).

1.2.3. Yüzey aktif malzemeler (surfactantlar)

Yüzey aktif maddeler; içinde bulundukları çözücülerin yüzey gerilimini genel olarak düşürecek şekilde hatta çok düşük konsantrasyonda olsalar dahi büyük ölçüde etkilemektedir. Yüzey aktif maddeler hem hidrofobik hem de hidrofilik gruplar bulundurmaktadırlar. Yüzey aktif maddelerin özellikleri; ıslatma, yayılma, dağılma, emisyonlaşma, köpürme, dezenfektan ve çözündürücülük olarak sıralanabilmektedir. HLD adı hidrofil-lipofil dengesini ifade eden bir addır. HLD sayısı maddelerin yapısına bağlı olarak yüzey aktif maddelerin ortaya çıkarılması istenen özelliğine göre sayılmaktadır (Aşçı, 1997).

1.2.4. Çözücüler

Çözücüler; genel olarak sıvı formda hazırlanarak uygulanan polimer esaslı kaplamalarda taşıyıcı sıvılar ile kullanılan en önemli maddelerden biridir. Polimerlerin çözücüler içerisinde çözünebilmesi kaplamanın düzgün uygulanmasını ve üretilmesini sağlamaktadır. Çözücü mukavemeti ve polimer çözünürlüğü bu durumu etkileyen parametrelerdir. Organik çözücüler arasında en sık kullanılanlar; heksan ve diğer alifatik bileşikler, toluen, ksilen gibi olduğu söylenebilmektedir (URL-4, 2021).

1.2.5. pH düzenleyiciler

Sıvı formda hazırlanan ve istenilen pH seviyesine ulaşmak amacıyla endüstride fazlasıyla pH düzenleyiciler kullanılmaktadır. Kullanım alanları; lateks boyaların üretimi, poliüretan karışımlar, su bazlı kaplamalar, metal işleme prosesleri şeklindedir (Toç, 2019).

1.2.6. Pigmentler

Pigmentler; renk vermek ve opaklık kazandırmak amacıyla kullanılan maddelerdir. Genel boya proseslerine zıt olarak bağlayıcı veya bağlayıcı çözeltisinin içerisinde kolloidal halde bulunmaktadırlar. Renk verme ve opaklık özelliklerinin yanı sıra pigment türüne bağlı olarak kullanım amacına uygun şekilde kuru film kalınlığının artmasını, boyanın fiziksel olarak güçlendirmeyi, zararlı mor ötesi ışınların yansıtılması veya ışınları absorbe

edebilmeyi, metal yüzeylerde korozyonun önlenmesini sağlayabilmektedirler (URL-5, 2021).

1.2.7. Dolgu malzemeleri

Dolgu maddeleri; polimerlerden çok farklıdırlar ve plastiklere katı formda karıştırılan, genel olarak inorganik madde olan katkılardır. Miktarı arttırırken fiyat düşürmek amacıyla plastiklere katılan inert dolgu malzemeleridir. Reaktif dolgu malzemeleri ise plastiklere katıldığında bazı fiziksel ve mekanik özelliklerin iyileşme ve gelişmesini sağlayan malzemelerdir (URL-6, 2021).

1.2.7.1. Alümina (Al_2O_3)

Alümina kimyasal olarak alüminyum ve oksijenin tepkimesiyle meydana gelen alüminyum oksittir. Çok fazla alanda kullanım sağlamaktadır. Kahverengi, beyaz, pembe gibi saflık derecesine göre sınıflandırılmaktadır ayrıca saflık derecesine göre kullanım alanı belirlenmektedir. Kuru şekilde muhafaza edilmesi gerekli olan alüminyum oksit malzeme ağır metal içermemesi nedeniyle sağlıklıdır, dolayısıyla sektörde fazlasıyla kullanılmaktadır. Kansorejen değildir, toksik maddeler içermez, gıdalara karışmaz, biyo etkisizdir (URL-7, 2021).

1.2.7.2. Silisyum karbür (SiC)

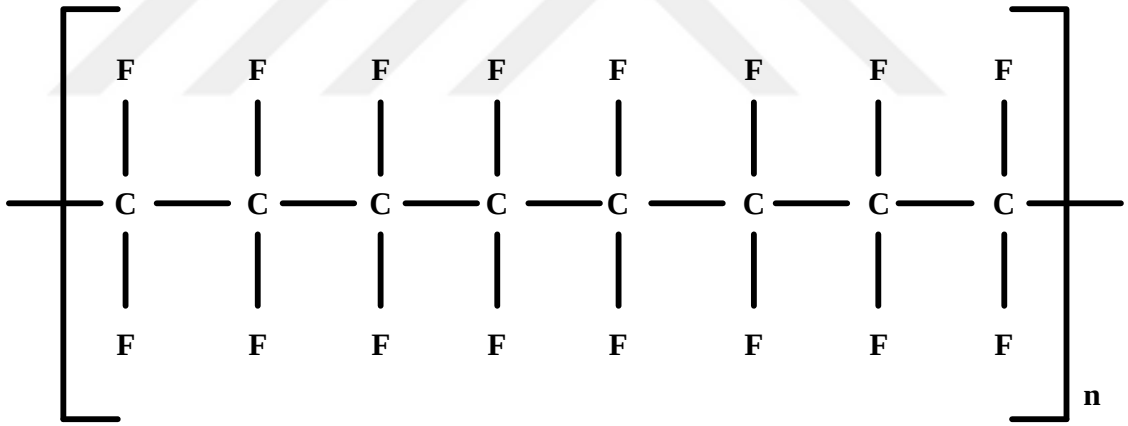
Silisyum ve karbon arasında gerçekleşen kimyasal bileşimdir. SiC doğal olarak nadir olsa da mineral mozanit şekilde meydana gelmektedir. Aşındırıcı özellikte toz halde kullanılmaktadır. Taşlama taşları buna örnek olarak verilebilmektedir. SiC yalnızca elmas, kübik bor nitrür ve bor karbür ile zarar gören sertliğe sahip, seramik bir malzemedir. Diğer önemli özellikleri; aşınmaya karşı dirençli, tüm alkali ve asitlere kimyasal olarak inert ve yüksek ısıya dayanıklı olmasıdır (URL-8, 2021).

(05.02.2021)

1.2.8. Politetrafloroetilen (PTFE)

PTFE ticari adıyla teflon olarak bilinmektedir. Teflon, flor esaslı etilen propilen olan bir polimer türüdür. Bu florlu polimer bir termoplastiktir. Flor atomlarıyla doymuş uzun ve düz bir karbon zincir yapısına sahiptir ve atomlar arasındaki kuvvetli bağ sayesinde inert özelliklere sahiptir. Isı, kimyasal maddeler, nem, dielektrik, sürtünme gibi etkenlere karşı dayanıklıdır ve teflon, herhangi bir maddeye yapışmaz olup sürtünme katsayısı bütün katı cisimlerin sürtünme katsayısından düşüktür. Teflonun yapısı 260°C üzerine çıkıldığında bozulmaya başlamaktadır, yaklaşık 350°C'de tamamen bozulmaktadır (Bozan ve diğ., 2014).

Kaplama uygulamalarında PTFE kaplama uygulaması gerçekleştirildiğinde ara kaplama ve son kaplama olmak üzere iki kat uygulama gerçekleştirilmektedir. Düşük sürtünme katsayısına sahip oldukları için aşınma ve kimyasal dirence sahip malzemelerdir. PTFE, su bazlı sıvı halde bulunabilmektedir. Şekil 1.1'de PTFE polimerinin kimyasal bağ yapısı verilmiştir (Akıncı ve diğ., 2003; McKeen, 2006; Brydson, 1999).

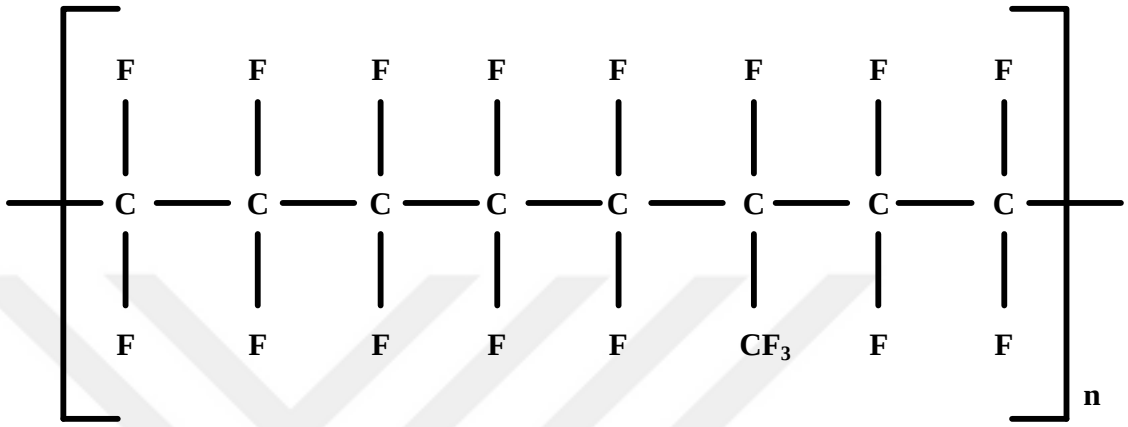


Şekil 1. 1 : PTFE kimyasal bağ yapısı.

1.2.9. Florlanmış etilen propilen (FEP)

Yapışmaz kaplamalarda en sık kullanıma sahip teflon, kullanıcılar için sorun teşkil etmemesine rağmen şekillendirilmesi konusunda yaşanılan zorluklar nedeniyle üreticiyi alternatif bir yol bulmaya yöneltmiştir. Bu şekilde bulunan FEP malzemesi PTFE ile kıyaslandığında fiziksel ve kimyasal özellikleriyle benzemektedirler. Bu benzerlik nedeniyle FEP, PTFE'ye alternatif olarak kullanıldığı işleme kolaylığı ve fire eksikliği sağlaması nedeniyle daha ekonomik bir seçenek sunmaktadır. FEP bir kopolimerdir ve

malzeme yüzeyinde porozitesiz kaplama alanı oluşturmaktadır. Mükemmel kimyasal direnç, düşük sürtünme katsayısı ve mükemmel yapışmayan yüzey özellikleri mevcuttur. Maksimum 250°C kullanım sıcaklığına sahiptir. Su bazlı veya toz formda temin edilebilmektedir. Şekil 1.2'de florlanmış etilen propilen polimerinin kimyasal yapısı verilmiştir (Akıncı ve diğ., 2003; Bozan ve diğ., 2014; McKeen, 2006).



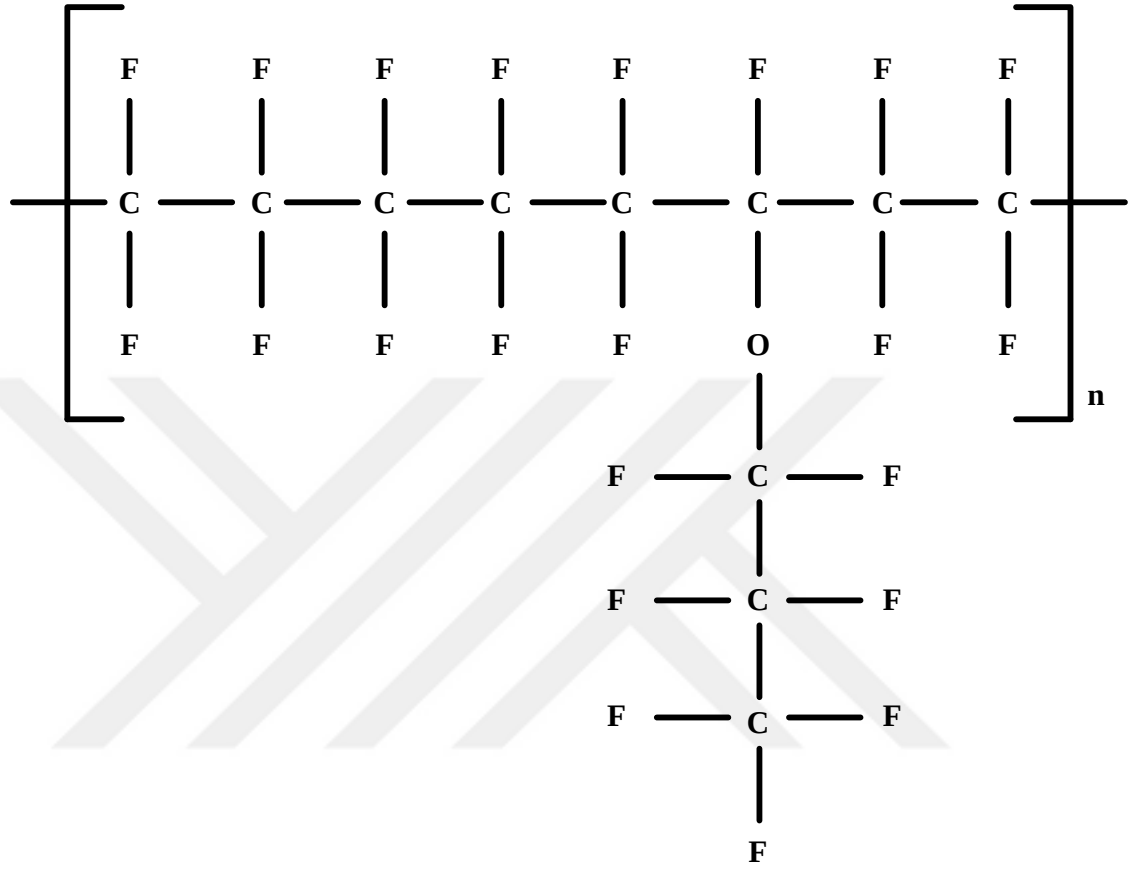
Şekil 1. 2 : FEP kimyasal bağ yapısı.

1.2.10. Perfloroalkoksi (PFA)

PTFE'ye alternatif olarak keşfedilen FEP'in ardından PFA, FEP malzemelere karşı sıcaklık dayanımı açısından avantaj sağlayacak yeni bir alternatif olmuştur. PFA özellikleri; mükemmel kimyasal dayanım, şeffaflık, düşük sürtünme katsayısı, mükemmel dielektriksel özellik olarak sınıflandırılabilmektedir. PTFE malzemelerine karşı teknik açıdan kolaylık sağladığı için geniş uygulama alanlarına sahiptir.

PFA polimeri, yaklaşık 300-310°C sıcaklıklar gibi yüksek erime sıcaklığına sahip malzemedir. PFA, yüksek sıcaklıklarda kullanım özelliklerinin yanında kolay üretilebilme ve yüksek mekanik özellikler açısından avantaj sağlamaktadır. PFA malzemeler, FEP malzemelere benzer olarak porozitesiz, pişirme sırasında ürünün erime ve akmasına izin vererek yapışmazlık sağlayan yüzey tabakası oluşturabilmektedir. Özelliklerini kaybetmeden çalışma sıcaklığı yaklaşık olarak 260 °C'dir. PFA kaplamada film kalınlığı 1000 μm'den fazla olabilmektedir. En çok kullanılan PTFE ve FEP polimerlerine göre daha dayanıklıdır. Özellikle kimyasal direncin önemli olduğu alanlarda avantajlı özellikleri sebebiyle yaygın olarak kullanılmaktadır. Piyasada PFA aynı FEP polimerleri gibi hem su bazlı sıvı olarak hemde toz formunda bulunmaktadır.

Şekil 1.3’ te perfloralkoksi polimerinin kimyasal yapısı verilmiştir (Akıncı ve diğ., 2003; Bozan ve diğ., 2014; Fluoropolymer, 1993; McKeen, 2006; Rivier, 1993).



Şekil 1. 3 : PFA kimyasal bağ yapısı.

1.3. Formülasyon Üretim Yöntemi

1.3.1. Karıştırma

Karıştırma yöntemi iki veya daha fazla malzemenin birleşerek yeni bir ürün elde edilmesini sağlamaktadır. Karıştırma yönteminde dikkat edilmesi gereken en önemli nokta karışımın homojen olmasıdır. Karışımlar genel olarak sınıflandırılmıştır. Karışım tiplerinin sınıflandırılması Tablo 1.3’te gösterilmiştir (Tütüncükara, 2014). Viskozite karıştırmanın önemli parametrelerinden biridir (Toç, 2019).

Tablo 1. 3 : Karışım tiplerinin sınıflandırılması.

Fiziksel Proses	Uygulama Sınıfı	Kimyasal Proses
Süspansiyon	Sıvı-Katı	Askıda tutma
Süspansiyon	Sıvı-Katı	Eriterek
Dispersiyon	Sıvı-Gaz	Absorbe ederek
Emülsiyon	Birbiri ile karışmayan sıvılar	Ekstraksiyonla
Harmanlama	Birbiri ile karışabilen sıvılar	Reaksiyonla
Pompalama	Akışkan Hareketi	Isı transferi

1.3.2. Öğütme

Öğütme uygulaması boyut küçültme işlemlerinin son basamağı olarak bilinmektedir. Karışım uygulamasında homojenizasyon olması önemlidir. Öğütme işleminde karışımın homojenize olabilmesi için ise malzemeler arası transfere ihtiyaç duyulmadığından homojen karışım elde edebilmek daha kolaydır. Öğütme uygulamasının en önemli avantajı parçacık boyutunun küçültülebilmesi ve işlem süresinin daha kısa olabilmesidir. Öğütme uygulamasında homojen karışım elde edebilme parametreleri öğütücü hızı, öğütme tipi ve öğütme süresidir. Öğütme uygulamasında karıştırıcının öğütmeyi sağladığı bilyelerin ağırlığı, kap içersinde yer alan numune/bilye oranı ve bilye boyutu öğütmeyi etkileyen parametreler olarak belirlenmiştir (Toç, 2019; Yakar, 2010).

1.4. Formülasyon Uygulama Yöntemi

1.4.1. Basınçlı sprey tabancası ile uygulama

Basınçlı sprey tabancası ile kaplama uygulaması en fazla kullanılan metodlardan biridir. Bu yönteme göre kaplama çözeltisi hava basıncı yardımıyla püskürtülerek kaplamayı atomize eden bir sprey tabancasıyla uygulama gerçekleştirilmektedir. Mutfak ekipmanlarının kaplanması konusunda en sağlıklı ve en dayanıklı yöntem olarak sprey kaplama yöntemi belirtilmiştir. Basınçlı sprey tabancası ile kaplama gerçekleştirilmeden evvel kaplama yüzeyi, kir ve yağdan arındırılmak amacıyla temizleme işlemine tabii tutulmaktadır ve ardından seçilen özel bir yöntem ile aşındırılmaktadır. Aşınan yüzeye basınçlı sprey tabancası ile yöntemine uygun olarak çok katmanlı uygulama gerçekleştirilmektedir. Bu yöntem sayesinde optimum ısı eğrisinde kurutma işlemi

yapılması kaplamanın tutunma ve yapışma özelliğini iyileştirmektedir. Kaplama uzun ömürlü olmaktadır, ayrıca gıdalarla temasta hiçbir zarar etkisi göstermemektedir.

Bu yöntemin avantaj ve dezavantajları aşağıda sıralanmıştır.

Avantajları;

a) Pürüzsüz ve sürekli kaplama
b) Çok iyi performans ve uzun ömür
c) Aşınma, çizilme gibi zararlara karşı yüksek mukavemet
d) Mükemmel kayganlık

Dezavantajları;

a) Kaplama yapanın yeteneğine bağlı olarak aşırı sprey israfı
b) İnsan emeğine bağlı olduğundan yavaş üretim

Bu uygulamayı etkileyen parametreler püskürtme mesafesi ve püskürtme açısıdır. Mesafe ve açı ayarı istenilen mikroyapı elde edebilmeyi sağlamaktadır (Bozan ve diğ., 2014).

1.5. Kaplama Yüzey Hazırlığı

1.5.1. Kumlama ile yüzey hazırlığı

Kaplama operasyonu gerçekleştirilmeden evvel yüzey hazırlığı yapılmalıdır. Bu işlem kaplama yüzeyinin kir, yağ, pas gibi atıklardan temizlenmesini ayrıca yüzeyi pürüzlendirerek kaplamanın yüzeye daha iyi tutunmasını sağlamaktadır. Malzeme yüzeyinin temizlik ve pürüzlülük için hazırlığı, aşındırıcı malzemenin belirli bir basınç ve açı parametreleri ile gerçekleştirilmektedir.

Yüzey hazırlığı kumlama gibi fiziksel bir yöntemle gerçekleştirilmeden evvel kimyasal yöntem ile temizlenerek gerçekleştirilmedir. Bunun sebebi kirli bir yüzeye kimyasal temizlik yapılmadan kumlama işlemi gerçekleştirildiğinde kumların kirli yüzeye tutunması ve yüzeyin pürüzsüz kaplama için uygunsuz olacağı şeklinde tespit edilmiştir. Kumlama işlemi yaygındır, ekonomik ve etkili bir yöntem olarak kullanılmaktadır (Akcan, 2016).

1.6. Kaplama İnceleme Yöntemleri

1.6.1. Yüzey pürüzlülüğü ölçümü

Yüzey pürüzlülüğü ürün kalitesini belirten hassas bir kriterdir. Yüzey pürüzlülüğü; malzemenin korozyon dayanımını da etkileyebilmektedir (URL-9, 2021).Cihaz; hassas yüzey pürüzlülük ölçümü yapmaktadır. Yüksek çözünürlük elde etmek için ekran kalemi tabanlı tarama programı kullanılmaktadır. 2D ve 3D yüzey topoğrafyası analizi yapılabilmektedir. 150 mm tarama uzunluğuna sahip bir cihazdır. Aşağıda Şekil 1.4'te görseli gösterilen KLA Tencor P6 yüzey profilometresi cihazı kullanılmıştır.



