T.C.
SELÇUK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

PERLİT/EPOKSİ KOMPOZİTLERİ ÖZELLİKLERİNE FARKLI POLİMER KAPLAMALARIN ETKİSİ

Anıl Selami KARA

YÜKSEK LİSANS

Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı

Haziran-2019
KONYA
Her Hakkı Saklıdır

ÖZET

YÜKSEK LİSANS

PERLİT/EPOKSİ KOMPOZİTLERİ ÖZELLİKLERİNE FARKLI POLİMER KAPLAMALARIN ETKİSİ

Anıl Selami KARA

Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü
Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Gülnare AHMETLİ
II Danışman: Doç. Dr. Mustafa KARAMAN

2019, 74 Sayfa

Jüri
Prof. Dr. Gülnare AHMETLİ
Doç. Dr. Özlem ŞAHİN
Dr. Öğr. Üyesi Ülkü SOYDAL

Bu çalışmada, doğal bir kayaç olan genleşmiş perlit tozu bisfenol-A tipi epoksi reçinede kütlece %5-20 oranında takviye olarak kullanılmıştır. Perlit yüzeyi PECVD yöntemi ile farklı polimer: poli(hekzaflorobutil akrilat) ve poli(glisidil metakrilat) ince film kaplamaları ile modifiye edilmiştir. Perlitin kaplama öncesi ve sonrası kimyasal yapıları ve yüzey morfolojileri FTIR ve Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile incelenmiştir. Kompozitlerin karakterizasyonunda X-ışını kırınımı (XRD) ve SEM kullanılmıştır. Kompozitlerin mekanik, termal özellikleri, su sorpsiyonu ve yüzey ıslanabilirlik özelliklerine perlit oranı ile farklı polimer kaplamaların etkisi araştırılmıştır. Tüm kompozitlerde perlit oranı arttıkça çekme uzaması azalmış, elastisite modülü ise artmıştır. %10 perlit oranında tüm kompozitler en yüksek çekme dayanımına sahip olup saf, PHFBA kaplı ve PGMA kaplı kompozitler için tespit edilen çekme dayanımları sırasıyla 109 MPa, 132 MPA ve 152 MPA olarak tespit edilmiştir. Genleşmiş perlitin takviye olarak kullanımı epoksi reçinenin çekme dayanımında azalmaya neden olmuştur. Ham ve polimerlerle kaplı perlitler saf epoksinin özellikle BBS, İBS, T_5 ve T_{50} değerleri üzerinde etkili olmuştur. Saf epoksinin kalıntı miktarı %4 olduğu halde kompozitlerde bu değer %9.1-18.1 aralığında değişmiştir. %5-%20 oranında PHFBA ve PGMA ile kaplı perlit kompozitlerinin temas açısı (T.A.) değerleri 90°'nin üzerinde olduğu için bu kompozitlerin yüzeyleri hidrofobik bulunmuş ve su sorpsiyonu bu kompozitlerde daha düşük görülmüştür. Ayrıca, perlit yüzeyinin halojen atomu içeren PHFBA ile kaplanması, kompozitin yanma özelliğini etkileyerek yanmayı geciktirici etki göstermiştir.

Anahtar Kelimeler: perlit, epoksi reçine, kompozit

ABSTRACT

MS

EFFECT OF DIFFERENT POLYMER COATINGS ON PERLITE/EPOXY COMPOSITES

Anıl Selami KARA

THE GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCE OF SELÇUK UNIVERSITY
THE DEGREE OF MASTER OF SCIENCE
IN CHEMICAL ENGINEERING

Advisor: Prof. Dr. Gulnare AHMETLI
2nd Advisor: Assoc. Prof. Dr. Mustafa KARAMAN

2019, 74 Pages

Jury
Prof.Dr. Gulnare AHMETLI
Assoc. Prof. Dr. Ozlem SAHIN
Asst. Prof. Dr. Ulku SOYDAL

In this study, expanded perlite powder, which is a natural rock, was used as reinforcement in bisphenol-A type epoxy resin by 5-20% by mass. The perlite surface was modified with poly(hexafluorobutyl acrylate) and poly(glycidyl methacrylate) thin film coatings using the PECVD method. The chemical structures and surface morphologies of perlite before and after coating were examined by FTIR and Scanning Electron Microscopy (SEM). X-ray diffraction (XRD) and SEM were used to characterize the composites. The effects of perlite ratio and different polymer coatings on mechanical, thermal, water sorption and surface wettability properties of composites were investigated. As perlite ratio increased, tensile elongation decreased and modulus of elasticity increased in all composites. When the perlite ratio is 10%, all composites have the highest tensile strength. The tensile strengths for pure, PHFBA coated and PGMA coated composites were 109 MPa, 132 MPA and 152 MPA, respectively. The use of expanded perlite as a reinforcement caused a decrease in the tensile strength of the epoxy resin. Raw and polymer coated perlites were effective on BBS, IBS, T_5 and T_{50} values of pure epoxy. Although the residual amount of pure epoxy is 4%, this value is between 9.1-18.1% in composites. Since the contact angle values of 5-20% PHFBA and PGMA coated perlite composites are over 90^0, the surfaces of these composites were found to be hydrophobic and the lower water sorption was observed in these composites. In addition, coating of perlite surface with PHFBA containing halogen atom showed a fire retardant effect of the composite.

Keywords: perlite, epoxy resin, composite

ÖNSÖZ

Yüksek lisanans öğrenimime başladığım andan itibaren danışmalığımı yapan, çalışmalarım sürecince beni destekleyen danışman hocalarımın Sayın Prof. Dr. Gülnare AHMETLİ ve Sayın Doç. Dr. Mustafa KARAMAN'a bana sunduğu imkanlardan dolayı sonsuz minnetlerimi sunarım.

Tez çalışmam boyunca deneylerimin, analizlerin ve testlerin yapılması aşamalarında daima yardımları ile beni destekleyen Arş. Gör. Dr. Süheyla KOCAMAN ve Arş. Gör. Dr. Mehmet GÜRSOY'a desteklerinden dolayı teşekkürü bir borç bilirim.

Aynı çalışma ortamını paylaştığım laboratuvar arkadaşlarım; Sefa, Tebriz, Hüseyin, Büşra, Pınar, Furkan, ve Merve'ye,

Sevgili annem Emine Kara ve kardeşim Gökçe Kara'ya her zaman yanımda en güçlü destekçilerim oldukları için, bana ve işime duydukları güven, sabır, saygı ve takdirleri için sonsuz teşekkürlerimi ve şükranlarımı sunuyorum.