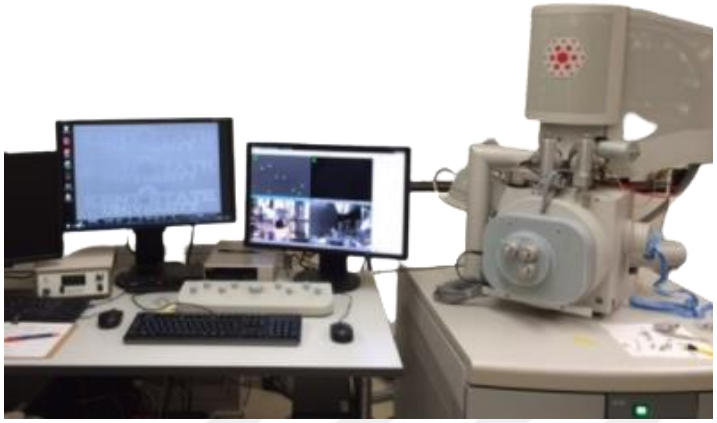
Şekil 1. 4 : KLA Tencor P6 yüzey profilometresi cihazı.

1.6.2. Taramalı elektron mikroskobu (SEM-EDS)

1.6.2.1. Scanning electron microscope (SEM)

Taramalı Elektron Mikroskobu'nda (SEM) görüntüsü yüksek voltaj ile hızlandırılmış elektronların numune üzerine odaklanması, bu elektron demetinin numune yüzeyinde taratılması, taratma sırasında elektron ve numune atomları arasında oluşan girişimler sonucunda meydana gelen etkilerin uygun algılayıcılarda toplanması, bu bilgilerin sinyal güçlendiricilerinden geçirildikten sonra bir katot ışınları tüpünün ekranına aktarılmasıyla

elde edilmektedir. Deney cihaz görseli Şekil 1.5'te aşağıda paylaşılmıştır (URL-10, 2021).



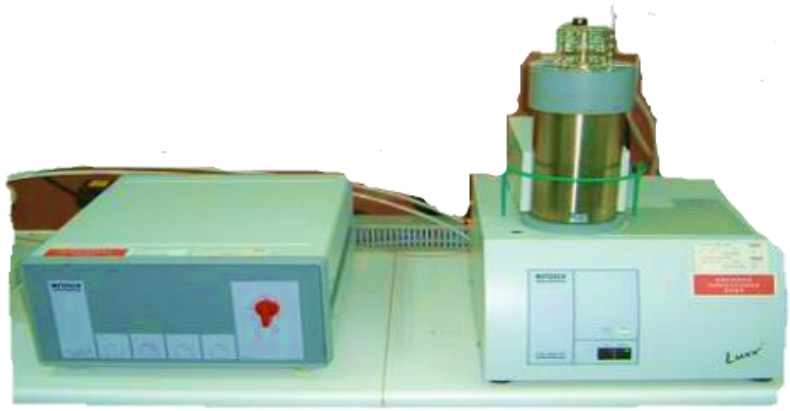
Şekil 1. 5 : FEI Quanta FEG 450 SEM-EDS cihazı.

1.6.2.2. Energy dispersive spectrometry (EDS)

Herhangi bir numune üzerinde elementel kompozisyonu inceleyebilmek için TEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) cihazlarında kullanılan bir yöntemdir. Numune yüzeyine elektron demeti gönderilerek analiz gerçekleştirilmektedir. Kopan ve sıçrayan elektronlar vasıtasıyla çıkan enerji x-ışınlarını oluşturmaktadır. X ışınları bilgisayarda pikler oluşturur ve elementel analiz elde edilebilmektedir (URL-11, 2021).

1.6.3. Termogravimetrik analiz (TGA)

Termogravimetrik analiz cihazı ile organik veya anorganik numunelerin sıcaklık ve zaman artışına bağlı olarak kütle değişimleri ölçülebilmektedir. TGA cihazı ile yapılabilecekler; buharlaşma, süblimleşme, dehidrasyon, metallerin oksidasyonu, korozyon gibi birçok ölçümdür. Şekil 1.6'da örnek bir TGA cihazının görünümü verilmiştir (Bakar, 2013). 0-800°C sıcaklık aralığında ve 200 mg ölçüm aralığında çalışılmaktadır (Bakar, 2013).



Şekil 1. 6 : TGA cihazı görünümü.

1.6.4. Temas açısı (CA-Contact Angle)

Temas açısı ölçüm cihazı damla metoduyla software programlar yardımıyla temas açısını ölçmektedir. Cihaz ekipmanları arasında kamera, aydınlatma sistemleri mevcuttur. Sıcaklık, dozajlama modülleri, örnek tablası hareketlerini ölçebilir, kaydedebilir ve raporlayabilir durumdadır. Raporlar Office programları yardımıyla kayıt altına alınabilmektedir. Katıların temas açısı verilerinden serbest yüzey enerjileri ölçülebilmektedir ve raporlanabilmektedir. Bu ölçümlerin alanları oldukça geniş bir yelpazedir. Bu alanlar arasında cam, metal, deri, tekstil endüstrileri gibi çeşitlendirilebilmektedir. Temas açısı ölçüm cihazının görünümü Şekil 1.7'de görülmektedir (Toç, 2019). Su gibi sıvılar yardımıyla 12 volt DC 30 watt güçle çalışan yüzeylerin temas açısı ölçümlerinin yapılmasını sağlayan bir cihazdır (Toç, 2019).



Şekil 1. 7 : Temas açısı ölçüm cihaz

BÖLÜM 2. DENEY MALZEMELERİ VE UYGULANAN DENEYLER

2.1. Deney Malzemeleri ve Yöntem

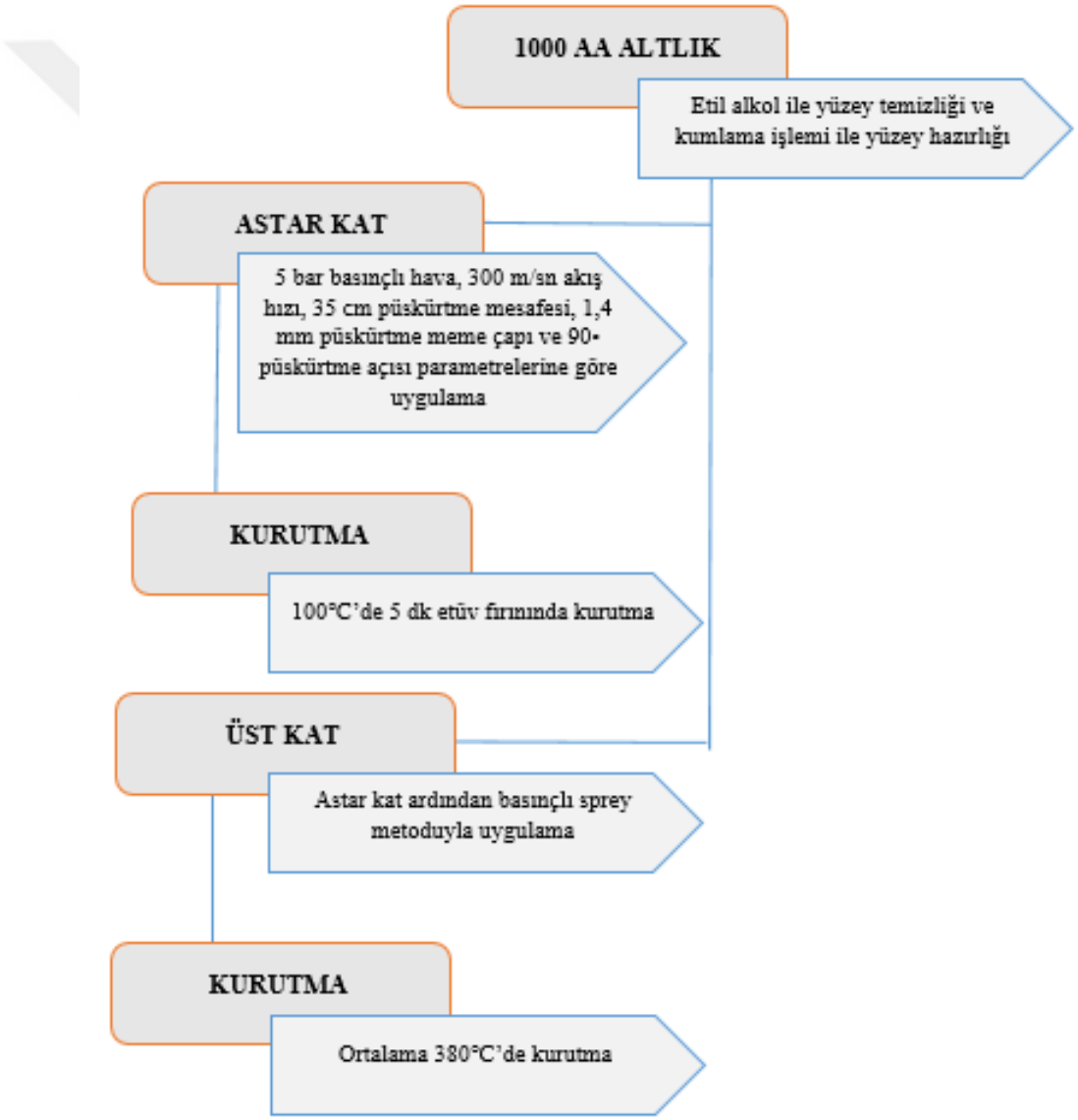
2.1.1. Malzemeler

Çalışmada 1000 AA alüminyum altlık kullanılmıştır. Formülasyonda kaplama malzemeleri olarak PTFE, FEP ve PFA florlu polimerler kullanılmıştır. PTFE polimeri DAIKIN firmasından Polyflon PTFE M-17 kodla satın alınmıştır. Partikül boyutu 50 µm olup beyaz renklidir. FEP polimeri DAIKIN firmasından Neoflon FEP NCX-11 kodla satın alınmıştır. Partikül boyutu 15 µm olup beyaz renklidir. PFA polimeri DAIKIN firmasından Neoflon PFA ACX-31 kodla satın alınmıştır. Partikül boyutu 25 µm olup beyaz renklidir. Reçine PAI olup, Solvay Advanced Polymer firmasından alınmıştır ve toz formundadır. Bentonit esaslı reoloji ajan Derin Kimya firmasından, yüzey aktif maddeler PCC Group firmasından temin edilmiştir.

2.1.2. Deneysel yöntem ve formülasyon hazırlığı

Yapışmaz kaplamalarda aşınma direnci alt kat formülasyonu ile belirlenebilmektedir. Ancak bu çalışmada mekanik özelliklerin derecesi florlu polimerlerin türü ile kıyaslanmıştır. Deney yöntem şeması Şekil 2.1'de gösterilmiştir. Altlık malzeme 1000 AA seçilmiştir. Kaplama işleminden evvel etil alkol yardımıyla yüzey temizliği yapılmıştır. Alt kat formülasyonunun yüzeye tutunmasını arttırmak amacıyla kumlama yöntemiyle yüzey pürüzlülüğü oluşturulmuştur. Basınçlı sprey metodu ile 5 bar basınçlı hava, 300 m/sn akış hızı, 35 cm püskürtme mesafesi, 1,4 mm püskürtme meme çapı ve 90^{o} püskürtme açısı parametre olarak belirlenerek astar kat uygulaması yüzeye uygulanmıştır. 100°C'de 5 dk etüv fırınında astar kat uygulaması gerçekleştirilen yüzey kurutma işlemine tabi tutulmuştur. Parametreler sabit tutularak aynı şartlar altında

sırasıyla 3 ayrı deneme numunesine PTFE, FEP, PFA içerikli üst kat kaplama formülasyon uygulaması gerçekleştirilmiştir. Ortalama 380℃'de etüv fırınında kurutma işlemi gerçekleştirilmiştir. Ortalama 380℃ seçilmesinin sebebi PTFE 400℃'ye kadar dayanmasına rağmen FEP ve PFA 400℃ civarlarında bozunma ve/veya yanmaya uğramaktadır. Yüzey kaplama işlemine hazır hale getirilmiştir. Alt kat formülasyonunda dolgu malzemeleri gibi tüm malzeme oranları sabit tutularak üst kat formülasyonu da aynı şekilde hazırlanmıştır. Üst kat formülasyonlarında sabit orandan üç farklı floropolimer ile formülasyon hazırlanarak uygulama gerçekleştirilmiştir. Üst kat formülasyonu Tablo 2.1' de aşağıda gösterilmiştir.



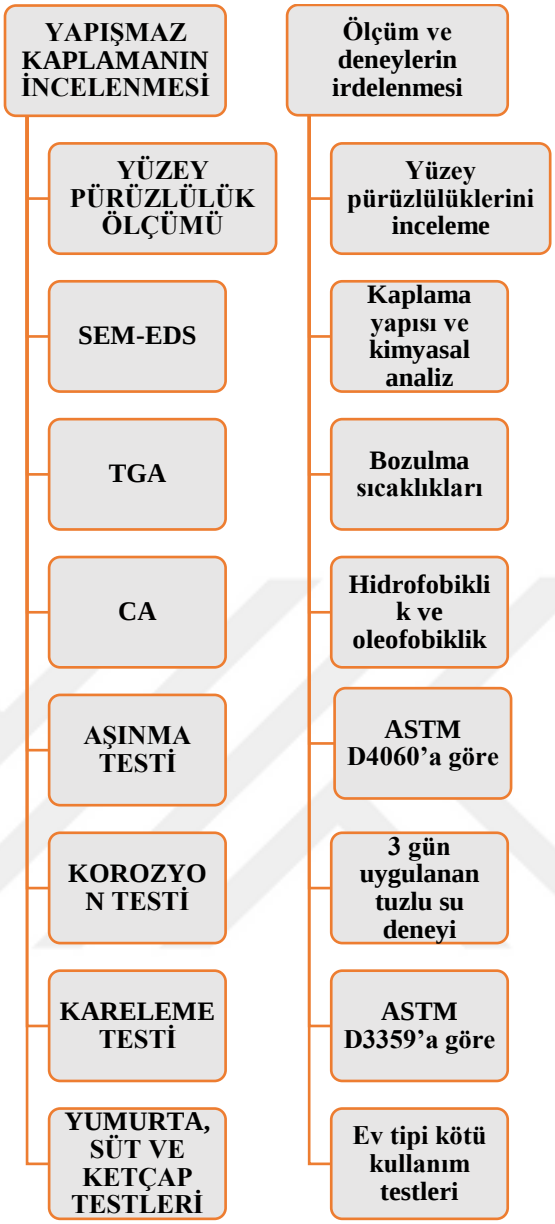
Şekil 2. 1 : Deney yöntem şeması.

Tablo 2. 1 : Kaplamada kullanılan üst katmanın kimyasal kompozisyonu.

	Deneme-1	**%**	**Deneme-2**	**%**	**Deneme-3**	**%**
ÜST KAT	PTFE	50	FEP	50	PFA	50
	Saf Su	10	Saf Su	10	Saf Su	10
	Dispersiyon Ajanı	1	Dispersiyon Ajanı	1	Dispersiyon Ajanı	1
	Köpük Kesici	1	Köpük Kesici	1	Köpük Kesici	1
	Yüzey Ajanı	0.5	Yüzey Ajanı	0.5	Yüzey Ajanı	0.5
	Karbon Black	4	Karbon Black	4	Karbon Black	4
	Metil Etil Keton	20	Metil Etil Keton	20	Metil Etil Keton	20
	Ksilen	10	Ksilen	10	Ksilen	10
	Bütil Asetat	3.5	Bütil Asetat	3.5	Bütil Asetat	3.5
		100		100		100

2.2. Uygulanan Deneyler

Yapışmaz kaplama gerçekleştirilen numunelere kaplama özelliklerinin incelenmesi amacıyla SEM-EDS, TGA, temas açısı ölçümü ile hidrofobiklik belirleme, tuzlu su ile korozyon testi, ASTM D3359'a göre kareleme testi, ASTM D4060'a göre aşınma testi uygulanmıştır. Yapışmaz kaplama numunelerinin incelenmesi için deneysel yöntemler şeması Şekil 2.2'de gösterilmiştir. Ayrıca numunelere yumurta, süt ve ketçap testleri uygulanmıştır ve gözle kontrolleri sağlanmıştır. Yüzeyden alınan SEM görüntülerinin yapılarını desteklemek amacıyla pürüzlülük ölçümü gerçekleştirilmiştir.

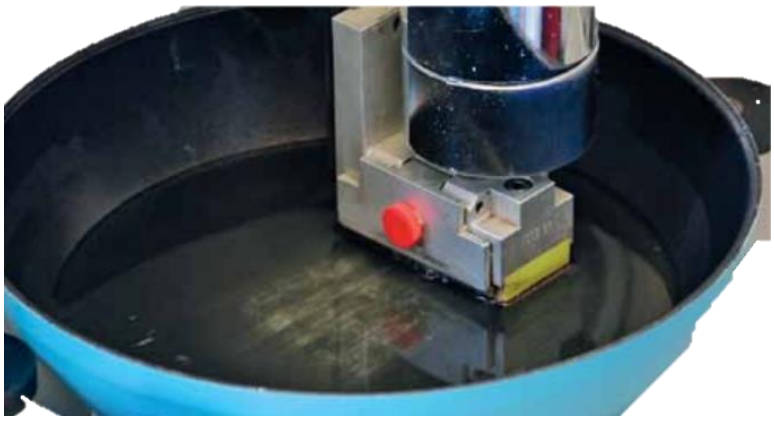


Şekil 2. 2 : Yapışmaz kaplama deneysel yöntemler şeması.

2.2.1. Aşınma testi

Aşınma testi; yapışmaz yüzeyin aşınmaya karşı direncini belirlemek amacıyla yapılmaktadır. Test basit bir şekilde evde yapılan bulaşık yıkama işleminin hızlandırılmış şeklidir. Öncelikle test edilecek kaplanan yüzey numunesi test cihazının düzeneğine sabitlenir. Aşındırıcı sünger test yüzeyine 15 Newton'luk baskı kuvvetiyle hareket ettirilmeye başlanır. Test yüzeyine %5'lik oranda bulaşık deterjanı ilave edilir. Git-gel hareketi aşınma gerçekleşene kadar kaydedilir. Yüzeyde en az iki çizik meydana

geldiğinde aşınma test sonucuna ulaşılmış kabul edilir. Şekil 2.3'te aşınma test örneği gösterilmiştir (Bozan ve diğ., 2014).



Şekil 2. 3 : Aşınma test örneği.

2.2.2. Korozyon testi

Kaplama yapılan numune tava yarı seviyesine kadar %10'luk tuzlu su çözeltisi ile doldurulur. Ardından ısıtılmaya başlar ve tuzlu su kaynamaya başladığında sıcaklık seviyesi düşürülür ve sabit sıcaklıkta 8 saat boyunca suyun kaynaması devam ettirilir. 8 saat boyunca su kaynarken her saat başı suyun seviyesi kontrol edilir ve azalan su, tavanın yarı seviyesine kadar yeniden doldurulur. Sekizinci saatin bitiminde ocak kapatılır ve kaplamalı numune tava ortam sıcaklığında 16 saat boyunca soğumaya bırakılır. 16 saat sonra tava kontrol edilir ve kaplanmış yüzeyde kabarma, deformasyon gibi kusurlar oluşmadıysa deney aynı döngüde tekrarlanır. Döngü, toplam 3 gün boyunca yapılır ve deney sonlandırılır. Şekil 2.4'te korozyon test örneği gösterilmiştir (URL-12, 2021).

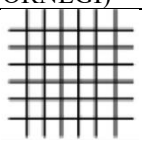
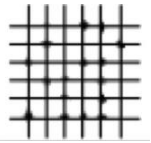
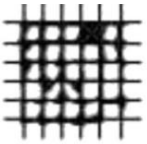
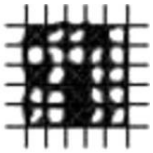


Şekil 2. 4 : Korozyon test örneği.

2.2.3. Kareleme testi (Cross Cut)

Kaplama tabakası ile kaplanan yüzey arasındaki bağlanma kuvvetine yapışma denilmektedir. İyi bir yapışma için yüzey temizliği ve ön hazırlığı çok önemlidir. İlk etapta yüzey yağ, pas gibi kirlerden kimyasal yardımıyla temizlenir. Ardından kumlama gibi özel bir işlem yardımıyla yüzey pürüzlendirilir. Bu yapışma kuvvetinin ölçülebilmesi amacıyla kaplama filminin kaldırılması için yapılan testler mevcuttur.

Tablo 2. 2 : Kareleme testi bant yapışma derecesi değerlendirme tablosu.

SINIF		TANIM	PULLANMA YÜZEYİ (6 PARALEL KESİM ÖRNEĞİ)
ISO	ASTM		
0	5B	Kesimin kenarları tamamen pürüzsüz olduğu için kafesin karelerinin hiçbiri ayrılmaz.	
1	4B	Kesiklerin kesişme noktasında kaplamanın küçük pullanması. Çapraz kesimin %5'inden fazlası etkilenmez.	
2	3B	Kaplama, kenarları boyunca ve/veya kesiklerin kesişme noktaları boyunca pullanır. %5'ten büyük ancak %15'ten küçük bir çapraz kesim alanı etkilenir.	
3	2B	Kaplama, kesiklerin kenarları boyunca kısmen veya tamamen büyük şeritler halinde pullanmış ve/veya kısmen veya tamamen karelerin farklı bölümlerinde pullanmıştır. %15'ten büyük ancak %35'ten küçük bir çapraz kesim alanı etkilenir.	
4	1B	Kaplama, kesiklerin kenarları boyunca büyük şeritler halinde pullanmış ve/veya bazı kareler kısmen veya tamamen ayrılmıştır. %35'ten büyük ancak %65'ten küçük çapraz bir kesim alanı etkilenir.	
5	0B	Sınıflandırma 4 ile sınıflandırılamayacak kadar çok pullanmış herhangi bir derece.	

Kaplama yüzeyden farklı şekillerde kalkma yapabilir bu sebeple birden fazla birbirinden farklı test yöntemleri vardır. 6'lı bıçak ya da arasındaki mesafe 1-2 mm olan keski yardımıyla kaplanmış yüzeye birbirine paralel olacak şekilde ve paralel çizgilere düz olacak şekilde çizimler yapılır. Oluşturulan şeklin üzerine yapışkan test bantı yapıştırılır ve bant ile yüzey arasında hava boşluğu kalmayacak şekilde yapıştırılması sağlanır.

Serbest ucundan tutularak yüzeye dik bir şekilde tek seferde çekilir, ardından yatay, çarpraz gibi farklı yönlerden de 5 defa olmak üzere bant yapıştırılır ve çekilir. ASTM D3359 standartına göre Tablo 2.2'de yer alan 5B-0B arasında yapışma derecesi belirlenir. Şekil 2. 5'te kareleme test cihazı gösterilmiştir (Akcan, 2016).



Şekil 2. 5 : Kareleme test cihazı.

2.2.4.Yumurta testi

Test edilecek kaplanmış yüzey elektrikli ocağa yerleştirilerek sıcaklık 160℃'ye ayarlanmaktadır. Test süresi boyunca sıcaklık kontrolü sağlanmalıdır. Test yüzeyine istenilen sıcaklığa ulaşıldığında yumurta kırılır ancak sıcaklık yumurta yanmayacak biçimde ve sıcaklığın 200℃'yi aşmamasını sağlayacak şekilde ayarlanmalıdır. Yumurta 3 dakika boyunca pişmeye bırakılır ve 3 dakika sonunda spatula yardımıyla yüzeyden yumurtanın kolaylıkla veya zorlukla alınmasına bağlı olarak kaplamanın yapışmazlık durumu görsel kontrol yardımıyla sağlanmaktadır. Ayrıca bu test aynı şartlar sağlanarak 5 defa tekrarlanmaktadır ve 5 defa tekrarlanan yapışmazlık durumu değerlendirilerek test sonucu elde edilmektedir. Şekil 2.6'da yumurta testi örnek görseli paylaşılmıştır (URL-13, 2021).



Şekil 2. 6 : Yumurta testi örneği.

2.2.5. Süt testi

Kaplanan tava, elektrikli ocak düzeneğine yerleştirilir ve tüm yüzey sütle kaplanacak şekilde içerisine süt dökülmektedir. Tava ısıtılmaya başlandıktan sonra sütün rengi kahverengi olana kadar ve sıcaklık 180℃-200℃ arasında sabit tutulacak şekilde test gerçekleştirilmektedir. Süt rengi kahverengiden koyu kahverengi olana dek bu işlem devam ettirilmektedir, koyu kahverengi olduğu zaman tava ocaktan alınmakta ve anında su altında tutulmaktadır. Suyun altında, süt tabakasının kolayca sökülüp sökülmediği gözlemlenerek test sonucu değerlendirilmektedir. Şekil 2.7'de süt testi örnek görseli paylaşılmıştır (URL-13, 2021).



Şekil 2. 7 : Süt testi örneği.

2.2.6. Ketçap testi

Kaplaması yapılan tavanın tabanından yüzeye 2-3 cm mesafede olacak şekilde kalın bir ketçap tabakasıyla tava doldurulmaktadır. Ardından ketçapla doldurulan tava elektrikli ocak üzerinde 8 saat boyunca ısıtılmaktadır. 8 saat sonrasında elektrikli ocak kapatılarak tava 16 saat boyunca soğumaya bırakılmaktadır. 16 saat sona erdiğinde ise tava normal su ile yıkanır ve gözle kontrole tabi tutulmaktadır. Tavada kabarma, deformasyon gibi gözle görülür bir kusur meydana geldiğinde test sonlandırılmaktadır. Şekil 2.8'de ketçap testi örnek görseli paylaşılmıştır (URL-13, 2021).



Şekil 2. 8 : Ketçap testi örneği.

2.3. Literatür Araştırması

Literatürde yer alan tez ve makale çalışmalarında florlu polimerlerin özellikleri, katkılı polimer üretilmesi, alüminyum ve farklı metal yüzeyler üzerine kaplanması, çeşitli kaplama yöntemleri, kaplama yüzeylerinin fiziksel ve kimyasal yöntemlerle incelenmesi, kullanım alanları ve mutfak endüstrisinde kullanımı gibi araştırmalar irdelenmiştir. Elde edilen bu deneysel çalışmalar ve sonuçlar florlu polimerlerin özelliklerini kanıtlar niteliğinde denilebilmektedir.

Çanak; UV ile kürlenebilen, benzil akrilat içeren şeffaf kaplamaları pleksiglas ve teflon yüzeylere uygulamıştır ve UV ile kürlenen kaplamaların jel içeriğini, solvent direncini, sertliğini, parlaklığını, esneklik ve çekme testleri gibi fiziksel ve mekanik özelliklerini incelemiştir. Ayrıca kaplamaların termal bozunma davranışını da termogravimetrik (TGA) analiz ile değerlendirmiştir. Temas açısı kaplama filmlerinde su ve etilen glikol

ölçümleri sonucunda, sisteme florlu poliüretan-akrilat öncülü ilavesinin su iticiliğini iyileştirdiğini ve temas açısını 72°'den 104°'ye çıkardığını gösterdiği sonucuna ulaşmıştır (Çanak Çakır, 2012).

Vecellio; floropolimerle yapılan kaplamalarda fırsatlar ve gelişmeler üzerine çalışmalar yapmıştır. Genel olarak kullanılan floropolimer malzemelere alternatif sunabilmek amacıyla etilen ve klorotrifloroetilen ile çalışmıştır. Sonuç olarak bazı özelliklerinin daha iyi ve benzersiz olduğu anlaşılmış olup bunları kimyasal direnci ve termal kararlılığı olarak sıralayarak alternatif sunmak için avantaj sağladığını belirtmiştir (Vecellio, 2000).

Bozan ve arkadaşları; nano partikül takviyesiyle teflon kaplaması gerçekleştirmişlerdir. Takviye yapılmasıyla düşük aşınma direncine sahip teflonun aşınma direncinin arttırılması amaçlanmıştır. Nano partikül olarak Ag (gümüş) partikülleri seçilmiş olup elde ettikleri endüstriyel test sonuçlarına göre ev ve el araçlarında kullanılabilecek tribolojik özellikleri ve aşınma direnci iyileştirilmiş kaplama elde etmişlerdir (Bozan ve diğ., 2014).

Akıncı ve arkadaşları; yaygın olarak kullanılan politetrafloroetilen, perfloroalkoksi, florlanmış etilen propilen, etilen-tetrafloroetilen (ETFE) polimerleri ve kaplamalarının özelliklerini araştırmış olup mekanik özelliklerini belirlemişlerdir. Avantajlarına değinerek yüksek aşınma, korozyon, sıcaklık dirençlerini ve kompleks parçalara bile rahatlıkla kaplama yapılabildiğini belirlemişlerdir. Floropolimerlerin kullanım alanlarını da inceleyerek mekanik özelliklerine bağlı olarak kaplama yapılmadan evvel polimer seçimini belirlemeyi kolaylaştırmışlardır (Akıncı ve diğ., 2003).

Rossi ve arkadaşları; pişirme kaplarına uygulanan yapışmaz kaplamaların işlevsel ve algısal yönlerini irdeleyerek alternatifleri, bunların avantaj ve dezavantajlarını tartışmışlardır. Sonuç olarak gelişen teknoloji ve insan topluluğunun tüketici yönünün ağır basmasıyla algısal açıdan alternatiflerin geliştirildiği seramik gibi farklı yüzey ve kaplama koşullarının da üretildiği, tercih edildiği sonucuna ulaşmışlardır. Bu durum PTFE kaplamaların işlevsel yönünün alternatiflerine karşı daha ağır bastığını göstermektedir (Rossi ve diğ., 2014).

Toç çalışmasında, teflon kaplamalarda kullanılan farklı türdeki dolgu malzemelerinin kaplama özellikleri üzerine etkisini irdelemiştir. Alt kat formülasyon hazırlığında su ve

reoloji ajanını 20 dakika olmak üzere karışmaya tabi tutmuştur. Karışıma reçine olarak poliamid-imid, surfactant, solvent, pH düzenleyici, pigmentler ve en son kolloidal silika ilave edilerek karıştırmaya devam edilmiştir. Alt kat formülasyonlarında üç farklı tanecik boyutuna sahip (SiC F1000, SiC F500, SiC F400) silisyum karbür dolgu malzemesi kullanmıştır. Çalışmalarında SiC F1000 kodlu dolgu malzemesinin en küçük tane boyutuna sahip olduğunu belirterek, standart kabul etmiştir. Farklı formülasyon çalışmaları amacıyla 4 mikron boyutunda alümina, karbon nanotüp ve grafen de kullanmıştır. Toplamda 11 tane farklı reçete çalışması gerçekleştirmiştir. Formülasyon hazırlığında Merck reoloji ajanı, Dow Chemical surfactant, Gemiciler' den siyah ve mavi pigmentler, Inoflon PTFE (politetrafloroetilen) malzemelerini tercih etmiştir.

Çalışmasında taramalı elektron mikroskobu (SEM), temas açısı ölçümü (contact angle), termal gravimetrik analiz (TGA) incelemeleri yaparak floropolimer kaplama özelliklerini bu sonuçlar sayesinde desteklemiştir. Sonuçlar değerlendirildiğinde SiC 400 içerikli reçetenin en yüksek aşınma direncini göstermesi sebebiyle tane boyutunun azalmasıyla aşınmaya karşı direncin azaldığını gözlemlemiştir. Temas açısı ölçümlerinde grafen ve CNT katkılı reçetelerin verdiği sonuç hidrofobik özelliktir. Elde ettiği temas açısı değerlerinde ise SiC F1000 takviyeli reçetenin 15,5 derece arttığını gözlemlemiştir. Bunun sebebini ise literatür araştırmalarında yüzey pürüzlülüğünün temas açısı değerini arttırdığına dair bulduğu çalışmalar ile desteklemiştir.

Yapılan çalışmalara mekanik testler uygulanmıştır. Kareleme testine göre 5B standartına uygun numunelerinde tutunma problemine rastlamamıştır. Yumurta testine göre yapışmazlık performanslarını incelemiştir. Bu görsel incelemeler sonucunda karbon nanotüp ve grafen takviyeli reçetelerinin uygulaması sonucunda pürüzlülük sebebiyle yapışma problemi olduğunu gözlemlemiştir. 1-10 μm ile 8-32 μm aralığında tane boyutuna sahip SiC türlerinden hazırladığı reçeteleri incelediğinde ortalama yüzey pürüzlülüğüne sahip olduğunu tespit ederek yapışma seviyesinin az olduğunu belirtmiştir. Yapışma kalitesini incelerken görsel kontrol yardımıyla gerçekleştirdiği yumurta testiyle sonuç olarak SiC 1000 ve SiC 400 reçetelerinde en iyi sonucu gözlemlediğini belirtmiştir. Aşınma test sonuçlarına göre SiC' ün tane boyutunun arttığı reçetelerde tane boyutu arttıkça aşınma direncinin de arttığını gözlemlemiş bulunmaktadır. Karbon nanotüp ve grafen takviyeli reçetelerin homojen formülasyona sahip olmadıklarından aşınmaya karşı direnç göstermediklerini belirlemiştir. Mekanik testlerin yanı sıra yapıların bozunmasını

termogravimetrik analiz yöntemiyle yorumlamıştır. Sonuç olarak bütün reçetelerin üç basamaklı bozunma gerçekleştirdiğini ve dolgu malzemelerinin bozunma sıcaklığını etkilemediğini ifade etmiştir (Toç, 2019).

Akcan yaptığı çalışmada; alüminyum kalıpların politetrafloroetilen kaplaması üzerine çalışmıştır. Çalışmasında altlık malzeme olarak Etial 171 alüminyum alaşımı, Alfa Aesar firmasından ağırlıkça %60 PTFE ve Sigma-Aldrich firmasından 1 μm partikül boyutuna sahip PTFE tozu kullanmıştır.

Üretilen kaplama numunelerinin karakterizasyonu için kalınlık ölçümü, yüzey pürüzlülüğü, optik mikroskop incelemeleri, SEM ve EDS incelemeleri, AFM ölçümleri, kontak açısı tespiti ve cross-cut yapışma deneyi, çekme deneyi ve XRD analizleri yapmış. Altlık malzemenin kaplama ile arasındaki bağlanmanın güçlü olmasını, yüzey üzerindeki nem, yağ gibi maddelerin temizlenmesi ve yüzey pürüzlülüğünün elde edilmesiyle gerçekleşeceğini belirtmiştir. Kumlanmış yüzeyin 7,07 μm, eloksallanmış yüzeyin 6,31 μm, parlatılmış-eloksallanmış yüzeyin 1,04 μm, parlatılmış yüzeyin 0,29 μm yüzey pürüzlülüğüne sahip olduğunu ölçmüştür. Yüzey pürüzlülük deneylerini inceleyerek kumlanmış yüzeyde kaplamanın daha iyi tutunabileceğini yorumlamıştır.

Mikroyapı incelemelerinde; kumlama sonucunda alüminyum yüzeyinde yükselti farklılıkları meydana gelmesinin diğer numunelere kıyasla daha fazla olduğunu yorumladığı için yüzey pürüzlülük değerinin de buna bağlı olarak yüksek çıkabildiğini ifade etmiştir. EDS analizinde ise meydana gelen oksijen (O) piklerinin, yüzeyde oksit tabakası oluşmasından dolayı meydana geldiğini belirtmiştir. Eloksallama kalınlığını ölçmüş ve 15 μm olduğunu tespit etmiştir.

Kumlanmış alüminyum altlık malzemesindeki nano SiO_2 toz katkılı ikinci bileşime sahip kaplama ile granit görünümlü polimer kaplamaların iyi özellik gösterdiklerini gözlemlemiş, kaplamaların temas açısı değerlerini sırasıyla 113,1° ve 134,5° olarak bulmuştur.

Cross-cut yapışma deneyinin sonucunda kaplamaların her ikisinin de ASTM 5B tipine uygun davranış sergilediğini tespit ederek bu sonucun, her iki kaplamanın da yüzeye tutunmasının iyi olduğunu ifade ettiğini belirtmiştir (Akcan, 2016).

Akıncı ve arkadaşı; alüminyum kalıplarının yüzeylerine politetrafloroetilen (PTFE), florlanmış etilen propilen (FEP), perfloroalkoksi (PFA), etilen tetrafloroetilen (ETFE) kaplandığında maliyet ve mekanik özellikler açısından gelişen özellikleri incelemişlerdir. Temas açısı, yüzey pürüzlülüğü, kaplama kalınlığı, yapışma, SEM gibi test yöntemleriyle çalışmışlardır.

Taramalı elektron mikroskop sonuçlarında numuneleri altın kaplama ile teste tabi tutmuşlardır. SEM görüntüleri yalnızca yüzeyden yapılmış ve AFM sonuçlarını desteklemek amacıyla görüntü olarak kullanılmış, yorumlamamışlardır. Altlık olarak alüminyum yüzey kullandığını ve kumlanmış-kumlanmamış yüzey olarak pürüzlülüğünü ölçerek kumlanmamış alüminyum yüzeyin 0,96 µm, kumlanmış alüminyum yüzeyin 2,71 µm olduğunu tespit etmiştir. Perfloroalkoksi ile kaplı yüzeyin 0,29 µm pürüzlülük değeri belirlenmiştir. Perfloroalkoksi kaplamanın temas açısı değeri en yüksek olup 107,1°, etilen tetrafloroetilen kaplama 99,2° olarak belirtilmiştir. Sonuç olarak en düşük yüzey pürüzlülüğünü PFA ile en yüksek ise ETFE ile ulaşılmıştır. Temas açıları irdelendiğinde ise en yüksek açı PFA kaplamada elde edilmiştir (Akinci & Cobanoglu, 2009).

Karakurt ve arkadaşları; dökme demir plakaları floro polimer esaslı malzeme ile kapladıktan sonra yüzeyin hidrofobiklik ve aşınma direnci konusunda çalışmışlardır. Ancak çalıştıkları floropolimer malzemeyi belirtmemişlerdir. Dökme demir plakanın floropolimer esaslı malzeme ile kaplanarak hidrofobik özelliğini ve aşınma direncini metal fırça düzeneği yardımıyla ölçebilmek adına kaplamanın öncelikle yüzeye tutunmasını hedeflemiştir. Hedefine uygun olarak yüzey temizliği ve zımparalama işlemi gerçekleştirilmiştir. Formülasyonun homojenliğinin sağlanması amacıyla manyetik karıştırıcı kullanılmış olup, akış hızı, mesafe, püskürtme çapı, kaplama süresi gibi parametreler tespit edilerek basınçlı sprey metodu yardımıyla kaplama gerçekleştirilmiştir.

Floropolimer esaslı malzeme ile kaplanan dökme demir plakaların hidrofobikliği ve aşınma davranışı incelendiğinde; kaplama yapılmayan plakanın temas açısı 57° tespit edilirken, kaplama yapılan plakanın temas açısı değeri 109° ile hidrofobik olduğu tespit edilmiştir. Aşınma davranışının tespiti amacıyla 500 rpm hızda aşındırma özelliğine sahip tel fırça yardımıyla kaplamasız plakanın 5 dakika sonunda kütle kaybı oranı %3 tespit edilirken, kaplamalı plakanın kütle kaybı %0,5 olarak tespit edilmiştir. Aşınma

sonrasında temas açısı değerleri yeniden incelendiğinde kaplamasız plaka 55° olup, kaplamalı plakanın temas açısı değeri 100° olarak belirlenmiştir. Bu duruma bağlı olarak floropolimer esaslı malzeme ile kaplanan yüzeyin hem mekanik aşınmaya karşı dirençli olduğunu hem de hidrofobik özelliğini koruyabildiğini gözlemlemiş ve belirtmiştir.

Çalışma sonuçlarını kaplama yapılmamış yüzey ile irdelemişlerdir. Bu çalışmada florlu polimer esaslı kaplama sayesinde metal yüzeylerin mekanik özelliklerinin iyileştirilmesinin mümkün olduğu tespit edilmiştir (Karakurt ve diğ., 2019).

Pehlivan ve arkadaşları; bakır plaka üzerine florlu polimerler ile kaplama yaparak çalışmışlardır. Ancak hangi floropolimer malzeme kullandıklarını belirtmemişlerdir. Bakır bir plakanın floropolimer esaslı malzeme ile kaplanarak hidrofobik özelliğini ve aşınma direncini ölçebilmek amacıyla çalışılmıştır. Boya tabancası yardımıyla 20 cm mesafe 30 s süre parametrelerini uygulamış, 350-450°C kurutma işlemine tabi tutmuşlardır.

Kaplamasız bakır plakanın temas açısı ölçülmüş olup 55° yani hidrofilik olarak belirlenmiştir ve kaplamalı bakır plakanın temas açısı 104° ölçülmüş olup hidrofobik olarak tespit edilmiştir. Floropolimer esaslı malzemeler floropolimerlerin içerisinde yer alan flor atomlarının su iticilik özelliklerine bağlı olarak, kaplama sonrasında bakır plakaların ıslanabilirlik özelliklerini azaltmışlardır yorumunu yapmışlardır.

Aşınma testi şartlarını; plakalara 20 mm yarıçapındaki ve 200 devir/dakika hızda dönen disk yardımıyla 20 dakika süre boyunca 20 Newton'luk basma kuvveti olarak belirtmiştir. Aşınma test sonuçlarına göre kaplamasız plakanın 4,0050 gram iken 4,2 mg kütle kaybı yaşadığı tespit edilirken, kaplamalı bakır plakanın 4,0008 gram iken 1,2 mg kütle kaybı yaşadığı tespit edilmiştir. Bu sonuçlara göre floropolimer esaslı malzeme ile kaplanan plakalarda aşınma miktarının %72 oranında düşürüldüğü tespit edilmiştir. Çalışmalarında hidrofobiklik ve aşınma üzerine iyileştirme hedeflemişlerdir (Pehlivan ve diğ., 2019).

Andreatta ve arkadaşları; teflonun gıda sektöründe kullanımını ve maruz kaldığı şartları inceleyerek yapışmaz kaplama özelliklerindeki değişimleri çalışmışlardır. Çalışmalarda kompozit politetrafloroetilen kullanılmış olup dolgu malzemelerinin boyutuna göre farklılaşan kaplama olduğu belirtilmiştir. Deney sonuçlarını yorumlayarak gıda endüstrisinde politetrafloroetilen esaslı kompozit malzemelerin kullanılması sonucunda

kaplamaların bozulmaya karşı hassaslaştığını, mekanik aşınma, termal yaşlanma, çatlamaya neden olduğunu, yapışma önleyici özelliklerde kayba neden olduğunu ve hasarlı bölgelerde yüzey kimyasının bozulduğunu anlatmışlardır. Simüle edilmiş termal yaşlanma yardımıyla, agresif maddelerin etkisi olmasa da servis süresinin etkilerini tekrarlayarak incelemeler gerçekleştirilmiştir. Termal analiz, XRD ve mekanik testlerin kombinasyonu yardımıyla, termal yaşlanma sırasında matris içinde meydana gelen mikroyapısal değişiklikleri incelemiş olup bu duruma bağlı olarak mekanik özelliklerin azalmasına yol açtığını belirtmiştir. Temaslı kızartma simülasyonu yardımıyla, 2 haftalık ısıl yaşlanmadan sonra, kaplamanın yapışma önleyici özelliklerinin güçlü bir şekilde azaldığını gözlemlemiştir. Simülasyonlardan ve arıza analizinden elde edilen sonuçlar sayesinde, yüksek hızlı pişirme uygulamaları için PTFE bazlı kompozit kaplamalarda meydana gelen bozulmanın nedenleri ve mekanizmaları hakkında yorum doğruluğunu güçlendirmiştir. Belirledikleri çalışma parametrelerini; temizlik maddeleri, mekanik aşınma, bozunma oranları, yüzey kimyası şeklinde sıralamaktadırlar. Sonuç olarak kullanım sağlığı ve ömrü konusunda yorum yapılmıştır (Andreatta ve diğ., 2020).

Delimi ve arkadaşları; floropolimer kaplamayı karbon çeliği üzerinde denemişlerdir. Metal oksite karşı kaplamanın dirençli olması sonucuna ulaşmışlardır. Çelik yüzey üzerinde nanometre kalınlığında floropolimer film oluşturmak amaçlanmıştır. 90 nanometre kalınlığındaki kaplamanın hidrofobikliğini belirlemek amacıyla ölçülen temas açısı değeri 112° olarak belirlenmiştir. Kaplamanın korozyon direncini belirlemek amacıyla %3 sodyum klorür sulu çözeltisiyle deney yapılmıştır (Delimi ve diğ., 2011).