Yüksek lisansım süresince sağladıkları maddi destekten dolayı Selçuk Üniversitesi BAP Koordinatörlüğüne teşekkür ederim.

Anıl Selami KARA
KONYA-2019

İÇİNDEKİLER

ÖZET ..... **iv**

ABSTRACT ..... **v**

ÖNSÖZ ..... **vi**

İÇİNDEKİLER ..... **vii**

ŞEKİL LİSTESİ ..... **ix**

ÇİZELGE LİSTESİ ..... **xi**

SİMGELER VE KISALTMALAR ..... **xii**

1. GİRİŞ **1**

1.1. Kompozit Malzemeler 2
1.1.1. Matris türüne göre kompozit malzemeler 2
1.1.2. Dolgu maddes türüne göre kompozit malzemeler 6
1.2. Kompozitlerde Kullanılan Kil Türü Takviyeler 7
1.2.1. Montmorillonit 8
1.2.2. Bentonit 9
1.2.3. Sepiyolit 11
1.2.4. Perlit 12

2. KAYNAK ARAŞTIRMASI **15**

2.1. Killerle Yapılan Çalışmalar 15
2.2. Perlitle Yapılan Çalışmalar 18

3. MATERYAL VE YÖNTEM **20**

3.1. Kullanılan Kimyasal Maddeler 22
3.1.1. Matris sistemi 22
3.1.2. Kürleştirici 22
3.1.3. Hızlandırıcı 23
3.1.4. Takviye malzemeleri 23
3.2. Kullanılan Cihazlar 23
3.3. Perlitin Plazma Destekli Kimyasal Buhar Biriktirme (PECVD) Yöntemi ile Kaplanarak Kimyasal Modifikasyonu 24
3.4. Kompozit Numunelerin Hazırlanması 25
3.4.1. İşlem yapılmamış perlit kompozitlerin hazırlanması 25
3.4.2. PHFBA ile modifiye edilmiş perlit kompozitlerin hazırlanması 26
3.4.3. PGMA ile modifiye edilmiş perlit kompozitlerin hazırlanması 26
3.5. Perlit ve Kompozit Malzemelerin Karakterizasyonu 27
3.5.1. Analizler 27
3.5.2. Mekanik Testler 28
3.5.3. Su sorpsiyonu testi 30

3.5.4. Yanma testi 30

4. ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA 31

4.1. FTIR Sonuçları 31
4.2. SEM Analizi Sonuçları 32
4.3. XRD Sonuçları 37
4.4. Mekanik Test Sonuçları 39
4.4.1. Çekme testi 40
4.4.2. Sertlik testi 44
4.5. TGA Sonuçları 46
4.6. Yüzey Islanabilirlik ve Su Tutma Özellikleri 49
4.6.1. Temas açısı ölçüm sonuçları 49
4.6.2. Su sorpsiyonu test sonuçları 52
4.7. Yanma Testi Sonuçları 54

5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER 58

5.1. Sonuçlar 59
5.2. Öneriler 61

EKLER 62

KAYNAKLAR 63

ÖZGEÇMİŞ 74

ŞEKİL LİSTESİ

Şekil 1.1. Metal matrisli kompozit 3
Şekil 1.2. Seramik matrisli kompozit 4
Şekil 1.3. Epoksi reçine sentez şeması ve reaksiyonu 5
Şekil 1.4. Polimer matrisli kompozitlerin kullanımı 5
Şekil 1.5. Liflerin matris içerisindeki yerleşme biçimi a) kesikli rastgele, b) kesikli tek yönlü, c) sürekli tek yönlü, d) sürekli iki yönlü 6
Şekil 1.6. Liflerin yapısına göre sınıflandırılması 7
Şekil 1.7. Montmorillonit kilinin tek bir tabaka şekli (Borah ve ark., 2001) 9
Şekil 1.8. Bentonitin yapısı (Orhun, 2006) 10
Şekil 1.9. Sepiyolitin yapısı 11
Şekil 1.10. Perlitin kimyasal bileşimi 13
Şekil 1.11. Perlit 13
Şekil 1.12. Perlitin inşaat sektöründe uygulamaları 14
Şekil 3.1. Bisfenol-A tipi epoksi reçine 22
Şekil 3.2. $C_{15}H_{27}N_3O$ molekül yapısı 23
Şekil 3.3. Döner yataklı PECVD sisteminin şematik diyagramı 25
Şekil 3.4. a) HFBA monomerinin, b) PHFBA'nın kimyasal formülleri 26
Şekil 3.5. a) GMA monomerinin, b) PGMA'nın kimyasal formülleri 27
Şekil 3.6. Temas açısı ölçüm cihazı 27
Şekil 3.7. Kompozit numune boyutları 28
Şekil 3.8. Kompozitlerin çekme testinin yapıldığı cihaz 29
Şekil 3.9. Shore Durometer TH 210 sertlik tayini cihazı 29
Şekil 4.1. HFBA ve PHFBA'nın FTIR spektrumları 31
Şekil 4.2. GMA ve PGMA'nın FTIR spektrumları 31
Şekil 4.3. Genleşmiş perlitin SEM görüntüleri (soldan sağa: Mag = 10.00 K X, 1 μm; Mag = 5.00 X, 2 μm ve Mag = 250 X, 100 μm) 32
Şekil 4.4. PHFBA kaplı perlitin SEM görüntüleri (soldan sağa: Mag = 10.00 K X, 1 μm; Mag = 5.00 X, 2 μm ve Mag = 250 X, 100 μm) 33
Şekil 4.5. PGMA kaplı perlitin SEM görüntüleri (soldan sağa: Mag = 10.00 K X, 1 μm; Mag = 5.00 X, 2 μm ve Mag = 250 X, 100 μm) 33
Şekil 4.6. Takviye maddesi içermeyen saf epoksinin SEM görüntüleri (Mag = 10.00 K X, 1 μm solda ve Mag = 250 X, 100 μm sağda) 34
Şekil 4.7. Saf perlit kompozitlerinin SEM görüntüleri (Mag = 6.00 K X, 2 μm) 34
Şekil 4.8. PHFBA kaplı perlit kompozitlerinin SEM görüntüleri (Mag = 6.00 K X, 2 μm) 35
Şekil 4.9. PGMA kaplı perlit kompozitlerinin SEM görüntüleri (Mag = 6.00 K X, 2 μm) 35
Şekil 4.10. Saf ve polimerlerle kaplı %20 perlit kompozitlerinin SEM görüntüleri (Mag = 100 X, 100 μm) 36
Şekil 4.11. Saf epoksinin XRD eğrisi 37
Şekil 4.12. Saf perlit kompozitlerinin XRD eğrileri 38
Şekil 4.13. PHFBA kaplı perlit kompozitlerinin XRD eğrileri 38
Şekil 4.14. PGMA kaplı perlit kompozitlerinin XRD eğrileri 39
Şekil 4.15. Saf ER ve kompozitlerin çekme uzaması grafikleri 41
Şekil 4.16. Saf ER ve kompozitlerin çekme dayanımı grafikleri 42
Şekil 4.17. Saf ER ve kompozitlerin elastisite modülü grafikleri 44
Şekil 4.18. Saf epoksinin TGA eğrisi 46
Şekil 4.19. %5, %10, %15 ve %20 saf perlit kompozitlerinin TGA eğrileri 47