BÖLÜM 3. DENEYSEL SONUÇLAR

3.1. Yüzey Pürüzlülüğü Ölçümü

Kaplama yapılmış numunelerin iki boyutlu yüzey pürüzlülük ölçümleri KLA Tencor marka ve P6 model yüzey pürüzlülük ölçüm cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Elmas sivri bir uç yardımıyla malzeme üzerinde dokunarak gezdirilmektedir ve sivri ucun girinti, çıkıntı, yüzey üzerinde hareketine bağlı olarak ekranda yüzey profilini oluşturan bir sisteme bağlı ölçüm gerçekleştirilmektedir. Elmas uç 2,5 µm eğrilik yarıçapı ve 90º uç açısı ile ölçüm yapılmıştır. Elmas ucun olduğu kol sürücü ünitesine bağlıdır ve elmas ucun yüzeyde gezinmesi sırasında elektro-mekanik dönüştürücüler sayesinde gezinme hareketleri elektrik sinyallerine dönüştürülmektedir. Elektrik sinyalleri cihazın güçlendiricilerinden geçer, böylelikle pürüzlülük sonuçları elde edilmektedir. Ra değeri ortalama pürüzlülüğü ifade ederken; Rp en yüksek pik, Rv en derin pik, Rt ise her ikisinin toplamı olan pik olarak ifade edilmektedir (URL-14, 2021).

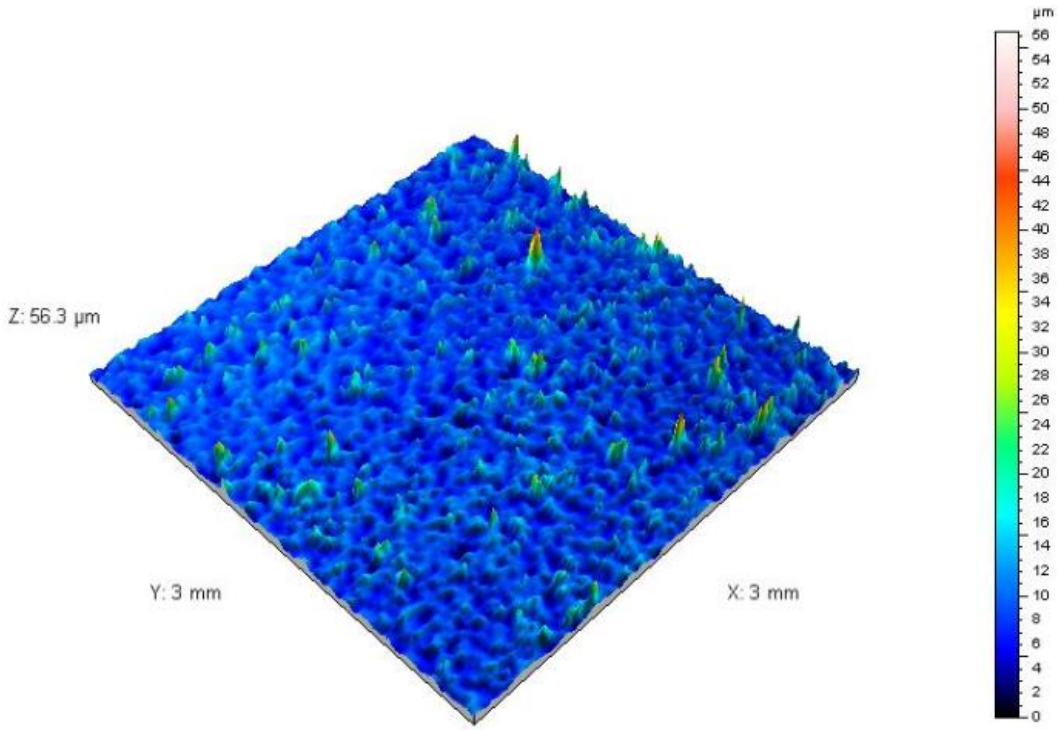
Kaplama yapılmış numunelerin üç boyutlu olarak yüzey pürüzlülük ölçümleri KLA Tencor marka ve P6 model yüzey pürüzlülük ölçüm cihazı kullanılarak yapılmıştır. Aşağıdaki şekillerde deney sonuçlarında elde edilen yüzey pürüzlülük grafikleri ve 3D görünümleri gösterilmiştir. Aşağıdaki Şekil 2.3, 2.5, 2.7'de x, y, z ifadeleri koordinatları belirtmektedir. Numune plakaları 3x3 mm^2 boyutlarında hazırlanmış olup x ve y ifadeleri kare plakanın iki kenarını belirtirken, z ifadesi pürüzlülüğün yüksekliğini belirtmektedir. Yükseklik birimi mikrometredir ve yan tarafta bulunan mikrometre doğrusunda değer arttıkça renkler değişmektedir. 3D boyutlu görüntüdeki renkler mikrometre doğrusuna bakılarak yorumlanırsa pürüzlülüğün hangi noktalarda yükselti yaptığı ifade edilebilmektedir.

Bu ölçüm cihazı sayesinde ölçümler International Organization for Standardization (ISO) yani Uluslararası Standartlar Teşkilatı standartına ait yüzey yapısının parametrelerini kapsayan ISO 4287 standartına uygun gerçekleştirilmiştir. Şekil 3.1, 3.2, 3.3'te verilen

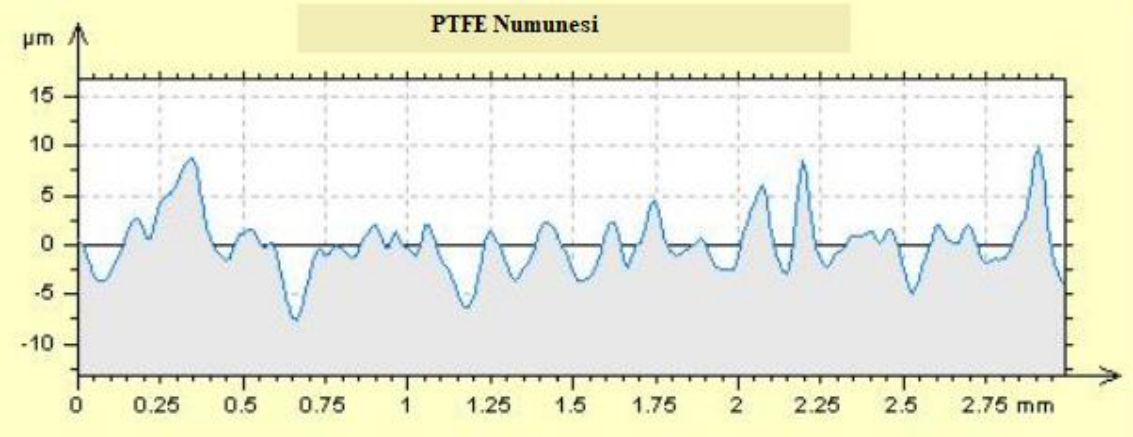
grafikte x koordinatı değerlendirme uzunluğunu mm cinsinden, y koordinatı dalga uzunluğunu µm cinsinden ifade etmektedir.

Tablo 3.1, 3.2, 3.3 ve 3.4'te yer alan;

a) Rp parametresi: Pürüzlülük profilinde, bir numune uzunluğu içinde profilin ortalama çizgiden en yüksek noktasının yüksekliği
b) Rv parametresi: Ölçüm alınan noktalardan en derin olanın yüksekliği
c) Rz parametresi: Ölçüm alınan 5 ölçüm noktasından maksimum yükseklik ile maksimum derinlik değerlerinin toplamı
d) Rt parametresi: Tüm ölçüm uzunluğu için maksimum yükseklik ile maksimum derinliğin toplamı
e) Ra parametresi: Aritmetik ortalama sapma değerlerini ifade etmektedir (Aksulu, 2007).



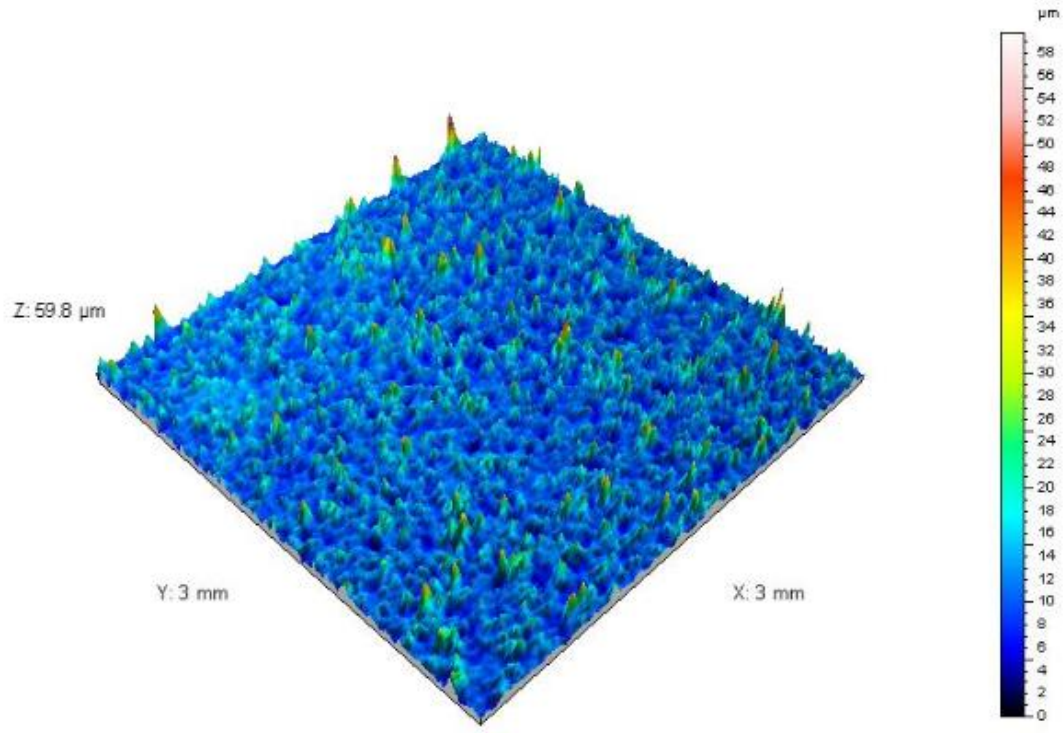
Şekil 3. 1 : PTFE kaplanmış numunenin 3D yüzey pürüzlülük görünümü.



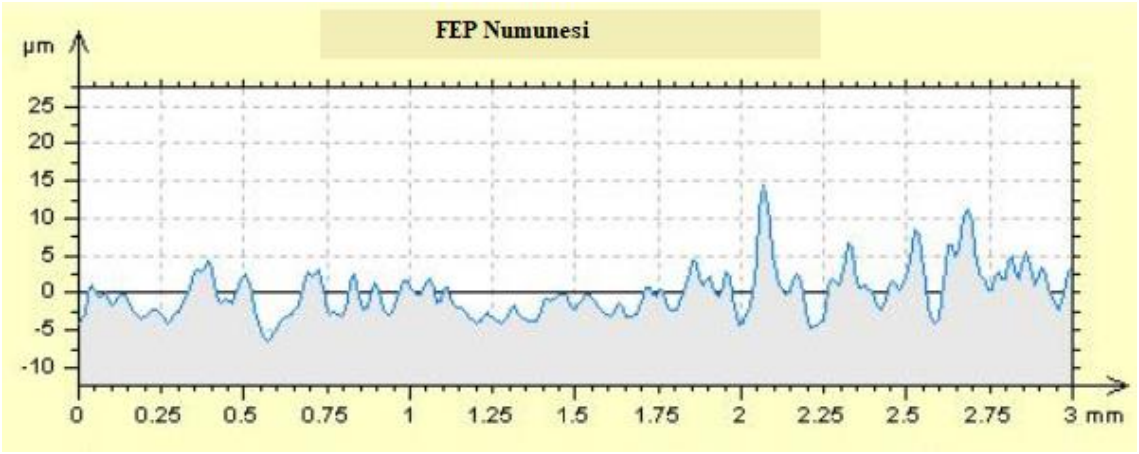
Şekil 3. 2 : PTFE kaplanmış numunenin 2D yüzey pürüzlülüğü.

Tablo 3. 1 : PTFE kaplanmış numunenin 2D yüzey pürüzlülük değerleri.

Parametre	Değer	Birim
Rp	7,29	µm
Rv	6,13	µm
Rz	13,4	µm
Rt	134	µm
Ra	1,77	µm



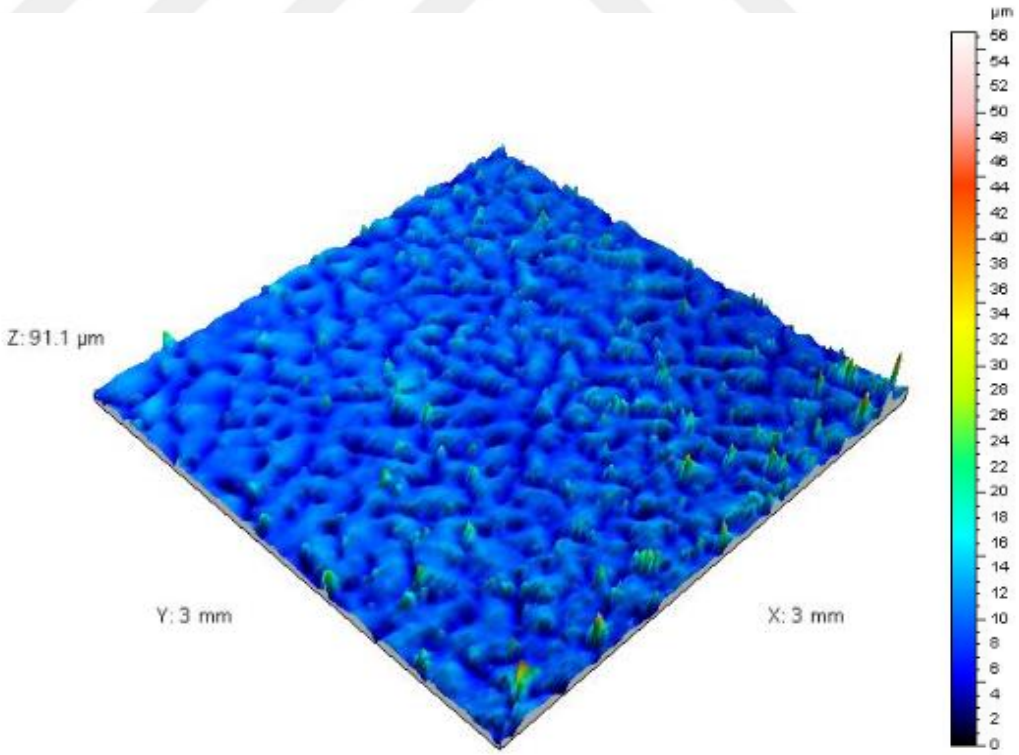
Şekil 3. 3 : FEP kaplanmış numunenin 3D yüzey pürüzlülük görünümü.



Şekil 3. 4 : FEP kaplanmış numunenin 2D yüzey pürüzlülüğü.

Tablo 3. 2 : FEP kaplanmış numunenin 2D yüzey pürüzlülük değerleri.

Parametre	Değer	Birim
Rp	12	µm
Rv	6,54	µm
Rz	18,6	µm
Rt	18,6	µm
Ra	1,88	µm



Şekil 3. 5 : PFA kaplanmış numunenin 3D yüzey pürüzlülük görünümü.



Şekil 3. 6 : PFA kaplanmış numunenin 2D yüzey pürüzlülüğü.

Tablo 3. 3 : PFA kaplanmış numunenin 2D yüzey pürüzlülük değerleri

Parametre	Değer	Birim
Rp	8,04	µm
Rv	7,77	µm
Rz	15,8	µm
Rt	15,8	µm
Ra	2,62	µm

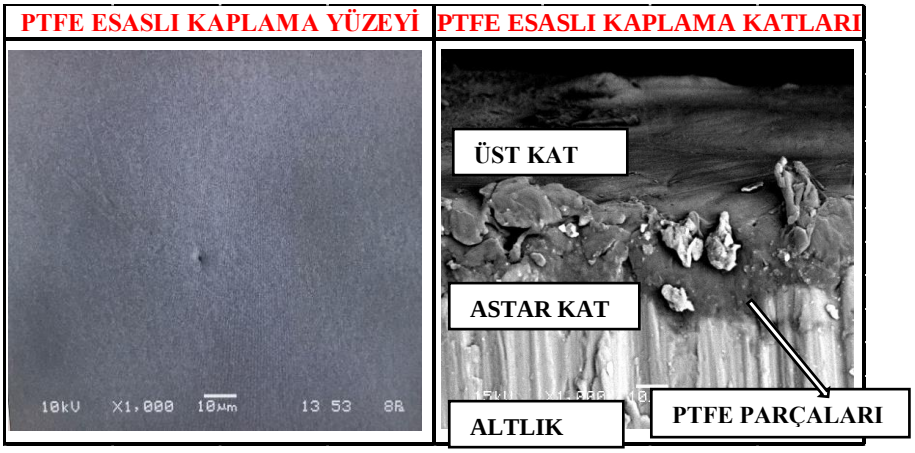
Tablo 3. 4 : PTFE, FEP, PFA kaplanmış numunelerinin değerlerinin irdelenmesi.

Parametre	PTFE	FEP	PFA	Birim
Rp	7,29	12	8,04	µm
Rv	6,13	6,54	7,77	µm
Rz	13,4	18,6	15,8	µm
Rt	134	18,6	15,8	µm
Ra	1,77	1,88	2,62	µm

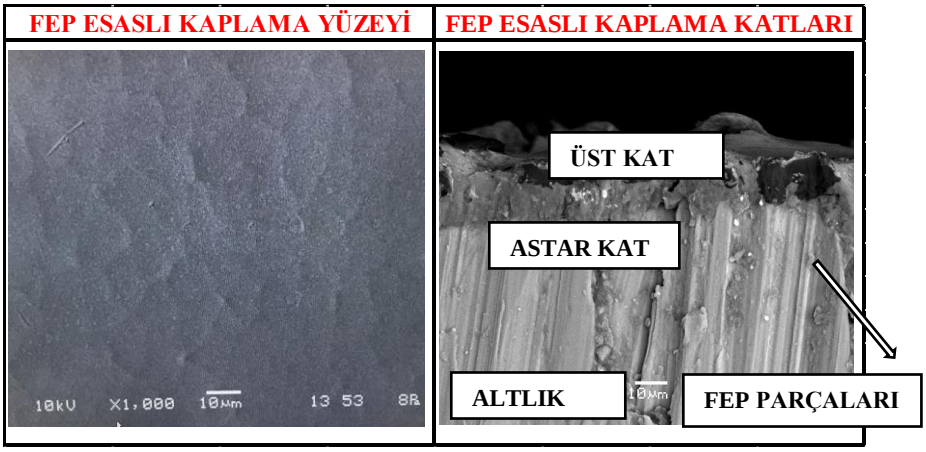
Tablo 3.4'e göre değerler birbirleri arasında irdelendiğinde ortalama pürüzlülük değeri olan Ra değerlerine göre en gözenekli denilebilecek yapı sırasıyla PFA>FEP>PTFE şeklinde ifade edilebilmektedir. Pürüzlülük ölçümü kaplama numunelerinin yüzeyinden yapılması sebebiyle pürüzlülük değerleri 3 boyutlu görüntülerinin yanı sıra aynı zamanda yüzeyden alınan EDS görüntüleri yardımıyla da desteklenebilmektedir. Ayrıca literatür çalışmalarına göre yorum yapıldığından Akıncı ve arkadaşları çalışmasında, en yüksek temas açısına sahip olan floropolimerinin en düşük yüzey pürüzlülük değerine sahip olduğunu belirtmiştir. Bu durumda temas açısı değerleri ile yüzey pürüzlülük değerlerinin birbirini desteklemesi gerekmektedir yorumu yapılabilmektedir.

3.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM-EDS)

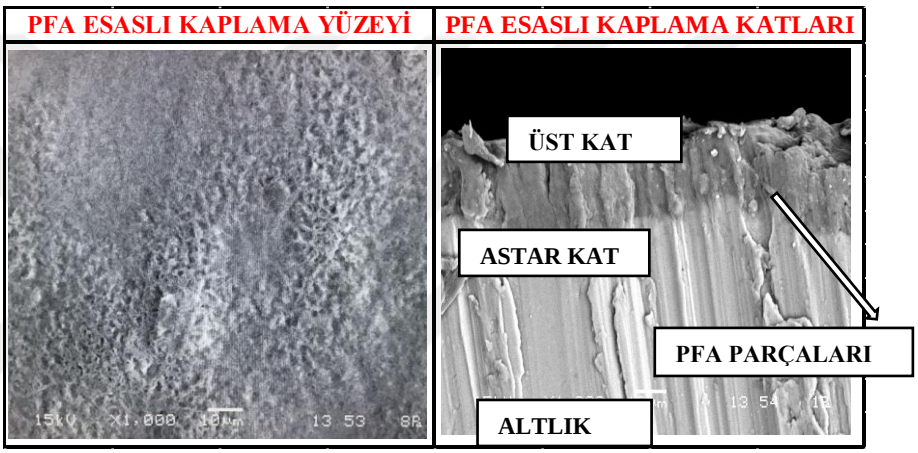
Taramalı elektron mikroskobu analizleri yüzeyden ve numune kesitlerinden yapılmıştır. Tez çalışması kapsamında öncelikle yüzeyden görüntü alınmıştır ardından numunelerden kesit yapılarak kaplama katları tespit edilip görüntü üzerinde belirtilmiştir. Kaplama numunelerinin üst kat formülasyonunda değiştirilen %50 oranlı floropolimerlerin varlığı EDS analizlerinde ortaya çıkan pikler sayesinde yorumlanmaktadır. Kesit görünümleri detaylı incelendiğinde astar kat ve üst kat birleşimlerinde oluşan kimyasal yapılardan dolayı formülasyonda yer alan floropolimerlerin parçacıkları gözlemlenebilmektedir. Şekil 3.7, Şekil 3.8 ve Şekil 3.9'da numunelerin yüzey ve kesit görünümleri verilmiştir. Yüzeylerden alınan görüntüler incelendiğinde kaplama parametrelerininde aynı olduğu göz önünde bulundurulduğunda PFA katkılı kaplamanın en gözenekli yapıya sahip olduğunu, FEP katkılı kaplamanın kıyasla daha az pürüzlü bir yapıya ve PTFE kaplamanın neredeyse pürüzsüz bir yapıya sahip olduğu yorumu yapılmaktadır. FEP, PTFE' ye alternatif olarak keşfedilen ve işleme kolaylığı açısından avantaj sağlayan bir floropolimerdir. Aynı zamanda kopolimer olması sebebiyle porozitesiz bir yapıya sahip olduğu bilinmektedir. Bunlara bağlı olarak kaplama yüzeyleri arasında gözenek attıkça kaplamanın tutunma durumunun olumlu etkilendiği ifade edilebilir.