Şekil 4.20. %5, %10, %15 ve %20 PHFBA kaplı perlit kompozitlerinin TGA eğrileri 47
Şekil 4.21. %5, %10, %15 ve %20 PGMA kaplı perlit kompozitlerinin TGA eğrileri.. 48
Şekil 4.22. Perlit parçacıklarının yüzeyinin PHFBA polimeri ile kaplanmadan a) önceki, b) sonraki görüntüsü 50
Şekil 4.23. Saf epoksinin temas acısı görüntüsü 51
Şekil 4.24. Saf perlit kompozitlerinin temas acısı görüntüleri 51
Şekil 4.25. PHFBA kaplı perlit kompozitlerinin temas acısı görüntüleri..... 51
Şekil 4.26. PGMA kaplı perlit kompozitlerinin temas acısı görüntüleri 51
Şekil 4.27. Saf epoksinin su sorpsiyon eğrisi 52
Şekil 4.28. Saf perlit kompozitlerinin su sorpsiyon eğrileri 53
Şekil 4.29. PHFBA kaplı perlit kompozitlerinin su sorpsiyon eğrileri 53
Şekil 4.30. PGMA kaplı perlit kompozitlerinin su sorpsiyon eğrileri..... 54
Şekil 4.31. Saf epoksi reçinenin yanma görüntüleri: a) 5. saniye; b) 10. saniye; c) 30. saniye; d) 50. Saniye..... 56
Şekil 4.32. %20 saf perlit kompozitlerinin yanma görüntüleri: a) 5. saniye; b) 10.saniye; c) 30.saniye; d) 50. Saniye..... 56
Şekil 4.33. %20 PHFBA kaplı perlit kompozitinin yanma görüntüleri: a) 5. saniye; b) 10. saniye; c) 30. saniye; d) 50. Saniye 57
Şekil 4.34. %20 PGMA kaplı perlit kompozitinin yanma görüntüleri: a) 5. saniye; b) 10. saniye; c) 30. saniye; d) 50. saniye 57
Şekil 4.35. Malzemelerin 50. saniyede yanma durdurulduktan sonraki görüntüleri: a) saf epoksi; b) saf perlit kompoziti; c) PHFBA kaplı perlit kompoziti; d) PGMA kaplı perlit kompoziti 58

ÇİZELGE LİSTESİ

Çizelge 3.1. NPEK-114'ün karakteristik özellikleri 22
Çizelge 3.2. IPOX EH 2041'in karakteristik özellikleri 22
Çizelge 3.3. Cihazlar ve kullanım amaçları 23
Çizelge 3.4. Kompozit malzeme kompozisyonu 26
Çizelge 4.1. Çekme testi sonuçları 41
Çizelge 4.2. Sertlik testi sonuçları 45
Çizelge 4.3. TGA sonuçları 48
Çizelge 4.4. Temas açısı sonuçları 50

SİMGELER VE KISALTMALAR

Simgeler

CrI	: Kristallenme indisi
I_{max}	: Maksimum kırınım şiddetindeki 2θ derecesi
I_{am}	: İki amorf tepe arasındaki minimum şiddetteki 2θ derecesi
ε	: Elastisite modülü
σ	: Gerilme (stress)
ϵ	: Birim uzama (strain)
rpm	: Dakikadaki devir sayısı
s	: Saniye
g	: Gram
^oC	: Celcius
θ	: Temas açısı
γ_L	: Yüzey gerilimi
h	: Yükseklik
V_v	: Hacim fraksiyonu
ρ	: Yoğunluk
ρ_{ce}	: Ölçülen yoğunluk
mm	: Milimetre
μm	: Mikrometre
W	: Watt
L	: Litre
T_g	: Camsı geçiş sıcaklığı
η	: Dinamik viskozite

Kısaltmalar

ER	: Epoksi reçine
TGA	: Termal Gravimetrik Analiz
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskopisi
XRD	: X-ray Kırınım Spektrometresi
FTIR	: Fourier Dönüşümlü İnfrared Spektroskopisi
CVD	: Kimyasal Buhar Biriktirme

PECVD : Plazma Destekli Kimyasal Buhar Biriktirme

LOI : Sınırlayıcı oksijen indeksi

BBS : Birinci bozunma sıcaklığı

İBS : İkinci bozunma sıcaklığı

PHFBA : Polihekzabütil akrilat

PGMA : Poliglisidil metakrilat

PP : Polipropilen

T_5, T_{10}, T_{30} : % 5, % 10 ve % 30 kütle kaybının olduğu sıcaklıklar

ASTM D Metodları : Plastiklerin Çekme Testi Ölçümleri için Standart Test

1. GİRİŞ

Kompozit malzemeler, iki ya da daha fazla malzemenin birleşmesiyle oluşurlar. Kompozit malzemeye yeni ve farklı özellikler kazandırmak için farklı malzemeler bir arada kullanılır. Teknolojik gelişmeler sayesinde malzeme bilimi üzerine yapılan çalışmalar artmaktadır. Malzemelerin tek başına kullanımı istenilen özellikleri her zaman karşılamamaktadır. Bundan dolayı kompozit malzemelere duyulan ihtiyaç gün geçtikçe artmaktadır. Bilim insanları bu talepleri karşılayabilmek için birden fazla malzemeyi bir araya getirerek yeni bir malzeme üretmek istemişlerdir. Bu sebeplerden dolayı yüksek mukavemetli, ekonomik ve daha hafif malzemelerin geliştirilmesi konusunda çalışmalar artmıştır. Kompozit malzemeler genel olarak matris ve dolgu maddesinden oluşmaktadır. Matris sistemi malzemeyi bir arada tutarken dolgu maddesi malzemeye gelen gerilimleri azaltarak dayanımı artırmaktadır. Bundan dolayı dolgu maddesinin kompozit malzemede çok önemli bir yere sahiptir. Günümüzde polimerlerin düşük maliyetli ve çoğu sektörde kullanılmasından dolayı polimer takviyeli kompozit malzemelerin de önemi artmaktadır. Polimerik kompozit malzemeler hafiflik, sertlik, termal kararlılık, aşınmaya karşı dayanıklılık, yüksek mukavemet gibi özellikleri malzemeye bir çok avantaj sağlamaktadır.