Şekil 3. 7 : PTFE kaplanmış numunenin yüzey ve kesit görünümü.

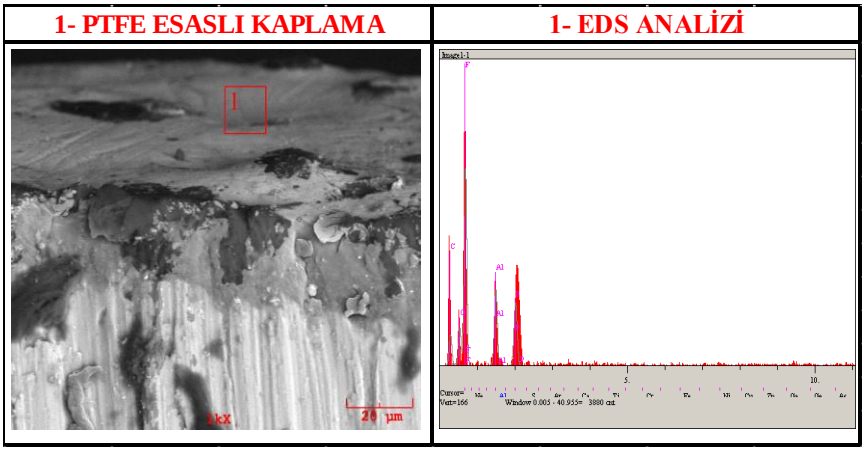


Şekil 3. 8 : FEP kaplanmış numunenin yüzey ve kesit görünümü.



Şekil 3. 9 : PFA kaplanmış numunenin yüzey ve kesit görünümü.

Aşağıda yer alan Şekil 3.10'da 1 numara ile gösterilen alandan alınan SEM görüntüsünü taramalı elektron mikroskop yardımıyla aynı zamanda elementel analizi EDS analizinde gösterilmektedir. Pik yapan elementler incelendiğinde PTFE'ye ait olan C-F bağları sebebiyle F piki ve C piki tespit edilmektedir. Tablo 3.5'te 1 numaralı görüntü alanının EDS analizi sonuçları paylaşılmıştır.

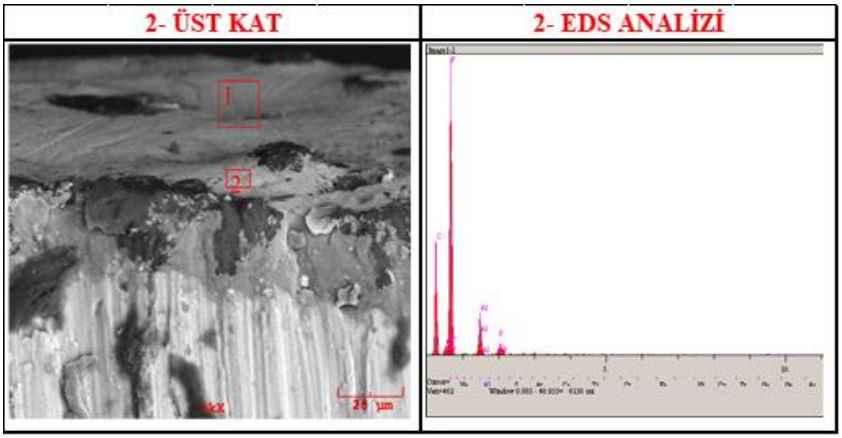


Şekil 3. 10 : PTFE kaplanmış numunenin 1 numara ile gösterilen PTFE kaplamanın SEM görüntüsü ve EDS analizi.

Tablo 3. 5 : PTFE kaplanmış numunenin 1 numara ile gösterilen PTFE kaplamanın EDS analizi sonuçları.

Element	Konsantrasyon	Birimi	
C	19.457	Ağ. %	
O	11.700	Ağ. %	
F	48.035	Ağ. %	
Al	10.743	Ağ. %	
P	10.065	Ağ. %	
	100.000	Ağ. %	Toplam

Aşağıda yer alan Şekil 3.11'de 2 numara ile gösterilen yüzeyden görüntü alınan alandan üst kat formülasyonuna bağlı olarak EDS analizi incelendiğinde C, F, Al, O pikleri tespit edilmektedir. Alt kat kaplamasına yaklaştıkça Al ve O piklerinin var olduğu gözlemlenmektedir. Bunun sebebi Al2O3 dolgu malzemesinin öncelikle alt kat formülasyonunda katılmasıdır. Tablo 3.6'da 2 numaralı görüntü alanının EDS analizi sonuçları paylaşılmıştır.

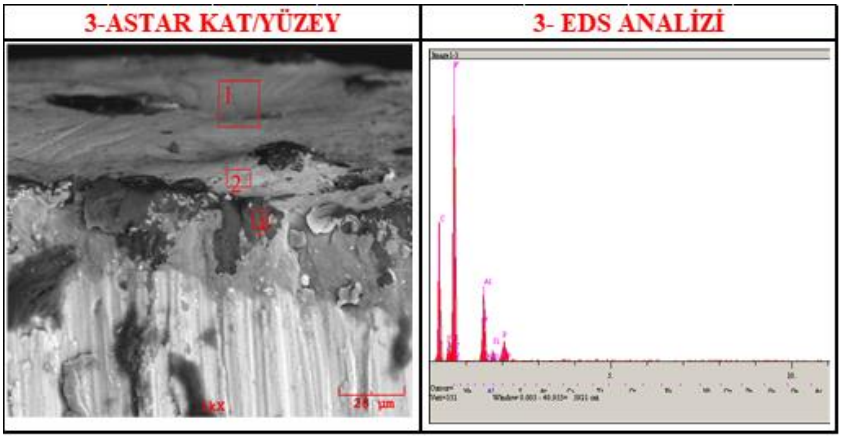


Şekil 3. 11 : PTFE kaplanmış numunenin 2 numara ile gösterilen kaplamanın SEM görüntüsü ve EDS analizi.

Tablo 3. 6: PTFE kaplanmış numunenin 2 numara ile gösterilen kaplamanın EDS analizi sonuçları.

Element	Konsantrasyon	Birimi	
C	23.288	Ağ. %	
O	4.061	Ağ. %	
F	62.545	Ağ. %	
Al	8.102	Ağ. %	
P	2.003	Ağ. %	
	100.000	Ağ. %	Toplam

Aşağıda yer alan Şekil 3.12'de 3 numara ile gösterilen yüzeye yakın görüntü alınan alandan astar kat formülasyonuna bağlı olarak EDS analizi incelendiğinde C, F, Al, O ayrıca dolgu malzemelerinden gelen Si pikleri tespit edilmektedir. Si pikleri kaplamanın dayanımını arttırmak adına kolloidal silika olarak katıldığı için pik vermiştir. Tablo 3.7'de 3 numaralı görüntü alanının EDS analizi sonuçları paylaşılmıştır.

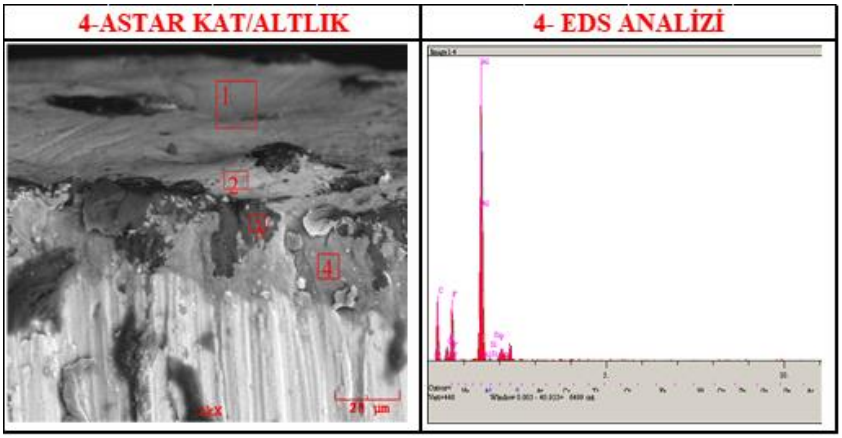


Şekil 3. 12 : PTFE kaplanmış numunenin 3 numara ile gösterilen kaplamanın SEM görüntüsü ve EDS analizi.

Tablo 3. 7 : PTFE kaplanmış numunenin 3 numara ile gösterilen kaplamanın EDS analizi sonuçları.

Element	Konsantrasyon	Birimi	
C	27.456	Ağ. %	
O	7.149	Ağ. %	
F	50.892	Ağ. %	
Al	10.562	Ağ. %	
Si	1.530	Ağ. %	
P	2.410	Ağ. %	
	100.000	Ağ. %	Toplam

Aşağıda yer alan Şekil 3.13'te 4 numara ile gösterilen altlık malzemeye yakın görüntü alınan alandan astar kat formülasyonuna bağlı olarak EDS analizi incelendiğinde C, F, Al, O, Si pikleri tespit edilmektedir. Altlık malzemeye yaklaştıkça altlıktan gelen ve dolgu malzemesinden gelen Al, Si, O, C pikinin arttığı gözlemlenmektedir. Görüntü alınan noktanın analizi incelendiğinde pik oranları ve % elementel analizi bulunduğu kata veya formülasyonun homojenliğine bağlı olarak değişim gösterdiği yorumu yapılabilmektedir. Tablo 3.8'de 4 numaralı görüntü alanının EDS analizi sonuçları paylaşılmıştır.

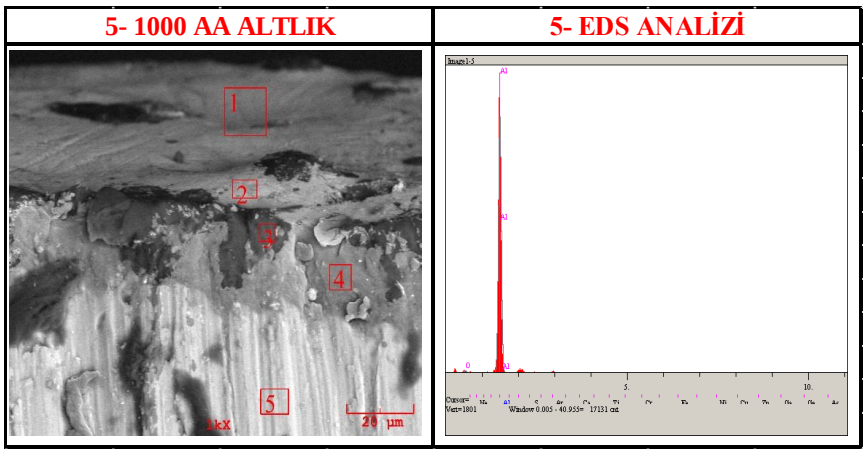


Şekil 3. 13 : PTFE kaplanmış numunenin 4 numara ile gösterilen kaplama ve altlığın SEM görüntüsü ve EDS analizi.

Tablo 3. 8 : PTFE kaplanmış numunenin 4 numara ile gösterilen kaplama ve altlığın EDS analizi sonuçları.

Element	Konsantrasyon	Birimi	
C	27.851	Ağ. %	
O	7.983	Ağ. %	
F	16.585	Ağ. %	
Al	40.875	Ağ. %	
Si	0.416	Ağ. %	
P	2.160	Ağ. %	
	100.000	Ağ. %	Toplam

Aşağıda yer alan Şekil 3.14'te 5 numara ile gösterilen altlık malzemeye yakın görüntü alınan alandan 1000 AA altlık malzemesine bağlı olarak EDS analizi incelendiğinde yüksek bir Al ve düşük bir O piklerinin olduğu gözlemlenmektedir. Tablo 3.9'da 5 numaralı görüntü alanının EDS analizi sonuçları paylaşılmıştır.

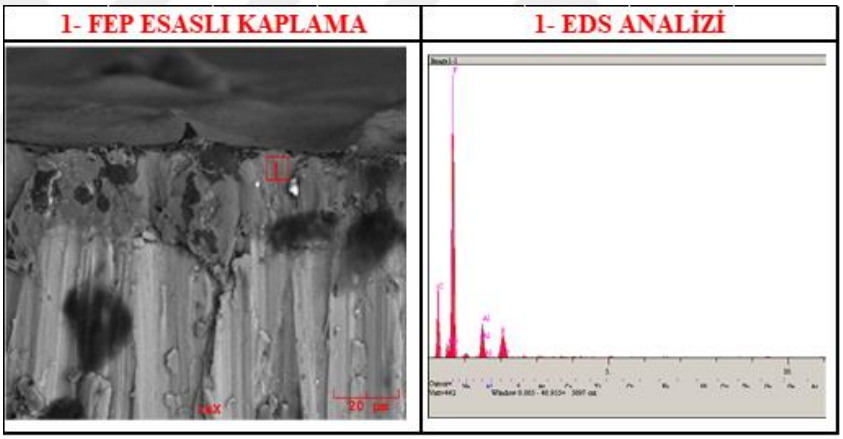


Şekil 3. 14: PTFE kaplanmış numunenin 5 numara ile gösterilen Alüminyum altlık malzemenin SEM görüntüsü ve EDS analizi.

Tablo 3. 9 : PTFE kaplanmış numunenin 5 numara ile gösterilen alüminyum altlık malzemenin eds analizi sonuçları.

Element	Konsantrasyon	Birimi	
O	2.880	Ağ. %	
Al	97.120	Ağ. %	
	100.000	Ağ. %	Toplam

Aşağıda yer alan Şekil 3.15'te 1 numara ile gösterilen görüntü alınan alandan üst kat formülasyonuna bağlı olarak EDS analizi incelendiğinde pigmentten ve FEP kimyasal bağlarına ait C, F pikleri ile düşük oranlarda Al, O pikleri tespit edilmektedir. Floropolimerden gelen piklerin yanı sıra alt kata yakın alınan görntüde % elementel olarak Si elementinin piki de tespit edilmiştir. Si piklerinin sebebi kolloidal silika ve SiC dolgu malzemesi katkısıdır. Kolloidal silika katkısı kaplamanın dayanımı arttırmak amacıyla formülasyona eklenmiştir. Tablo 3.10'da 1 numaralı görüntü alanının EDS analizi sonuçları paylaşılmıştır.



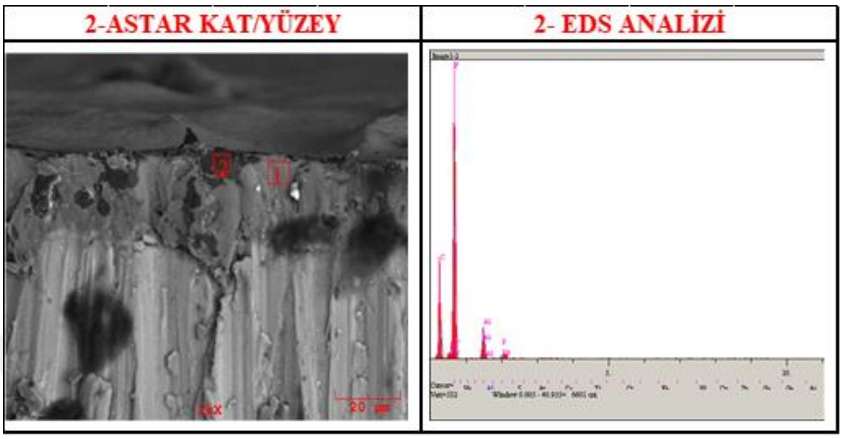
Şekil 3. 15 : FEP kaplanmış numunenin 1 numara ile gösterilen FEP kaplamanın SEM görüntüsü ve EDS analizi.

Tablo 3. 10 : FEP kaplanmış numunenin 1 numara ile gösterilen FEP kaplamanın EDS analizi sonuçları.

Element	Konsantrasyon	Birimi	
C	19.804	Ağ. %	
O	5.469	Ağ. %	
F	62.304	Ağ. %	
Al	7.470	Ağ. %	
Si	1.482	Ağ. %	
P	3.471	Ağ. %	
	100.000	Ağ. %	Toplam

Aşağıda yer alan Şekil 3.16'da 2 numara ile gösterilen yüzeye yakın görüntü alınan alandan astar kat formülasyonuna bağlı olarak EDS analizi incelendiğinde C, F, O ayrıca

dolgu malzemelerinden gelen Al pikleri tespit edilmektedir. Al ve O piklerinin alümina dolgu malzemesinden tespit edilen pikler olduğu yorumu yapılabilmektedir. O aynı zamanda oksit tabakası olarakta ifade edilebilmektedir. Tablo 3.11'de 2 numaralı görüntü alanının EDS analizi sonuçları paylaşılmıştır.

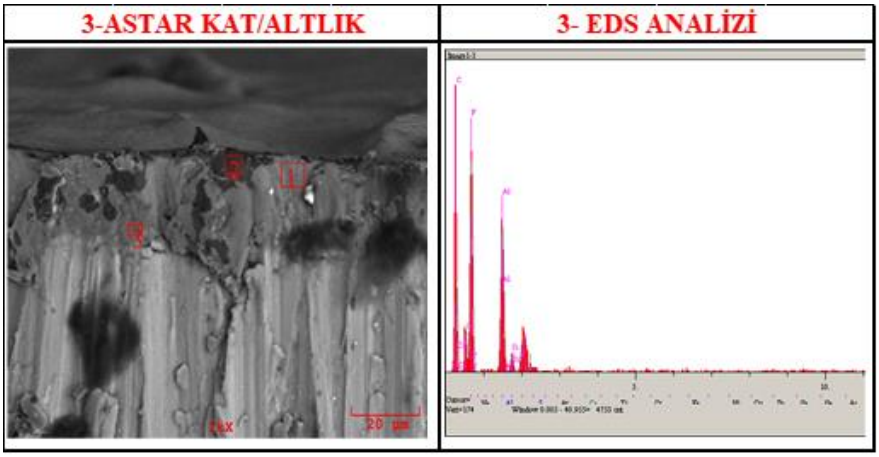


Şekil 3. 16 : FEP kaplanmış numunenin 2 numara ile gösterilen FEP kaplamanın SEM görüntüsü ve EDS analizi.

Tablo 3. 11 : FEP kaplanmış numunenin 2 numara ile gösterilen FEP kaplamanın EDS analizi sonuçları.

Element	Konsantrasyon	Birimi	
C	25.189	Ağ. %	
O	3.282	Ağ. %	
F	63.837	Ağ. %	
Al	6.464	Ağ. %	
Si	0.258	Ağ. %	
P	0.971	Ağ. %	
	100.000	Ağ. %	Toplam

Aşağıda yer alan Şekil 3.17'de 3 numara ile gösterilen altlık malzemeye yakın görüntü alınan alandan astar kat formülasyonuna bağlı olarak EDS analizi incelendiğinde C, F, Al, O, Si pikleri tespit edilmektedir. Pigmentten ve FEP kimyasal bağlarından gelen C oranının daha fazla olduğu ve dolgu malzemelerinden dolayı Al, Si piklerinden de oranlarının daha fazla olduğu yorumu yapılabilmektedir. Floropolimer katkısı üst kat formülasyonunda gerçekleştirilmesi sebebiyle alt kattan görüntü alındığı için % elementel oranının azaldığı tespit edilmektedir. Si pikleri hem dolgu malzemesinden hem de kaplamanın dayanımını arttıran kolloidal silika sebebiyle, görüntünün alındığı noktanın kimyasal bağ yapısına bağlı olarak % elementel oranında değişiklik göstermektedir. Tablo 3.12'da 3 numaralı görüntü alanının EDS analizi sonuçları paylaşılmıştır.

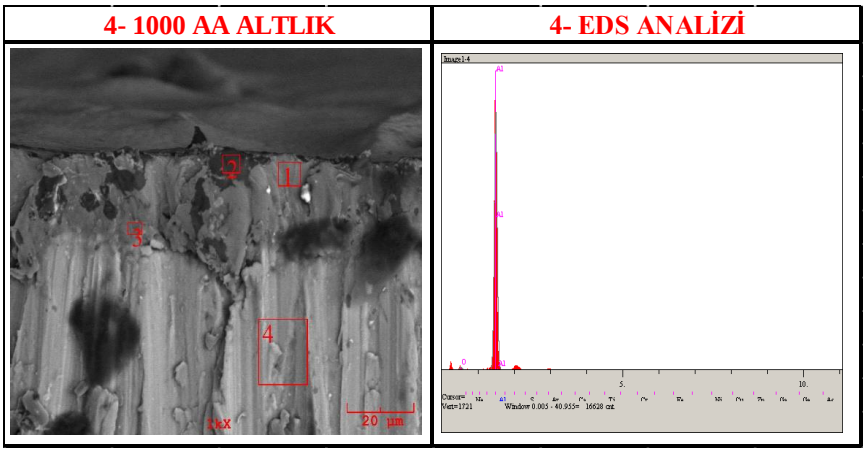


Şekil 3. 17 : FEP kaplanmış numunenin 3 numara ile gösterilen FEP kaplamanın SEM görüntüsü ve EDS analizi.

Tablo 3. 12 : FEP kaplanmış numunenin 3 numara ile gösterilen kısmen FEP kaplamanın EDS analizi sonuçları.

Element	Konsantrasyon	Birimi	
C	32.415	Ağ. %	
O	10.275	Ağ. %	
F	35.419	Ağ. %	
Al	12.086	Ağ. %	
Si	6.793	Ağ. %	
P	3.011	Ağ. %	
	100.000	Ağ. %	Toplam

Aşağıda yer alan Şekil 3.18'de 4 numara ile gösterilen altlık malzemeye yakın görüntü alınan alandan 1000 AA altlık malzemesine bağlı olarak EDS analizi incelendiğinde yüksek bir Al ve düşük bir O piklerinin olduğu gözlemlenmektedir. Tablo 3.13'te 4 numaralı görüntü alanının EDS analizi sonuçları paylaşılmıştır.

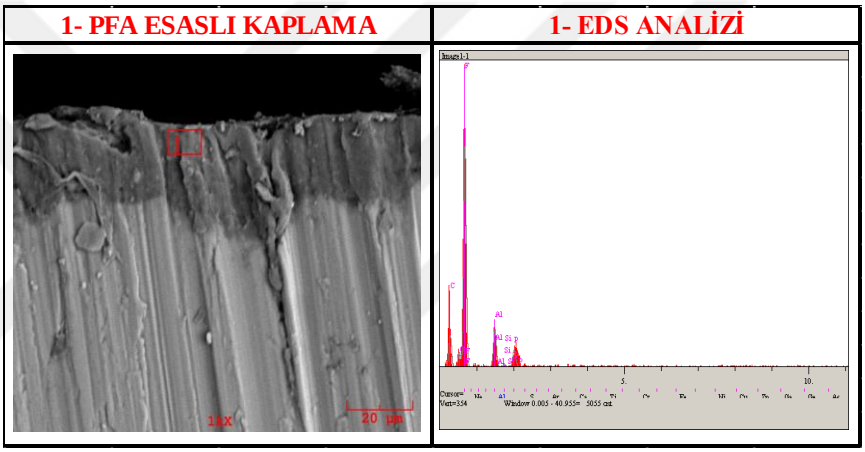


Şekil 3. 18 : FEP kaplanmış numunenin 4 numara ile gösterilen Alüminyum altlık malzemenin SEM görüntüsü ve EDS analizi

Tablo 3. 13 : FEP kaplanmış numunenin 4 numara ile gösterilen alüminyum altlık malzemenin EDS analizi sonuçları.

Element	Konsantrasyon	Birimi	
O	3.490	Ağ. %	
Al	96.510	Ağ. %	
	100.000	Ağ. %	Toplam

Aşağıda yer alan Şekil 3.19'da 1 numara ile gösterilen astar kata yakın görüntü alınan alandan üst kat formülasyonuna bağlı olarak EDS analizi incelendiğinde PFA kimyasal bağ yapısından dolayı C, F, Al, O pikleri tespit edilmektedir. Aynı zamanda astar kata yakınlığından dolayı Si pikide tespit edilmektedir. Tablo 3.14'de 1 numaralı görüntü alanının EDS analizi sonuçları paylaşılmıştır.



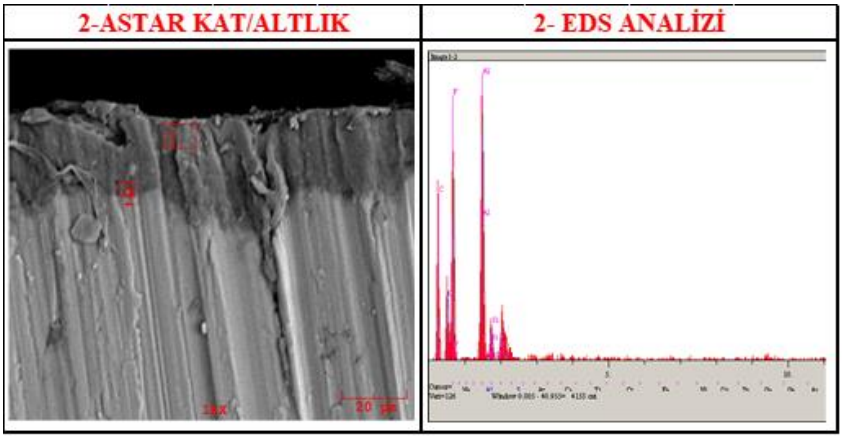
Şekil 3. 19 : PFA kaplanmış numunenin 1 numara ile gösterilen PFA kaplamanın SEM görüntüsü ve EDS analizi

Tablo 3. 14 : PFA kaplanmış numunenin 1 numara ile gösterilen PFA kaplamanın EDS analizi sonuçları

Element	Konsantrasyon	Birimi	
C	20.260	Ağ. %	
O	6.014	Ağ. %	
F	61.883	Ağ. %	
Al	7.738	Ağ. %	
Si	0.358	Ağ. %	
P	3.748	Ağ. %	
	100.000	Ağ. %	Toplam

Aşağıda yer alan Şekil 3.20'de 2 numara ile gösterilen altlık malzemeye yakın görüntü alınan alandan astar kat formülasyonuna bağlı olarak EDS analizi incelendiğinde C, F, Al, O, Si pikleri tespit edilmektedir. Pigmentten ve PFA kimyasal bağlarından ve dolgu malzemelerinden dolayı Al, Si piklerinden de oranlarının daha fazla olduğu yorumu

yapılabilmektedir. Tablo 3.15'te 2 numaralı görüntü alanının EDS analizi sonuçları paylaşılmıştır.

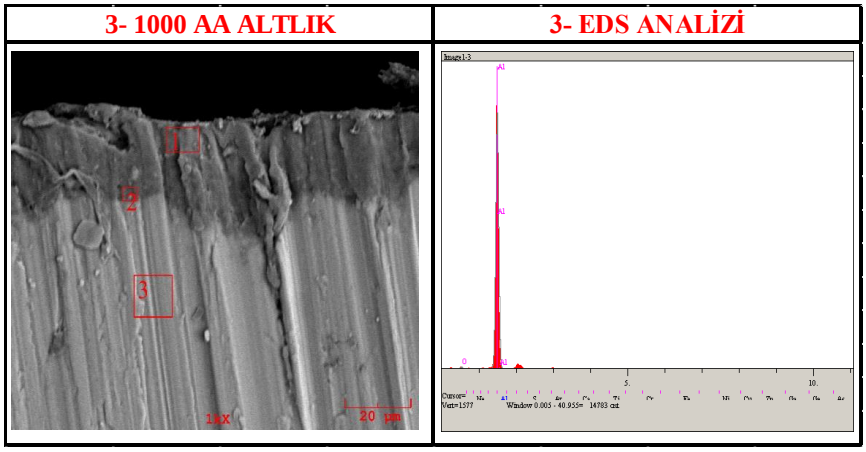


Şekil 3. 20 : PFA kaplanmış numunenin 2 numara ile gösterilen kaplamanın SEM görüntüsü ve EDS analizi

Tablo 3. 15 : PFA kaplanmış numunenin 2 numara ile gösterilen kaplamanın EDS analizi sonuçları

Element	Konsantrasyon	Birimi	
C	23.969	Ağ. %	
O	14.242	Ağ. %	
F	29.936	Ağ. %	
Al	18.981	Ağ. %	
Si	10.371	Ağ. %	
P	2.501	Ağ. %	
	100.000	Ağ. %	Toplam

Aşağıda yer alan Şekil 3.21'de 3 numara ile gösterilen altlık malzemeye yakın görüntü alınan alandan 1000 AA altlık malzemesine bağlı olarak EDS analizi incelendiğinde yüksek bir Al ve düşük bir O pikinin olduğu gözlemlenmektedir. Tablo 3.16'da 3 numaralı görüntü alanının EDS analizi sonuçları paylaşılmıştır.



Şekil 3. 21: PFA kaplanmış numunenin 3 numara ile gösterilen Alüminyum altlık malzemenin SEM görüntüsü ve EDS analizi.

Tablo 3. 16 : PFA kaplanmış numunenin 3 numara ile gösterilen Alüminyum altlık malzemenin EDS analizi sonuçları.

Element	Konsantrasyon	Birimi	
O	2.267	Ağ. %	
Al	97.733	Ağ. %	
	100.000	Ağ. %	Toplam

3.3. Kaplamaların Termogravimetrik (TGA) Analizleri

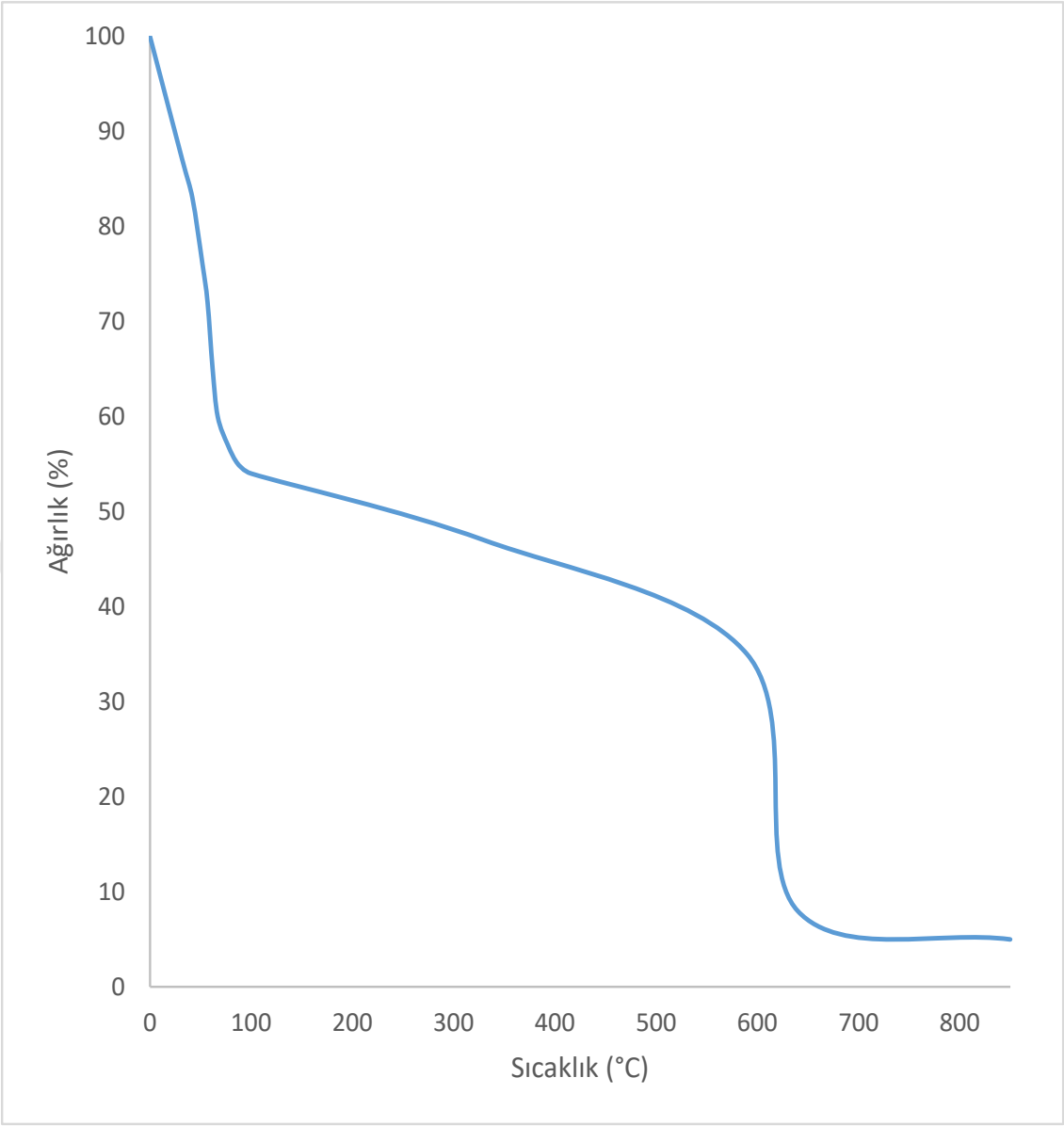
Yapışmaz kaplama uygulanan numunelerin TGA analizi için Perkin Elmer TGA 4000 adı verilen cihaz kullanılmıştır. Bu cihaz yardımıyla numuneye dakikada 30°C ısıtma hızıyla ve azot atmosferi altında 800°C'ye kadar analiz gerçekleştirilmiştir. Şekil 3.22'de cihaz görseli paylaşılmıştır.

Şekil 3.23, Şekil 3.24 ve Şekil 3.25'te yer alan TGA analizleri incelendiğinde seçilen floropolimerlerin bağ yapıları, benzerlikleri göz önüne alındığında ve bozunma sıcaklıklarına bağlı olarak aynı zamanda kaplama formülasyon içerikleri aynı olduğundan bozunma pikleri ve bozunma sıcaklarının yaklaşık olarak aynı olduğu gözlemlenmektedir. Başlangıçta kütle %100 kabul edilmektedir. Sıcaklıkla beraber bozunma gerçekleştiğinde kütle kaybı olmaktadır (Toç, 2019).



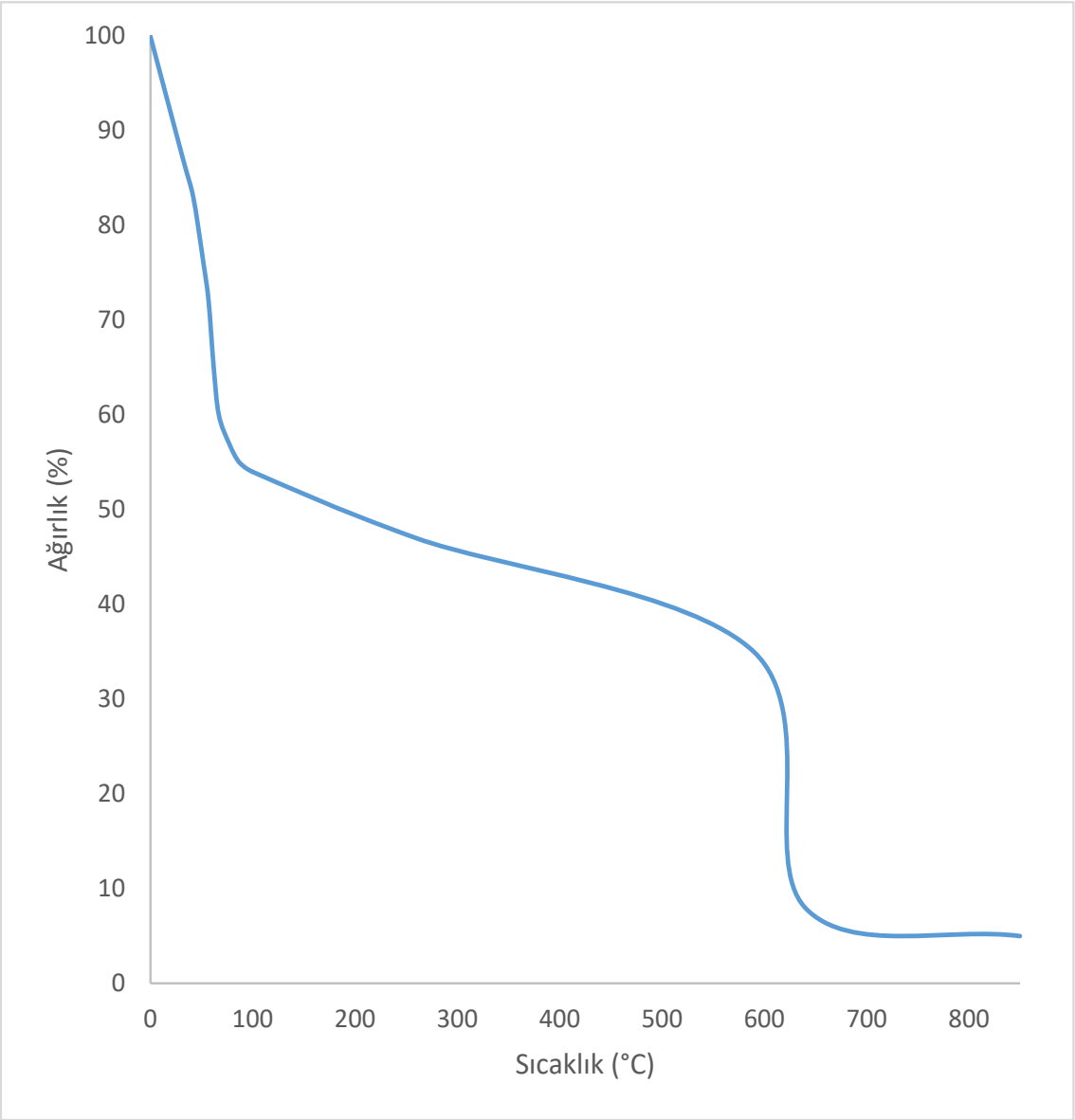
Şekil 3. 22 : Termogravimetrik analiz cihazı.

TGA analizi grafiklerinde sıcaklığa bağlı olarak kütle değişimi gösterilmiştir. Ağırlık % değer ile, sıcaklık ºC ile gösterilmiştir.



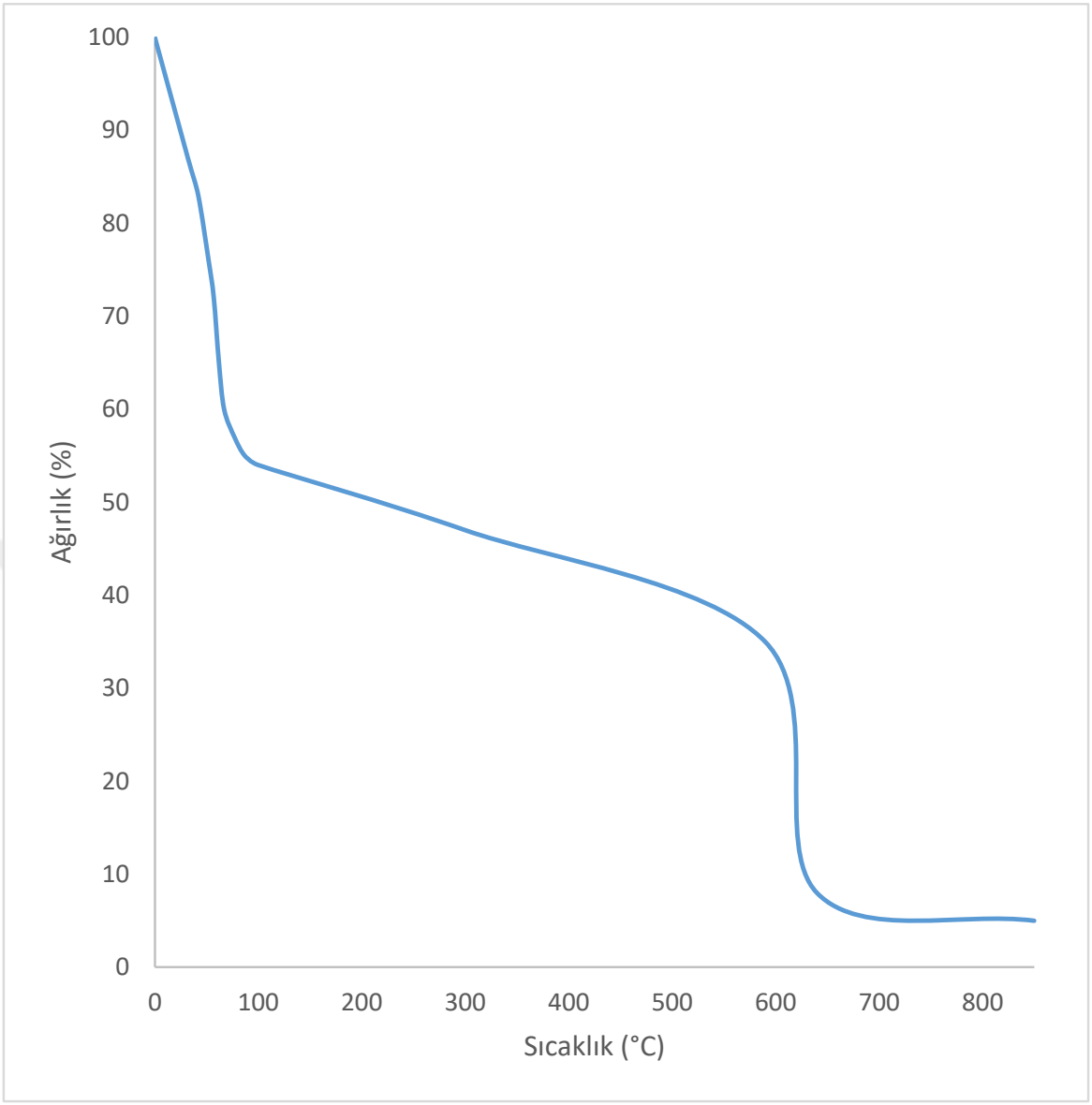
Şekil 3. 23 : PTFE termogravimetrik analizi.

PTFE formülasyonlu kaplamanın TGA analizi incelendiğinde 2 basamaklı bozunma gerçekleştiği belirlenmektedir. Buna göre yorum olarak 1. basamakta 0-200°C aralığında çözücü (aromatik ya da alifatik hidrokarbonlar), su vb. maddelerin kaybı yaşanmıştır yorumu yapılabilmektedir. 200-400°C aralığında yüzey aktif maddeler küte kaybına uğramıştır. PTFE ergime sıcaklığı 330°C olarak kabul edilmektedir. 450-500°C'de Florlu gruplar yapıdan ayrılmaktadır. Kütle kaybı sıfıra yaklaşmıştır ancak sıfır olarak tamamen bitmemiştir, bunun sebebi kül miktarıdır. Yapıda yer alan pigment maddelerin külü mevcuttur.



Şekil 3. 24 : FEP termogravimetrik analizi.

FEP formülasyonlu kaplamanın TGA analizi incelendiğinde 2 basamaklı bozunma gerçekleştiği belirlenmektedir. Buna göre yorum olarak 1. basamakta 0-200°C aralığında çözücü (aromatik ya da alifatik hidrokarbonlar), su vb. maddelerin kaybı yaşanmıştır yorumu yapılabilmektedir. 200-400°C aralığında yüzey aktif maddeler küte kaybına uğramıştır. FEP ergime sıcaklığı 260°C olarak kabul edilmektedir. 400°C' den itibaren FEP yanmaya başlar. 450-500°C'de Florlu gruplar yapıdan ayrılmaktadır. Kütle kaybı sıfıra yaklaşmıştır ancak sıfır olarak tamamen bitmemiştir, bunun sebebi kül miktarıdır. Yapıda yer alan pigment maddelerin külü mevcuttur.