Literatürde sadece genleşmiş perlitin epoksi reçinede takviye olarak kullanımı ile ilgili 2 çalışmaya rastlanmıştır. Bu çalışmalarda da kompozitler ablatif ve termokoruyucu özellikler bakımından incelenmişlerdir (Kucharczyk ve ark., 2018; Krzyzak ve ark., 2018). *Bu tez çalışmamda ilk kez: 1) yüzeyi 2 farklı ince polimer kaplanmış perlit epoksi reçinede takviye malzemesi olarak kullanılmıştır; 2) genleşmiş perlit %5-20 aralığında değişik oranlarda epoksi reçineye dahil edilerek kompozitlerin mekanik, termal, su sorpsiyonu ve yanma gibi özellikleri incelenerek kompoleks bir çalışma yapılmıştır.* Yüzeyi modifiye edilmiş genleşmiş perlit ve hazırlanan kompozit malzemelerin karakterizasyonu Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM), Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR), Termogravimetrik Analiz (TGA), X-ışını Kırınımı (XRD) ve temas acılarının ölçümü ile araştırılmıştır. Mekanik özellikleri ise sertlik ve çekme testi ölçümleri ile belirlenmiştir.

.

1.1. Kompozit Malzemeler

Kompozit malzemeler, iki ya da daha fazla malzemenin birleşmesiyle oluşurlar. Kompozit malzemeye yeni ve farklı özellikler kazandırmak için farklı malzemeler bir arada kullanılarak oluşturulan malzemelerdir. Kompozit malzemeler birbirleri içerisinde çözünmezler. Kompozit malzemeler genellikle düşük modül ve dayanıma sahip reçine ile beraber az oranda takviye elemanından oluşmaktadır. Kompozit malzemelerin kullanımı eski yıllara dayanmaktadır. Eski dönemlerde kullanılan kerpiçler kompozit malzemenin ilk örneğidir. Otoyollarda kullanılan asfalt ve inşaat sektöründe kullanılan betonarme, kompozit malzemelerin en yaygın kullanıldığı alandır.

Kompozit malzemelerin avantajları

- Yoğunlukları düşük ve ucuz malzemelerdir.
- Diğer malzemelere göre yüksek çekme ve eğilme gerilmelerine maruz kalabilirler.
- Yorulma direçleri yüksektir.
- Korozyona ve birçok kimyasala karşı iyi direnç gösterirler.
- Isının yüksek olduğu alanlarda kullanılabilir.
- Kompleks parçalar üretilebilir (Devaraju ve ark., 2013).

Kompozit malzemelerin dezavantajları

- Matris malzemeleri genellikle pahalı malzemelerdir.
- Kırılganlıkları fazladır.
- Aynı malzemede farklı çekme, basma ve eğilme değerleri görülebilir.
- Malzemede meydana gelen hava kabarcıkları malzemenin kalitesini değiştirebilir (Raju ve Kumarappa, 2011).

Kompozit malzemeler matris ve dolgu maddesine göre iki sınıfa ayrılırlar.

1.1.1. Matris türüne göre kompozit malzemeler

Matris sistemi metal, seramik ve polimer olmak üzere üç sınıfa ayrılır. Matris malzemesi kompozit malzemelerde dolgu maddesini fiziksel ve kimyasal etkenlerden

koruyarak kompozit malzemeyi bir arada tutar. Ayrıca kompozit malzemedeki kırıkların ilerlemesini engeller (Gu ve ark., 2015).

- **Metal matrisli kompozit malzemeler**

Metal matrisli kompozitler; matris malzemesi metal veya metal alaşımı olan malzemelerdir. Üstün mukavemet, aşınma, yorulma ve korozyon direnci metal matrisli kompozitlerin metal malzemelere göre üstün özellikleri vardır (Korçak, 2005). Pahalı olması ve üretim zorluğu ise dezavantajlarıdır. Alüminyum alaşımının hafif olması ve üretim kolay olmasından dolayı otomotiv sektöründe tercih edilir (Yakınlar, 2011). Şekil 1.1'de metal matrisli kompozit malzemeye örnek gösterilmiştir.



Şekil 1.1. Metal matrisli kompozit

- **Seramik matrisli kompozit malzemeler**

Seramik bazlı kompozitler; seramik matrisi malzemelerin (Al_2O_3, Si_3N_4, SiC) seramik, metal parçacık veya elyaf takviyesi ile oluşturulur. Seramik malzemeler genel olarak yüksek sıcaklıktaki ortamlarda kullanıma uygundurlar fakat yük altında gevrek davranış gösterdiklerinden dolayı kullanım alanları sınırlanmaktadır. Seramik matrisli kompozitlerin üretilmesindeki amaç seramik matrisin tokluğunu artırmaktır. Seramik matrisli kompozitler gaz türbinlerinde, uzay-havacılık sektöründe ve nükleer uygulamalarda kullanılır (Şekil 1.2) (Korçak, 2005).



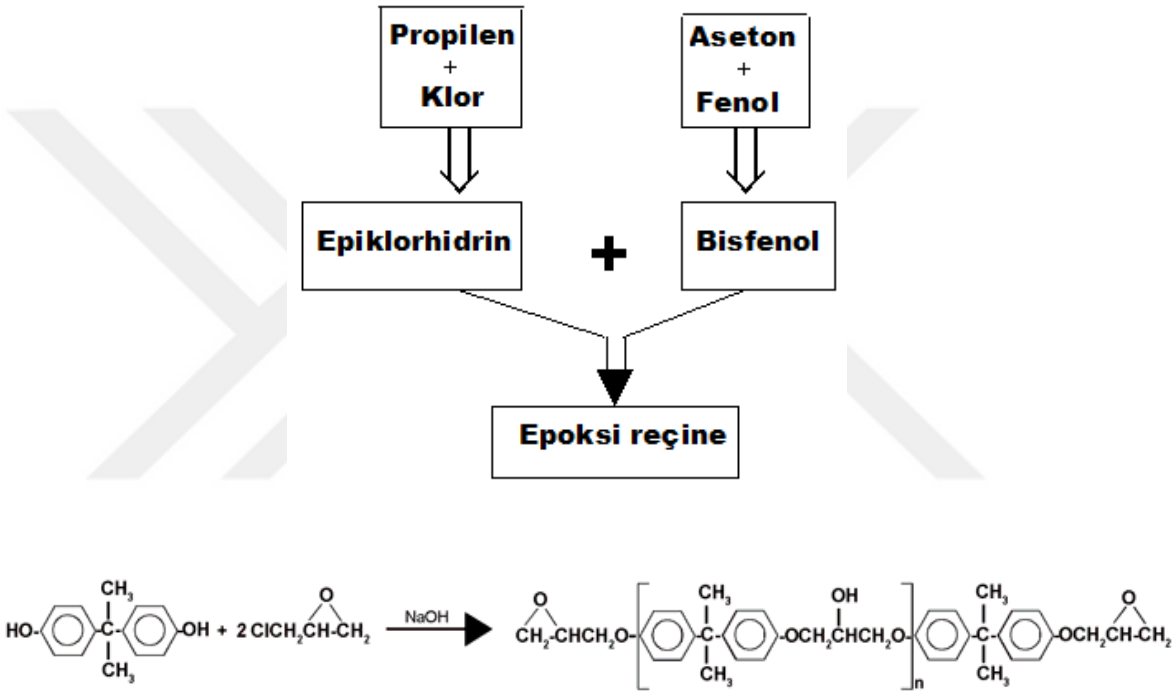
Şekil 1.2. Seramik matrisli kompozit

- **Polimer matrisli kompozit malzemeler**

Polimer matrisli kompozitler, çoğunlukla elyaf takviyeli olarak kullanılmaktadırlar. Kullanılan elyaf sayesinde malzemenin mukavemet değeri elyaf kullanımı ile doğru orantılı olarak artmaktadır. Kompozit malzemeler içerisinde en çok gelişmiş göstermiş sınıftır. Polyester reçinesinin cam elyaf ile beraber kullanımı günümüzde en çok kullanılan ve bilinen polimer matrisli kompozit malzemedir.

Kompozitlerde en yaygın kullanılan diğer termoset polimer matris epoksi reçinelerdir. Hem sıvı reçine hem de kürleme maddeleri düşük viskoziteli, kolay işlenebilir sistemler oluştururlar. Epoksi reçineleri, kürleme maddesi seçimine bağlı olarak 5°C ila 150°C arasındaki herhangi bir sıcaklıkta kolayca ve hızlı bir şekilde kürlenir. Yüksek korozyon ve mukavemet değerine sahiptir. Bunun yanında kolay üretilmesi gibi özelliklerinden dolayı uçak-uzay, savunma, denizcilik, zemin kaplama, lastik, inşaat ve otomotiv sektöründe kullanımı gün geçtikçe artmaktadır (Şekil 1.4) (Korçak, 2005). Bir laminasyon reçinesi olarak, arttırılmış yapışkan özellikleri ve su bozulmasına karşı direnci, bu reçineleri tekne yapımı gibi uygulamalarda kullanım için ideal kılar. Burada epoksiler, yüksek performanslı tekneler için birincil yapı malzemesi olarak veya bir gövdeyi kılıflamak veya suyla parçalanmış polyester reçineleri ve jel kaplamaları değiştirmek için ikincil bir uygulama olarak yaygın şekilde kullanılır. Epoksiler genellikle diğer reçine türlerinin çoğuna göre mekanik özellikler ve çevresel bozulmaya karşı direnç açısından daha iyi performans gösterir ve bu da uçak bileşenlerinde neredeyse tamamen kullanılmalarına yol açar. En yaygın şekilde kullanılan epoksi reçineleri, bisfenol-A ve epiklorohidrinden türetilen bisfenol-A'nın diglisidil eterleridir (Şekil 1.3). Epoksi reçineleri pazarı gün geçtikçe artmaktadır.

Epoksi reçineleri, şu anda dünya çapında üretilen rüzgar bıçaklarının yaklaşık %75'i için kullanılırken, polyester reçineleri geri kalan %25'ini oluşturur (Panda, 2019). Bu nedenle epoksi reçineler, uçaklardaki yüksek performanslı yapıştırıcılar, petrol endüstrisindeki boru kaplamaları, baskılı devre kartları ve inşaat, otomotiv ve havacılık endüstrisindeki diğer birçok uygulamalar gibi birçok endüstriyel uygulamada yüksek performanslı kompozitlerde yaygın olarak kullanılan termoset polimerleridir (Zhang ve ark., 2011). Yalıtkan elektriksel özellikleri ve nispeten yüksek ısıl dirençleri bu tür malzemelerde bu malzemelerin kullanılmasının ana nedenleridir (Du ve Yang, 2012).



Şekil 1.3. Epoksi reçine sentez şeması ve reaksiyonu



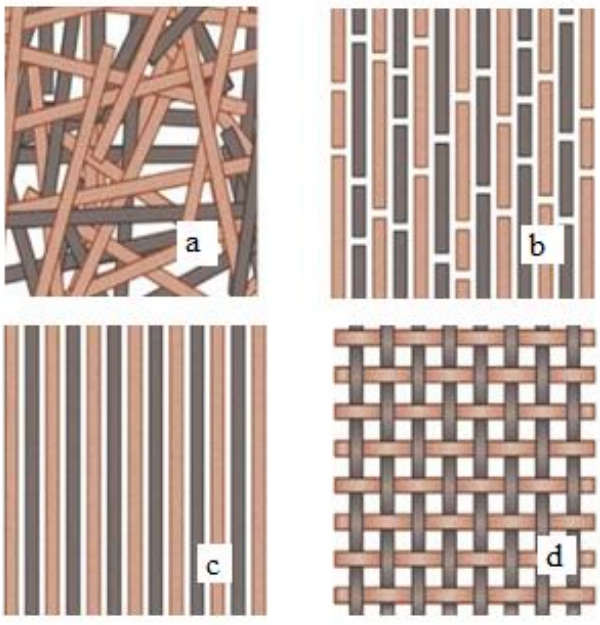
Şekil 1.4. Polimer matrisli kompozitlerin kullanımı