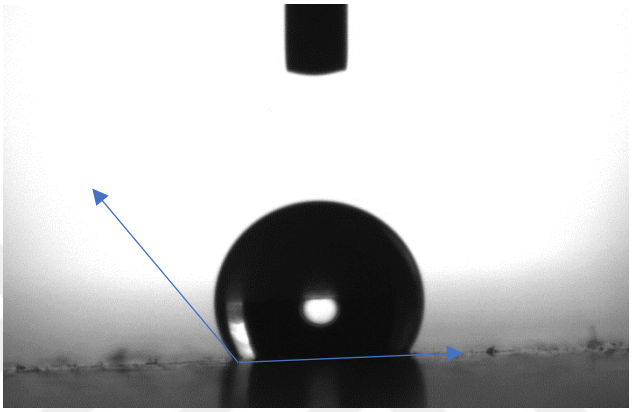


Şekil 3. 25 : PFA termogravimetrik analizi.

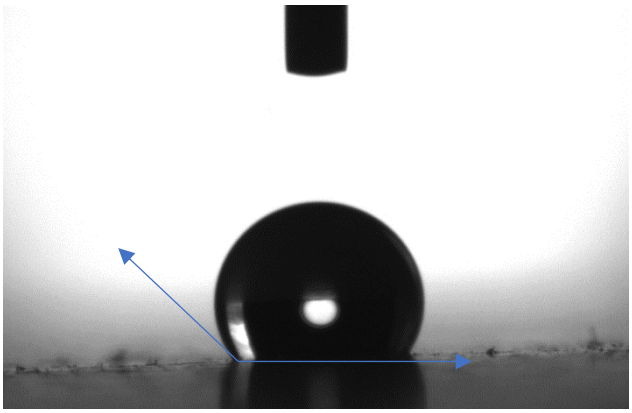
PFA formülasyonlu kaplamanın TGA analizi incelendiğinde 2 basamaklı bozunma gerçekleştiği belirlenmektedir. Buna göre yorum olarak 1. basamakta 0-200°C aralığında çözücü (aromatik ya da alifatik hidrokarbonlar), su vb. maddelerin kaybı yaşanmıştır yorumu yapılabilmektedir. 200-400°C aralığında yüzey aktif maddeler küte kaybına uğramıştır. PFA ergime sıcaklığı 260°C olarak kabul edilmektedir. 400°C' den itibaren PFA yanmaya başlar. 450-500°C'de Florlu gruplar yapıdan ayrılmaktadır. Kütle kaybı sıfıra yaklaşmıştır ancak sıfır olarak tamamen bitmemiştir, bunun sebebi kül miktarıdır. Yapıda yer alan pigment maddelerin külü mevcuttur.

3.4. Temas Açısı Ölçümleri

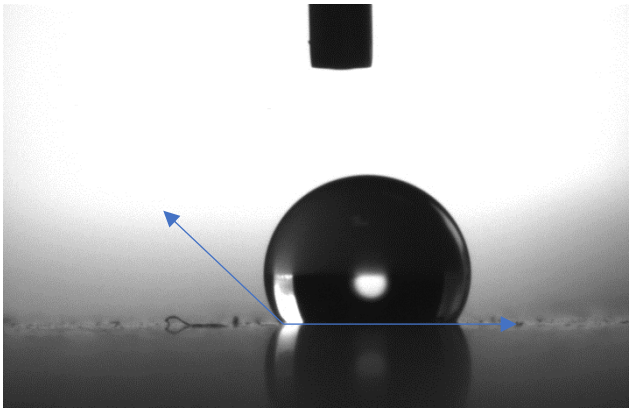
Yapışmaz kaplama ile kaplanan numunelerin saf su yardımıyla temas açısı ölçüm cihazında hidrofobikliğini belirleyebilmek amacıyla temas açısı ölçümleri yapılmıştır. Numune yüzeylerinin üzerine 0,05 mikron litre saf su damlatılarak cihaz yardımıyla ölçüm yapılmaktadır. Numunelerin ölçüm esnasında cihazda görünümleri Şekil 3.26, Şekil 3.27 ve Şekil 3.28'de paylaşılmıştır.



Şekil 3. 26 : %50 PTFE formülasyonlu kaplamanın temas açı ölçüm cihazında görünümü.

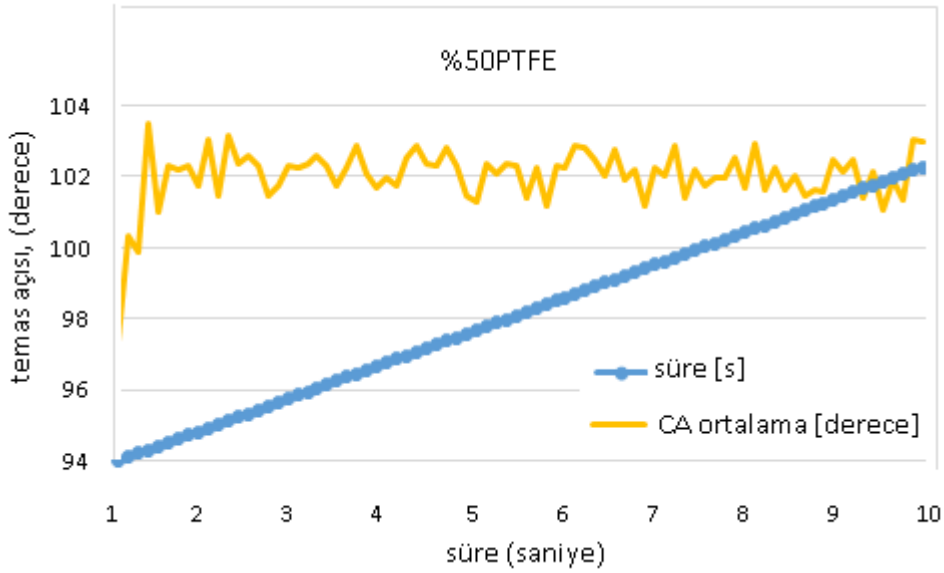


Şekil 3. 27 : %50 FEP formülasyonlu kaplamanın temas açı ölçüm cihazında görünümü.

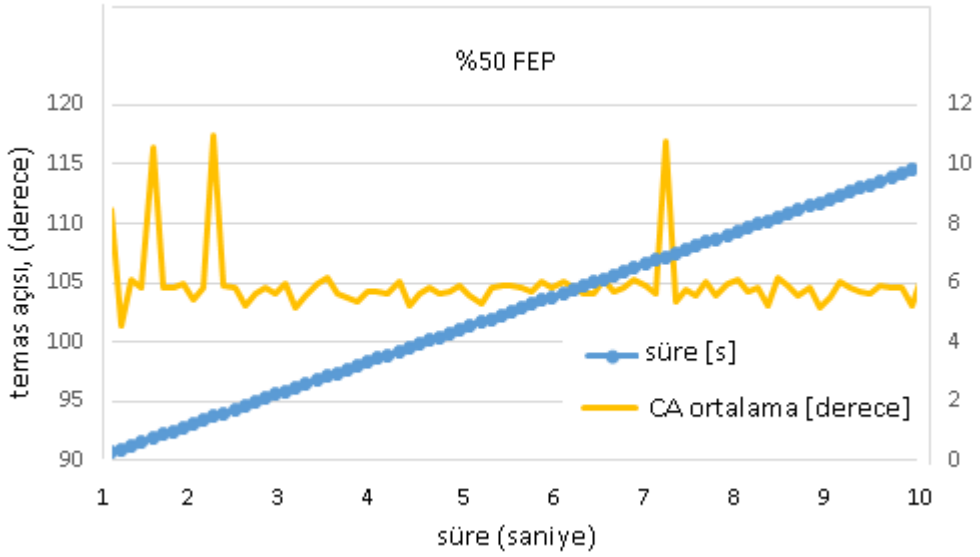


Şekil 3. 28 : %50 PFA formülasyonlu kaplamanın temas açı ölçüm cihazında görünümü.

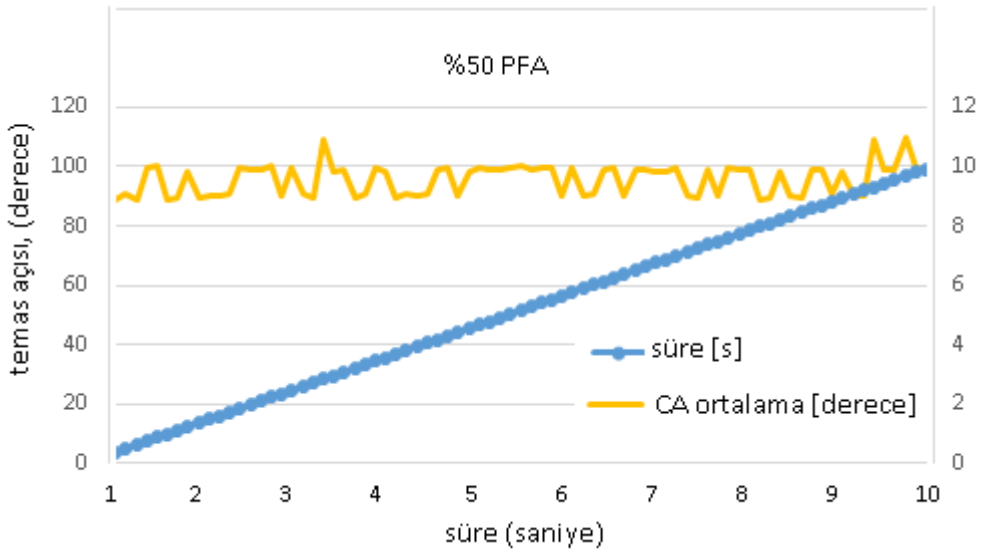
Temas açısı, floropolimerlerin metal altlıklarda hidrofobikliğini (ıslatmazlığını) tespit edebilmek için kullanılır. Aşağıdaki şekillerde en düşük ve en yüksek temas açısı değerleri incelendiğinde ortalama olarak sırasıyla Şekil 3.29'a göre PTFE kaplamada 97,5°-103,5° arasında, Şekil 3.30'a göre FEP kaplamada 101°-117° arasında, Şekil 3.31'e göre PFA kaplamada ise 90°-110° arasında değişim gözlenmiştir. Şekil 3.32'de ise deneylerde kullanılan tüm floropolimer malzemelerin temas açısı ölçümlerinin kıyaslanması verilmiştir. Literatürde bilindiği üzere eğer kaplama üzerinde ölçülen temas açısı 90°den büyükse malzeme hidrofobiktir, eğer 140°den büyükse süper hidrofobiktir. Literatür araştırması bölümünde incelenen literatür çalışmalarıyla sonuçlar irdelendiğinde floropolimer katkılı kaplamalarda temas açı ölçümleri süperhidrofobik olarak elde edilmiştir. Altlık malzemenin değişimi temas açısı değerlerini etkilememektedir. Formülasyon katkıları oran açısından değişse de minimum ve maksimum miktar gibi ortalama değerlerin kullanıldığı yorumu yapılırsa florlu polimer katkılar kaplama yüzeyine kimyasal bağlarında F yer alması sebebiyle oleofobiklik karakter kazandırmaktadırlar. Oleofobiklik yağ tutmazlık özelliğidir ve bu sayede yüzey hidrofobik veya açı değerine bağlı olarak süperhidrofobik olarak değerlendirilmektedir.



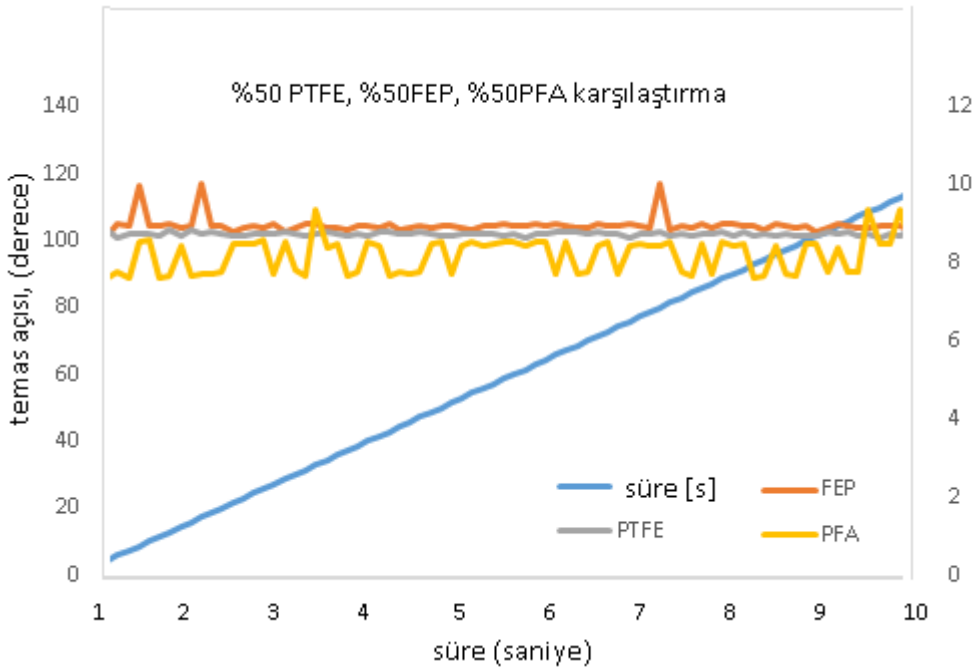
Şekil 3. 29 : %50 PTFE formülasyonlu kaplamanın zamana bağlı temas açı ölçüm değerleri.



Şekil 3. 30 : %50FEP formülasyonlu kaplamanın zamana bağlı temas açı ölçüm değerleri.



Şekil 3. 31 : %50PFA formülasyonlu kaplamanın zamana bağlı temas açı ölçüm değerleri.

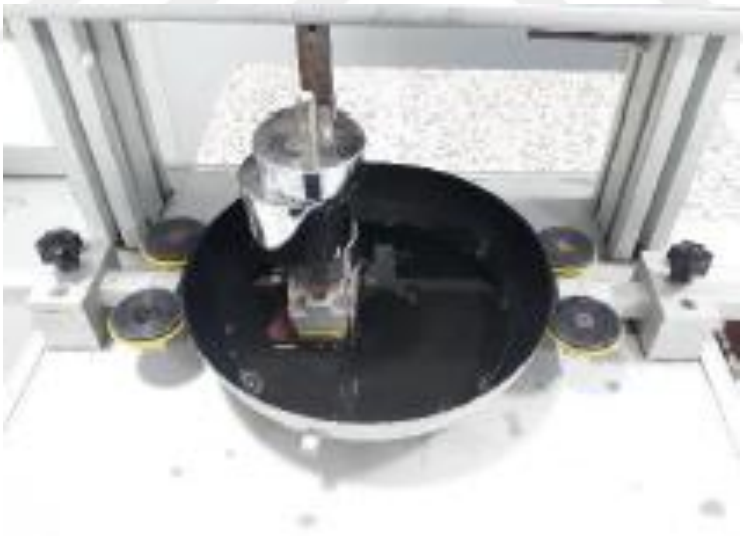


Şekil 3. 32 : Floropolimerlerin zamana bağlı temas açı ölçüm değerleri karşılaştırması.

3.5. Aşınma Testi Sonuçları

Kaplanan numunelerin aşınma testleri SET-AT-360 Abrasion Tester cihazı yardımıyla gerçekleştirilmiştir. Test cihaz görseli Şekil 3.33'te gösterilmiştir (Toç, 2019). Cihazın çalışma prensibine bağlı olarak ASTM D4060 standartına uygun şekilde numuneler sırasıyla cihaza bağlanmıştır ve aşınma testleri gerçekleştirilmiştir. Ardından 15

Newton'luk baskı kuvvetiyle saniyede 1 tur atacak şekilde ayarlanmıştır ve 3M (Minnesota Mining and Manufacturing) firmasından temin edilen Scotch-Brite 7447 Hand Pads süngeri deterjanlı su ile tavada git gel şeklinde hareket ettirilmiştir. Yüzeyde hasar meydana geldiğinde test sonlandırılmıştır. Sonuçta PTFE kaplamalı alüminyum yüzeyde 18500 tekrarda, FEP kaplamalı alüminyum yüzeyde 8000 tekrarda ve PFA kaplamalı alüminyum yüzeyde 1700 tekrarda aşınmanın tamamlandığı ve metal yüzeye ulaşıldığı tespit edilmiştir. Aşınma test sonuçları literatür araştırmalarıyla kıyaslandığında aşınma test cihazından ziyade formülasyon katkılarının etki gösterdiği yorumu yapılabilmektedir. Ayrıca yüzey hazırlığı kaplamanın yüzeye tutunmasını sağlamaktadır. Buna bağlı olarak parametrelerin sabit tutulması da kaplamanın sağlıklı olmasını etkileyen bir durumdur. Kaplamanın dayanımını arttırmak için katkı maddeleri kullanılmaktadır. Bu çalışmada kaplamanın dayanımı arttıran madde olarak kolloidal silika kullanılmıştır. Literatür çalışmalarına göre kaplama formülasyonuna eklenen polimerin türü ve/veya tanecik boyutu kaplamanın yüzeye tutunmasını bu sayede aşınma direncini etkilemektedir. Çalışmalarda tespit edilen bilgiye göre tanecik boyutu arttığında temas açısı azalmasına karşın aşınma direncinin arttığı tespit edilmiştir.



Şekil 3. 33 : Aşınma test cihazı ve örnek test numunesi.

3.6. Korozyon Testi Sonuçları

Korozyon testi için yapışmaz kaplama yapılan numune 1000 AA alüminyum tavalar sırasıyla yarısına kadar %10'luk tuzlu su çözeltisiyle doldurulduktan sonra 8 saat sabit sıcaklıkta ocak üzerinde devamlı kaynamaya maruz bırakıldı. Tava içerisinde

su seviyesi her saat başı olmak üzere sıklıkla kontrol edilerek yarısından azaldığında eksiklik tamamlandı. 8 saatlik bu işlem sona erdiğinde su ile temizlenerek 16 saat boyunca ortam sıcaklığında bekletilen tavalar kontrol edildi, bu işlem sırası tava yüzeyinde bir deformasyon tespit edilene dek devam ettirildi. Korozyon testine bağlı olarak deneyin 3.günü içerisinde PTFE kaplanan yüzey, 2.gün başlangıcında PFA kaplanan yüzey ve 2.gün bitiminde FEP kaplanan yüzey deformasyona uğradığı tespit edilmiştir. Akıncı ve arkadaşlarının yaptığı çalışmalara göre mekanik özellik araştırmalarına eş değer sonuçlar elde edilmiştir. Akıncı ve arkadaşları, çalışmalarında bu floropolimerlerin tümünü mekanik özellik ve davranışları açısından sıralayarak özetlemişlerdir (Akıncı ve diğ., 2003). En iyi korozyon direncini görsellerde de yer aldığı üzere PTFE numunesi gösterirken, orta dirençli FEP numunesi ve en düşük direnci ise PFA numunesi göstermiştir. Şekil 3.34'te deney sonunda kaplanan numunelerin nihai görselleri paylaşılmıştır.

PTFE ESASLI KAPLAMA	FEP ESASLI KAPLAMA	PFA ESASLI KAPLAMA
		

Şekil 3. 34 : Korozyon testi numune görselleri.

3.7. Kareleme Testi Sonuçları

Kareleme testi yardımıyla yapışmaz kaplama ile kaplanan numunelerin yüzeye tutunması test edilmiştir. Kareleme testi sırasında ASTM D3359 şartlarında çalışılmıştır. Her bir numune keskin uçlu test bıçağı vasıtasıyla birbirine dik olacak şekilde, kareler oluşturularak 2 mm aralıklarla çizilmiştir. Özel kareleme testi bantı yardımıyla 5 defa olmak üzere farklı yönlerden hava kalmayacak şekilde yapıştırılıp çekme işlemi tekrarlanmıştır. Böylece test sonlandırılmıştır. Formülasyon hazırlığında alt tabaka ve üst

tabaka formülasyonları aynı olup yalnızca florlu polimer cinsi değiştirildiği için ve kullanılan floropolimerlerin birbirine alternatif olarak üretilmesi sebebiyle kareleme test sonuçlarına göre birbirinden farklı bu üç floropolimerin yüzeye tutunma kuvvetleri aynı olmakla birlikte, en iyisi denilebilen 5B olarak tespit edilmiştir. Aşağıda Tablo 3.17'de test sonuçları ve Şekil 3.35'te kareleme testine ait numunelerin görseli gösterilmiştir.

Tablo 3. 17 : Kaplama numunelerinin kareleme test sonuçları.

Özellik	Test	Sonuç
PTFE NUMUNESİ	ASTM D3359	5B
FEP NUMUNESİ	ASTM D3359	5B
PFA NUMUNESİ	ASTM D3359	5B



Şekil 3. 35 : Örnek kareleme test numuneleri.

Test sonuçlarına göre görsel kontrol gerçekleştirilen numunelerin 5B standartına uygun olduğu Tablo 2.2'de standart tablosuna göre olduğu tespit edilmektedir. Çizilen alanın banta yapışması incelendiğinde kaplamaların yüzeylere tutunmasının uygun düzeyde olduğu ve bant yüzeyinde kaplama kalıntısı olmadığı gözlemlenmektedir.

Literatür araştırması bölümünde de yer alan literatür araşırmaları incelendiğinde florlu polimer katkılı kaplamaların yapışma derecelerini incelemek amacıyla uygulanan mekanik testlerden kareleme test sonuçlarının genel olarak 5B satandartlı olduğu yorumu yapılmaktadır.

3.8. Yumurta, Süt ve Ketçap testleri

Hızlandırılmış ev içi kötü kullanım testleri olarak adlandıralabilecek testler kapsamında yumurta, süt ve ketçap yardımıyla gözle kontrol gerektiren; bozulma, çizilme, lekelenme, kabarcık gibi hataların oluşumunu, oluşum derecesini bu test yöntemleriyle incelemek amaçlanmıştır. Kaplaması yapılan numunelere yalnızca görsel kontrol gerektiren testler gerçekleştirildiğinde yapışmazlık konusunda gözle kontrolde tüm kaplama numuneleri yumurta testinde aynı sonucu vermişlerdir. Yumurta testleri beşer defa tekrarlanarak yapıldığından tüm numuneler testin 4 seferinde yapışmazlık özelliği göstermiş olup, 5. defa tekrarlandığında gözle görülebilen kalıntı bırakmışlardır.