1.1.2. Dolgu maddesi türüne göre kompozit malzemeler

Kompozit malzemelerde matristen sonra en önemli kısım kullanılan dolgu maddesidir. Bu dolgu maddeleri sayesinde kompozit malzemeye gelen gerilme kuvvetlerini azaltmak, yeni özellik kazandırmak ve malzemenin özelliklerini geliştirmektir (Saiyad ve ark., 2014). Dolgu maddesi kullanıldığı zaman kompozit malzemenin mekanik dayanımı iyileştirmek (Guan ve ark., 2015), termal kararlılığı korumak (Yilmazer ve Ozdeniz, 2005) ve aşınma direnci (Bora ve ark., 2013) özelliklerini geliştirmek için kullanılır. Fakat birçok uygulamada maliyeti düşürmek için kullanılır (Pati ve Satapathy, 2015). Üretilen kompozit malzemenin özellikleri; dolgu maddesinin miktarı, boyutu ve matris içerisine dağılımına göre değişmektedir (Pusz ve ark., 2015). Dolgu maddeleri lif ve tanecik yapılı olmak üzere iki gruba ayrılır.

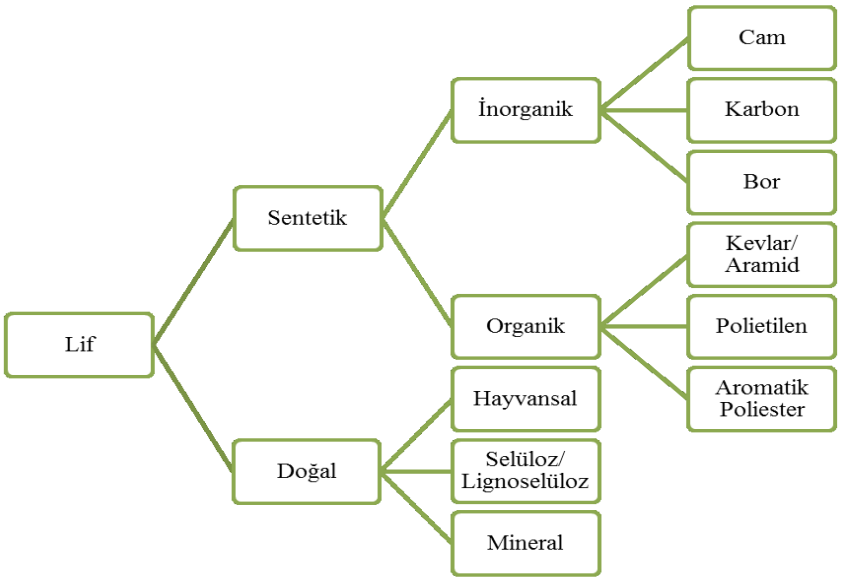
- **Lif yapılı dolgu maddeleri**

Lif yapılı dolgu maddeleri, kompozit malzeme uygulamalarında en çok tercih edilen dolgu maddesidir. Kompozit malzeme üzerindeki gerilmelerin büyük bir kısmını lifler taşımaktadır. Lif yapısına göre malzemeye sertlik gibi özellikler kazandırır. Şekil 1.5'de liflerin matris içerisindeki dağılım biçimleri gösterilmiştir (Erkan, 2008).



Şekil 1.5. Liflerin matris içerisindeki yerleşme biçimi a) kesikli rastgele, b) kesikli tek yönlü, c) sürekli tek yönlü, d) sürekli iki yönlü

Lifler, yapısına bağlı olarak Şekil 1.6'da gösterildiği gibi sentetik ve doğal yapılı olmak üzere iki sınıfa ayrılmaktadır (Saba ve ark., 2014).



Şekil 1.6. Liflerin yapısına göre sınıflandırılması

- **Tanecik yapılı dolgu maddeleri**

Tanecik yapılı dolgu maddeleri, boya, yalıtım ve kaplama uygulamalarında (Wang ve ark., 2015) malzemenin sertliğini artırma, aşınma ve korozyon direnci sağlamak amacıyla tercih edilirler (Palraj ve ark., 2015). Lif dolgu maddesi ile karşılaştırıldığında matris içerisinde tanecik yapılara düşen yük miktarı lif yapılara düşen yük miktarına göre oldukça azdır. Bundan dolayı tanecik yapılı dolgu maddelerinde malzemenin dayanımını artırmak için çok etkili olmamaktadır.

1.2. Kompozitlerde Kullanılan Kil Türü Takviyeler

Mekanik açıdan epoksi polimerleri kırılgan bir özellik gösterir. Bu nedenle, normal kullanım koşullarında genellikle başarısız bulunurlar. Bu konuyu ele almak ve kırılgan polimerin özelliklerini arttırmak için birkaç yaklaşım mümkündür. Bunlardan birisi, malzemenin özelliklerini bozmadan daha düşük maliyetlere yol açan parçacıklar veya inorganik dolgu maddeleri (silika, kaolin, montmorillonit vb.) ekleyerek epoksi reçinelerini modifiye etmektir ki, genellikle malzemenin özelliklerini bozmadan düşük maliyetlere yol açar ve bazen son malzemede bariyer özellikleri, yanıcılık direnci, ısıl stabilite gibi ilave iyileştirmeler de sağlayabilir. İnorganik dolgu maddeleri, epoksi

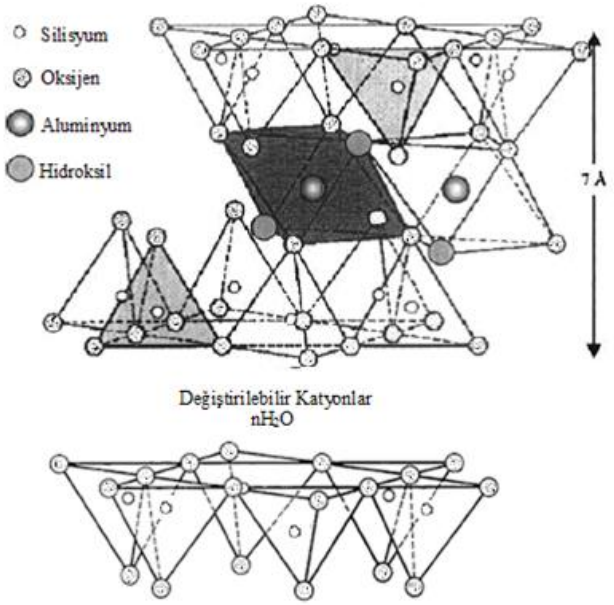
reçine sistemlerinde takviye olarak kullanılarak mekanik, elektriksel ve termal özellikleri de önemli ölçüde arttırırlar. Yukarıda belirtilen özelliklerin bazılarının iyileştirilmesinin bir yolu olarak ve aynı zamanda istenen malzemelerin maliyetini düşürmenin bir yolu olarak ta birçok bilimsel alanda özellikle toz parçacık olarak çok tercih edilirler (Irekti, 2011; Castrillo ve ark., 2015).

Kil minerallerinin bileşimini genellikle alüminyum hidrosilikatlar meydana getirmektedir. Killer, su ile karıştırıldıklarında plastik ve daha fazla su ilavesinde kolloid özellik kazanırlar. Bu özellikleri onların mekanik veya döküm yolu ile kalıcı bir şekil verilmesini sağlar. Pişirilen killer sert ve dayanıklı ürünler meydana getirirler. Sulu veya diğer çözeltilerdeki kolloid killer, bazı organik maddeleri ve katyonları absorbe eder. Polimer/kil kompozitlerin üretimi mekanik özelliklerin bozulması ve aşınma direnci ile sonuçlanabilir. Bu problemi çözmek için kullanılan en yaygın yol, istenen organik katyonlar ile kil yüzeyinde bulunan inorganik Na^+ katyonlarını değiştirmektir (Yu ve ark., 2011). Kil konsantrasyonları düşük olan epoksi/kil nanokompozitlerin, matrisi saf epoksi olan kompozitler ile kıyaslandığında mekanik mukavemet, geçirgenlik, yanıcılık ve termal kararlılık gibi özelliklerin iyileştiği görünmüştür. Epoksi/kil kompozitlerin performansları nanokompozitlerin yüksek arayüz/hacim oranından kaynaklanmıştır (Chen ve ark., 2013).

1.2.1. Montmorillonit

Montmorillonit kili, smektit kil ailesinin bir üyesidir. Bu kil, iki dörtyüzlü (tedrahedral) silisyum tabakası arasına sekizyüzlü (oktahedral) alüminyum tabakasının bağlanması sonucu oluşur. Montmorillonit kilinin tek bir tabakasının yapısı Şekil 1.7'de gösterilmiştir.

Montmorillonit kili iki silisyum ve bir alüminyum örgüsünden oluştuğundan bu örgü sayısını tarif etmek için 2:1 ifadesi kullanılır. Bu şekilde oluşmuş tabakaların birbirleri üzerine yığılması ile kil minerali oluşur. Kilin kabaca formülü $Mx+(Si_8)^{IV}(Al_{4-x}Mg_x)^{VI}O_{20}(OH)_4$'dür. x burada yaklaşık 0.6-1.2 ve M: Na, K, Ca'dur. Burada alüminyum yerine magnezyum atomu da yer alır. Kil için magnezyum gereklidir çünkü düzgün sekizyüzlü örgünün yükünü ve boyutunu arttırır ve tabaka gerginliğini azaltır (Kolancılar, 2013).



Şekil 1.7. Montmorillonit kilinin tek bir tabaka şekli (Borah ve ark., 2001)

Montmorillonitin kullanım alanlarına aşağıdakiler örnek verilebilir:

- Gıda ve ilaç maddelerine katkı olarak;
- İmmun sistemini kuvvetlendirici;
- Kompozitlerde takviye olarak;
- Tarımda toprağın su tutması için bir toprak katkı maddesi olarak;
- Katalitik kırma katalizörü olarak vb. (Anonim, 2019).

1.2.2. Bentonit

İçinde bol camsı gereç bulunan volkanik kül, tüf ve lavların kimyasal yolla ayrışması sonucunda iki ürün meydana gelir; birincisi yüksek zeolitik özellige sahip çok çeşitli kil, diğeri ise kilce baskın özellikle dioktahedral simektitler, yani bentonitlerdir. Bentonitler, içerdikleri değişebilir nitelikteki sodyum ve kalsiyum iyonlarına göre; yüksek şişme özelliğine sahip sodyum bentonit, karışık bentonit (sodyumlu ve kalsiyumlu) ve düşük şişme kapasiteli kalsiyum bentonit olmak üzere üç ana gruba ayrılmaktadır. Tüm simektit grubunda olan killer gibi bentonitte 2:1 tabakalıdır. İki tetrahedral (silika) tabakası arasında bir oktahedral (gibsit) tabakası olan birim hücreye sahiptir (Şekil 1.8).

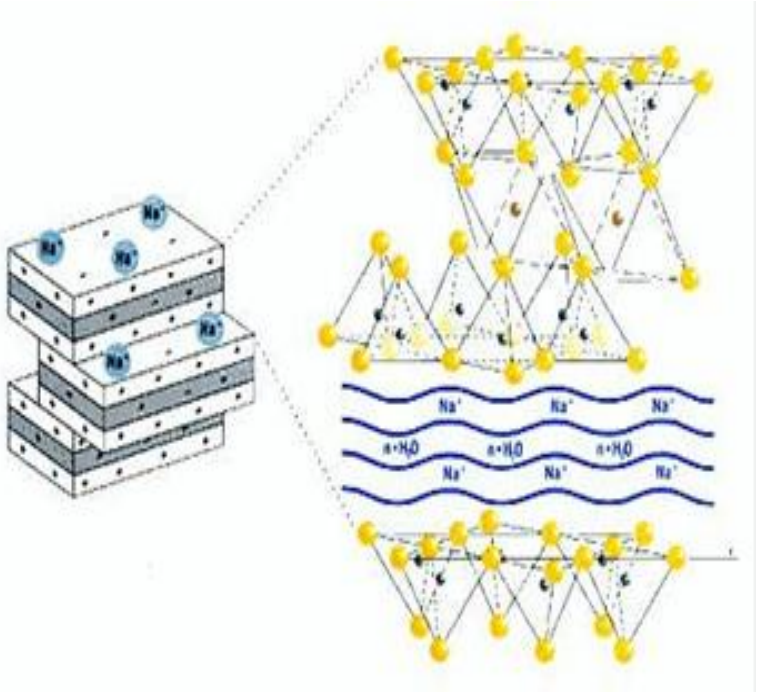
Bentonitin en önemli özelliklerinden birisi su içinde kabarıp sismesi ve jelimsi bir kitle meydana getirmesidir. Bir kilin gerçekten ve kelimenin ticari anlamı ile

bentonit olabilmesi için, en az kendi hacminin bes katı sismesi gerekmektedir. Normal olarak iyi vasıflı bentonitler 10-20, çok ender bentonitlerde 25 hatta 30 kat şişebilmektedirler. Genellikle kendi agırlıgının 5-6 katındaki suyu absorbe ederek 12-15 kat hacim artısı gösteren bentonitler ticari bakımdan iyi vasıfta kabul olunur (Orhun, 2006).