Süt testleri sonucunda numuneler gözle kontrol edildiğinde; süt tabakasının en kolay politetrafloroetilen ve florlanmış etilen propilen esaslı kaplamadan, sonrasında diğer numunelere kıyasla perfloroalkoksi esaslı kaplamadan süt tabakalarının temizlendiği gözlemlenmiştir. Bu durum hem kaplama formülasyonlarının homojenliğinden hem de floropolimerin temas açısından kaynaklanmaktadır yorumu yapılabilmektedir.

Ketçap testleri sonuçları gözle kontrol ile irdelendiğinde sonuç süt testi ile aynı olarak gözlemlenmiştir. Kısacası en iyi yapışmazlık derecesini florlanmış etilen propilen, politetrafloroetilen ile yarışır vaziyette gösterirken, en kötü yapışmazlık derecesini perfloroalkoksi esaslı kaplama ortaya koymuştur.

BÖLÜM 4. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Yapılan çalışmada PTFE, FEP ve PFA kaplamaların alüminyum altlık üzerine PAI esaslı ara bağlayıcı kullanılarak sprey püskürtme metoduyla kaplanması sonucunda aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir.

a) ASTM D4060 standartına uygun olarak gerçekleştirilen aşınma test sonuçları incelendiğinde PTFE kaplamalı alüminyum yüzeyde 18500 tekrarda, FEP kaplamalı alüminyum yüzeyde 8000 tekrarda ve PFA kaplamalı alüminyum yüzeyde 1700 tekrarda aşınmanın tamamlandığı ve metal yüzeye ulaşıldığı tespit edilmiştir. Bu durumda sıralanacak olursa PTFE>FEP>PFA şeklindedir. Kaplamada aşınma direncini etkileyen en önemli unsur dolgu malzemesidir. Bu çalışmada kolloidal silika yalnızca polimer türüne göre etki göstermiştir.
b) Pürüzlülük ölçümlerine bağlı olarak yüzeyden alınan görüntülere yapılan yorumlar desteklenmektedir. Pürüzlülük ölçümü 3 mm plaka boyu yani değerlendirme uzunluğundan bağımsız olarak birbirine mesafesi eşit 5 ayrı noktadan gerçekleştirilmektedir. Ve bu ölçüm alınan noktalardan en derin noktanın yüksekliğini ifade eden değerler kıyaslandığında sıralama gözenekli yapıdan pürüzsüz olana doğru ifade edilecek olursa PFA>FEP>PTFE şeklinde ifade edilmiştir. Yüzey pürüzlülüğü mekanik özellikleri etkilemekte olduğu için formülasyonun uygulama sırasında homojen olmaması yüzey pürüzlülüğüne sebep olsada kaplamanın tutunmasını ve/veya aşınma direncini olumsuz etkilemektedir. Diğer yapılan testler ile sonuçlar kıyaslanarak yorum yapılmalıdır.
c) Kaplama kusurları arasında iğne deliği adı verilen ya da kabarcıklanma adı verilen kusurlar yer almaktadır. Bu kusurlar yaygın olmakla birlikte sıcaklık gibi etkilerden dolayı meydana gelebilmektedir. Evde kullanım şartlarına bağlı olarak korozyon testi yardımıyla incelenen korozyon testi deney numunelerinde bu kusurların meydana gelme süreleri incelenmiştir. PTFE ile kaplanan numunenin deneyin 3. Gün içerisinde en uzun süreyle korozyona karşı direnç gösterdiği, FEP

numunesinin 2. Gün bitimi ile orta derece direnç sağladığı ve PFA numunesinin 2. Gün başlangıcı ile kusurlu hale geldiği tespit edilmiştir. Korozyon direnci en iyiden kötüye doğru sıralanacak olursa PTFE>FEP>PFA şeklinde ifade edilebilmektedir.

d) ASTM D3359 standartına uygun olarak gerçekleştirilen kareleme test sonuçları incelendiğinde tüm numunelerin aşınması 5B olarak tespit edilmiştir. Bu durumda test bıçağı ile karelenen yüzey alanına beşer defa farklı yönlerden hava kalmayacak şekilde iyice yapıştırılan bant kuvvetli şekilde çekildiğinde yüzey alanından bant yüzeyine kaplama kalıntısı geçmediği yani kaplamanın numuneler üzerine yapışma kuvvetinin yüksek olduğu yorumu yapılabilmektedir.
e) Yalnızca görsel kontrol yardımıyla gerçekleştirilen ev tipi kötü kullanım testlerine göre yumurta testinde tüm numuneler kareleme testinde olduğu gibi yapışmazlık derecesinde aynı etkiyi göstermişlerdir. Her bir numune ilk 4 denemede yapışmazlık konusunda olumlu sonuç vermişlerdir. Ancak sıralanacak olursa 5.denemede spatula ile temizlenirken kolaylık derecesine göre PTFE>FEP>PFA şeklindedir.
f) Süt testleri incelendiğinde ise görsel kontrol esnasında farklı derecede kalıntı tespit edilmemiştir. Yalnızca yanan süt tabakasının soyulması açısından yorumlanabilmektedir. Temizlik sırasında kolaylık durumuna göre sıralandığında PTFE=FEP>PFA şeklindedir.
g) Ketçap testleri incelendiğinde ise ketçap yandıktan sonra kaplama yüzeylerinden temizlenmesi açısından eşit şekilde sıralanmaktadır ancak görsel kontrollerde kaplamada görsel kusurlar meydana geldiği tespit edilmiştir. Ketçap testi sonunda en belirgin görsel kusurlara sahip yüzey olarak sıralama yapıldığında PTFE=FEP>PFA şeklindedir.
h) Temas açısı değerleri incelendiğinde tüm numunelerin oleofobik ve hidrofobik olduğu sonucuna ulaşılmıştır. Ancak elde edilen açı değeri aralıklarının ortalaması sıralandığında FEP>PTFE>PFA sonucuna ulaşılmıştır. Buna rağmen tüm numunelerin yağ itici özellikte olması özellikle mutfak ekipmanı olarak kullanım açısından büyük avantajlar sağlamaktadır.
i) Yapılan termogravimetrik analizine bağlı olarak elde edilen grafikler incelendiğinde kaplama formülasyonlarından yola çıkılarak; formülasyon

içeriklerinin aynı olup yalnızca floropolimer çeşidinin değiştirilmesi ve kullanılan floropolimerlerin kullanım koşulları açısından en çok tercih edilen floropolimerler olması sebebiyle seçilmesi elde edilen analiz sonuçlarının da birbirine benzerliğine sebep olmaktadır. PTFE, FEP, PFA polimerleri birbirlerine benzerliklerinden dolayı bozunma sıcaklık pikleri neredeyse aynı noktalarda ancak farklı basamakta pik göstermektedirler. PTFE, FEP ve PFA bozunma sıcaklıkları birbirine çok yakın olarak pik vermiş olmalarıyla beraber ergime sıcaklık aralıkları özenle ele alındığında PTFE>PFA>FEP şeklinde sıralanması mümkün olmaktadır. Bu sıralama PFA polimerinin FEP polimerine alternatif üretildiğinde sıcaklık dayanımı açısından avantaj sağladığını sunmuştur yorumunuda kanıtlar niteliktedir. Polimer kaplamaların TGA grafikleri 2 basamaklı bozunma olarak tespit edilmiştir. Normal şartlar altında kullanım sıcaklıkları da bu şekilde sıralanmaktadır. Bozunma sıcaklıklarının önemi yüksek fırınlama ve/veya mutfak gereçlerinde günlük kullanım için değer göstermektedir.

j) Kaplama numuneleri öncelikle yüzeyden görüntü alınarak irdelenmiştir. PTFE'ye alternatif üretilen FEP olduğu için iki numune kıyaslandığında yüzeyden alınan görüntülerde ikisi de birbirine benzer şekilde nerdeyse pürüzsüz yapıya sahip görüntü vermişlerdir. Ancak bu durum formülasyonun homojenliğinden ve/veya yüzeyin porozitesinden de kaynaklanmış olabilmektedir. PFA ise dayanım açısında FEP için alternatif olarak üretildiğinden dolayı, en gözenekli yapıya sahip şekilde görüntü vermektedir. Gözeneklilik, yüzey pürüzlülüğü kaplamanın tutunmasını yani dayanımını arttırmaktadır. Pürüzlülük ölçümlerine bağlı olarak yüzeyden alınan görüntülere yapılan yorumlar desteklenmektedir.

k) Ardından kesitleri alınan numunelerin kaplama tabakaları belirlenerek görüntüler incelenmiştir ve tabakalar tanıtılmıştır. Kesitlerden her bir tabakaya ait hatta tabakaların birbiriyle karışıma geçebileceği noktalardan yapılan elementel analizler incelendiğinde ise floropolimerlerin bağ yapılarından gelen F, C, O pikleri, kullanılan dolgu malzemelerinden gelen Si, Al, O, C gibi elementlerin pikleri tespit edilmiştir. Görüntüdeki tabaka yapılarına bağlı olarak elementel analizde tespit edilen piklerin oranları yorumlanabilmektedir. F, C gibi bağların analiz alınan alana bağlı olarak oranının yoğunluğundan yorum yapıldığında florlu polimerin kendisinden geldiği veya SiC dolgu malzemesinden, Si, Al gibi

element piklerinin dolgu malzemelerinden, kolloidal silika malzemesinden veya Al altlık malzemeden, O piklerinin oksit tabakasından veya alümina dolgu malzemesinden geldiği yorumları yapılmıştır.

l) Kaplamanın, alt tabaka ile gerçekleştirdiği bağın güçlü olması kulanım oranını ve kullanım alanının miktarını etkilemektedir. Bu durumu etkileyen unsur, tabakalar arası yapışmadır. Poliamid imid bağlayıcının altlık malzeme ve/veya floropolimer esaslı üst kat kaplamasıyla bağlanma mekanizması incelendiğinde bu durum mekanik kilitlenme olarak adlandırılmaktadır. Bir katı faz ile ikinci herhangi bir faz arasında oluşan çekime adhezyon denilmektedir. Kumlama yöntemiyle altlık malzeme düzensiz bir yapı haline getirilmiştir, sertleşmeden önce poliamid imid esaslı alt kat formülasyonu bu düzensiz yapıdaki boşlukları doldurarak etkileşim yapmaktadır ve bu durum adhezyon olarak adlandırılmaktadır. Pürüzlü yüzeyin daha fazla yüzey alanı oluşturması mekanik bağlanmayı arttırmaktadır.

m) Test sonuçları genel olarak incelendiğinde ve floropolimerler birbirleri arasında irdelendiğinde normal şartlar altında da kullanımı en fazla olan PTFE kaplamalı ürün çok büyük bir fark yaratmasada yine de daha avantajlı olduğunu deney sonuçlarıyla ortaya sunmuştur. Hatta yüzey pürüzlülük sonuçlarında ve yüzeyden alınan görüntüler sonucu PTFE en pürüzsüz yapıda sonuçlar vermiş olsa dahi diğer test sonuçlarında gösterdiği direnç sayesinde formülasyonlar arasında en iyi homojenizasyon sağlanan formülasyona sahip olduğu ifade edilebilmektedir. Buna bağlı olarak PTFE yerine muadil amaçlı maliyet açısından da sıralandığında ve bir seçenek belirlenmesi gerektiğinde deney sonuçları kapsamında mutfak ekipmanı amacıyla kullanılacak floropolimer kaplamalar için korozyon direnci, aşınma direnci gibi etkenler sayesinde öncelikli olarak sonuçların yakınlığı sebebiyle ve ona alternatif olarak keşfedilen, işleme kolaylığı sağlayan FEP kaplama ardından FEP polimerine alternatif olarak üretilen ve hem dayanıklılık hem de sıcaklık dayanımı açısından avantaj sağladığı belirtilen PFA esaslı kaplama, ürünler için tercih edilmeli sonucuna varılmaktadır.

Elde edilen sonuçlar göz önünde bulundurulduğunda öneriler aşağıda listelenmiştir.

a) Basınçlı sprey metodu yerine daldırma, termal sprey, perde kaplama gibi başka bir kaplama yöntemi ile çalışılabilir.

b) Yüzey pürüzlendirme işleminde kumlama metodu yerine kimyasal yöntem olan ve zorlayıcı bir yöntem olarak adlandırılan hidrojen plazma ile aşındırma yöntemi kullanılabilir.

c) Alüminyum altlık malzeme yerine bakır, paslanmaz çelik, demir alaşımlı yüzeyler,seramik gibi başka bir altlık malzeme kullanılabilir.

d) Alt kat bağlayıcı olarak poliamid imid yerine poliimid gibi başka bir bağlayıcı kullanılabilir.

e) Tüm floropolimerlerin formülasyona katılım oranları sabit tutularak çalışıldığı için başka bir floropolimer olan etilen tetrafloroetilen gibi bir polimer tercih edilebilir.

KAYNAKLAR

Akcan, E. (2016). *Alüminyum Yüzeyine Polimer Kaplamaların Uygulanması ve Özelliklerinin İncelenmesi*. (Yüksek Lisans Tezi). Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği, Sakarya.

Akinci, A., & Cobanoglu, E. (2009). Coating of Al mould surfaces with polytetrafluoroethylene (PTFE), fluorinated ethylene propylene (FEP), perfluoroalkoxy (PFA) and ethylene-tetrafluoroethylene (ETFE), *E-Polymers*, https://doi.org/10.1515/epoly.2009.9.1.401

Akıncı, A., Akbulut, H., & Yılmaz, F. (2003). Floropolimer (Teflon) Kaplamaların Yapı ve Özellikleri. *TMMOB Metalurji Mühendisleri Odası Dergisi*, 17, 53.

Aksulu, M. (2007). Polimerlerin Aşınmasında Karşı Yüzey Pürüzlülüğünün Etkisi. (Doktora Tezi). İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Makine Mühendisliği Bölümü,İstanbul.

Andreatta, F., Lanzutti, A., Aneggi, E., Gagliardi, A., Rondinella, A., Simonato, M., & Fedrizzi, L. (2020). Degradation of PTFE non-stick coatings for application in the food service industry. *Engineering Failure Analysis*. https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2020.104652

Aşçı, B. (1997). *Yüzey Aktif Maddelerin Kromatografik ve Spektrofotometrik Yöntemlerle Analizi ve Sonuçların Karşılaştırılması*. (Yüksek Lisans Tezi) Yıldız Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Bölümü,İstanbul.

Bakar, E. (2013). *Bazı Florlu Polimerlerin Sentezi ve Yüzey Kaplama Özelliklerinin İncelenmesi*. (Yüksek Lisans Tezi). Selçuk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Mühendisliği,Konya.

Bozan, U., Altuncu, E., & Üstel, F. (2014). Nano partikül takviyeli teflon kaplamaların üretilmesi ve karakterizasyonu. *SAÜ Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*. https://doi.org/10.16984/saufbed.38180

Brydson, J. A. (1999). *Plastics Materials (7th ed.)*. Butterworth-Heinemann.

Çanak Çakır, T. (2012). *Synthesis of 3,5-BIS (Perfluorobenzyloxy) Benzyl Acrylate Containing Polymers*. (Doktora Tezi) İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Polimer Bilimi ve Teknolojisi Bölümü,İstanbul.

Delimi, A., Galopin, E., Coffinier, Y., Pisarek, M., Boukherroub, R., Talhi, B., & Szunerits, S. (2011). Investigation of the corrosion behavior of carbon steel coated with fluoropolymer thin films. *Surface and Coatings Technology*. https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2011.02.030

Elias, H. G. (1977). *Macromolecules: Synthesis and Materials*. Plenum Publishing Corporation. https://doi.org/http://dx.doi.org/10.1002/aic.690230523

Fluoropolymer, A. (1993). *DuPont ™ Teflon ® AF*. Rheology.

Godec, D. (2006). *Jiri G. Drobny: Fluoroplastics*. Polimeri.

Imae, T. (2003). Fluorinated polymers. In Current Opinion in Colloid and Interface Science. https://doi.org/10.1016/S1359-0294 (03)00050-5

Inceoglu, S., Olugebefola, S. C., Acar, M. H., & Mayes, A. M. (2004). Atom transfer radical polymerization using poly (vinylidene fluoride) as macroinitiator. *Designed Monomers and Polymers*. https://doi.org/10.1163/156855504322890133

James, A. S., Thomas, K., Mann, P., & Wall, R. (2005). The role and impacts of surface engineering in environmental design. *Materials and Design*. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2004.08.011

Karakurt, U., Pehlivan, M., Özbey, M., & ve Gürbüz, M. (2019). Floro Polimer Esaslı Malzeme ile Kaplanmış Dökme Demir Plakaların Hidrofobikliğinin ve Aşınma Direncinin İncelenmesi. *3rd International Symposium on Innnovative Approaches in Scientific Studies*, 472–475. http://www.set-science.com/manage/uploads/ISAS2019-ENS_0042/SETSCI_ISAS2019-ENS_0042_0086.pdf

Kissa, E. (1993). *Fluorinated Surfactants: Synthesis, Properties, Applications*. Sufactant Science Series v. 50.

Lancia, A., Musmarra, D., & Prisciandaro, M. (2002). *Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology*, Fourth Edition (Vol. 1, pp. 582–602).

McKeen, L. (2006). *Fluorinated Coatings and Finishes Handbook*. In Fluorinated Coatings and Finishes Handbook. https://doi.org/10.1016/c2014-0-01971-5

Munekata, S. (1988). Fluoropolymers as coating material. *Progress in Organic Coatings*. https://doi.org/10.1016/0033-0655 (88)80010-4

Pehlivan, M., Karakurt, U., Özbey, M., & ve Gürbüz, M. (2019). Floro Polimer Kaplamanın Bakır Plaka Üzerine Uygulanması ve Aşınma Üzerine Etkisinin İncelenmesi. *3rd International Symposium on Innnovative Approaches in Scientific Studies*, 408–410. http://www.set-science.com/manage/uploads/ISAS2019-ENS_0042/SETSCI_ISAS2019-ENS_0042_0077.pdf

Rivier, N. (1993). Non-stick quasicrystalline coatings. Journal of Non-Crystalline Solids. https://doi.org/10.1016/0022-3093 (93)90395-E

Rossi, S., Gai, G., & De Benedetto, R. (2014). Functional and perceptive aspects of non-stick coatings for cookware. *Materials and Design*. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.07.079

Simons, J. H. (1964). *Fluorine Chemistry*. Academic Press.

Tang, L., Li, Y., Wu, X., Shan, X., & Wang, W. (2004). Synthesis and properties of fluoropolyacrylate coatings. *Polymers for Advanced Technologies*.

https://doi.org/10.1002/pat.433

Toç, O. (2019). *Teflon Kaplamalarda Kullanılan Farklı Türdeki Dolguların Kaplamanın Özellikleri Üzerine Etkilerinin İncelenmesi*. (Yüksek Lisans Tezi). Kocaeli Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Mühendisliği Bölümü,Kocaeli.

Tütüncükara, M. M. (2014). *Endüstriyel Karıştırıcıların Kullanım Alanları ve Boyutlandırma Hesabı*. (Yüksek Lisans Tezi). Marmara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Makine Eğitimi Bölümü,İstanbul.

URL-1. (2021). https://uralakbulut.com.tr/wp-content/uploads/2009/11/TEFLON-NASIL-KESFEDILDI.doc-15-Hqaziran.pdf., Erişim Tarihi:02.05.2021.

URL-2. (2021). https://www.akcoat.com/default.asp?page=departmanlar&id=4&hl=tr., Erişim Tarihi:02.05.2021. https://www.akcoat.com/default.asp?page=departmanlar&id=4&hl=tr

URL-3. (2021). https://www.turkchem.net/boyalarda-kullanilan-reoloji-ajanlari-etkileri.html., Erişim Tarihi:02.05.2021.

URL-4. (2021). https://delphipages.live/tr/teknoloji/sanayi/kimyasal-urunler/solvents-and-carrier-liquids., Erişim Tarihi:02.05.2021.

URL-5. (2021). https://www.stmcoatech.com/organik-pigmentler-nedir., Erişim Tarihi:02.05.2021.

URL-6. (2021). http://www.kimyaders.com/dolgu-maddeleri-takviye-edici-pekistirici-katkilar.html.,Erişim Tarihi:02.05.2021.

URL-7. (2021). https://www.bilgirehberi.net/aluminyum-oksit-nedir.,Erişim Tarihi:02.05.2021.

URL-8. (2021). https://nanokar.com/blog/makale/Silisyum-Karbur-Nedir-Kullanim-Alanlari-46.html.,Erişim Tarihi:02.05.2021.

URL-9. (2021). https://www.kuark.org/2017/10/yuzey-puruzluluk-olcumu/., Erişim Tarihi:04.05.2021.

URL-10. (2021). https://www.lcinet.kent.edu/organization/facility/characterization/Quanta/Quanta_main.html., Erişim Tarihi:05.05.2021.

URL-11. (2021). https://www.kuark.org/2017/04/taramali-elektron-mikroskobu-sem-eds-analizi/., Erişim Tarihi:02.05.2021.

URL-12. (2021). http://www.olcayboya.com.tr/wp-content/uploads/2017/10/therna-test-metodlari-el-kitapcigi.pdf.,Erişim Tarihi:02.05.2021.

URL-13. (2021). https://therna.com.tr/test-metodlari/therna-test-metodlari-el-kitapcigi.pdf., Erişim Tarihi:02.05.2021. https://therna.com.tr/test-metodlari/therna-test-metodlari-el-kitapcigi.pdf

URL-14. (2021). https://www.atauni.edu.tr/yuklemeler/4f05a52c9a997dcffb54739f0ab83a81.pdf., Erişim Tarihi:02.05.2021.

Vecellio, M. (2000). Opportunities and developments in fluoropolymeric coatings. Progress in Organic Coatings. https://doi.org/10.1016/S0300-9440 (00)00153-3

Yakar, S. S. (2010). *ZnO Tozunun Yüksek Enerjili Öğütme Davranışlarının İncelenmesi ve Bu Tozlardan Hareketle ZnO Katkılı Polimer Kompozitlerinin Geliştirilmesi*. (Yüksek Lisans Tezi). İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü,İstanbul.