Bentonitin aşağıdaki kullanım alanları bilinmektedir:

- Yağları emme özelliğinden dolayı temizlik maddelerinin yapımında;
- Ağır petrol fraksiyonlarının katalitik olarak parçalanmasında kataliz olarak;
- Kağıt hamuruna %1 oranında katılan bentonit, dolgu ve pigmentin, reçine ve balmumunun hamuru içinde homojen dağıtılmasında;
- İlaçlarda dolgu, süspansiyon, temizleme amaçlı;
- Lastik sanayinde dolgu olarak;
- Sürekli süspansiyon oluşturabilme özelliğine sahip olduğundan boya, emaye ve mürekkeplere katkı olarak;
- Yağlı yüzeylerin temizlenmesinde;
- Çimentoya % 1 oranında katılarak, beton ve harçların plastik özelliğini ve çakıl ile kumun homojen dağılımını sağlamada;

İnşaat mühendisliğinde vb. (Orhun, 2006).

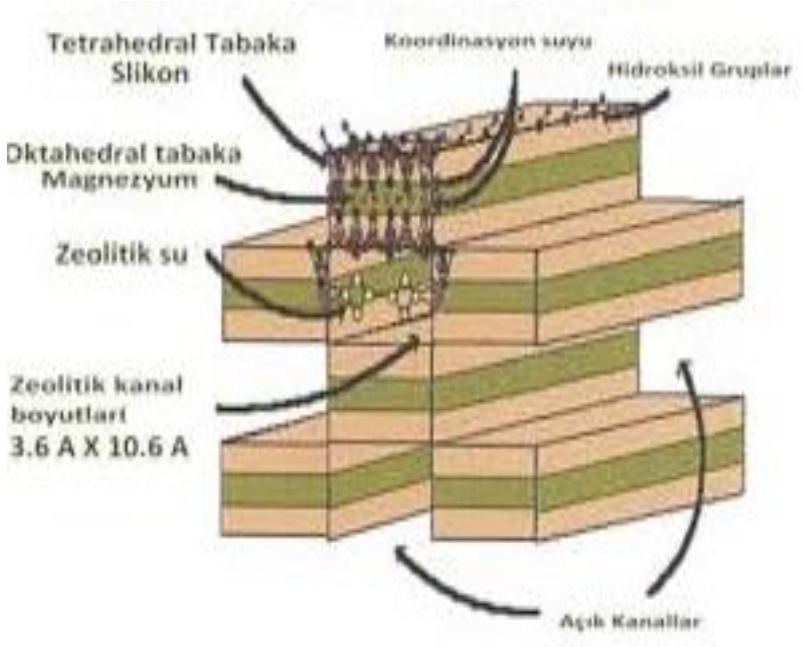


Şekil 1.8. Bentonitin yapısı (Orhun, 2006)

1.2.3. Sepiyolit

Sepiyolit trioktahedral fillosilikatlar gibi sulu magnezyum silikat bileşimli doğal bir kil mineralidir. Bu ad ilk kez 1847 yılında Glocker tarafından kullanılmış olup, Yunanca "mürekkep balığı" anlamındaki kelimeden türetilmiştir. Sepiyolit başlığı altındaki ticari killer ülkemizde lületaşı ve sepiyolitik kil olmak üzere iki aynı grupta değerlendirilmektedir (Can, 1992). Formülü ($(Si_{12})(Mg_9)O_{30}(OH_6)(OH_2)_4.6H_2O$) olan sepiyolit, sepiyolit-paligorskit grubuna ait, magnezyum hidrosilikatdan ibaret doğal bir kil mineralidir (Şekil 1.9). Sepiyolit sürekli iki boyutlu tetrahedral tabaka içeren fillosilikatlardan olup, sürekli bir oktahedral tabakalarının yokluğu nedeniyle diğer tabakalı silikatlardan ayrılır (Burçak ve Yalçın, 2016). Tetrahedral ve oktahedral oksit tabakalarının istiflenmesi sonucu oluşan lifsi bir yapısı vardır ve lif boyunca devam eden kanal boşluklarına sahiptir (Rodriguez ve ark., 1994).

Sepiyolit, diğer endüstri minerallerine kıyasla dünyadaki kaynakları son derece kısıtlı olan ve ekonomik yatakları sadece İspanya ve Türkiye ile sınırlı bulunan bir hammaddedir. Türkiye'nin ekonomik olarak değerlendirilebilecek sanayi veya tabakalı tip sepiyolit yatakları, Eskişehir, Çanakkale, Bursa, Kütahya ve Isparta'da bulunmaktadır.



Şekil 1.9. Sepiyolitin yapısı (Burçak ve Yalçın, 2016)

Sepiyolitin kullanıldığı alanlar şunlardır:

- Çözelti kalınlaştırıcı ve tiksotropik özellikleri nedeniyle boya, asfalt kaplamaları, gres yağı ve kozmetik ürünlerde;
- Yüksek elektrolit konsantrasyonu ve sıcaklığa sahip derin sondajlarda çamur malzemesi olarak;
- Tarımda toprak düzenleyicisi olarak; tohum kaplama ve gübre süspansiyonlarında, haşere ve böcek ilaçları taşıyıcısı olarak;
- Bağlayıcı özelliğinden dolayı eczacılıkta ve katalizör taşıyıcı pelet ve tablet olarak;
- Kağıt, mukavva, filtre ve duvar kağıdı ve kauçuk sanayilerinde dolgu maddesi olarak;
- Tuğla ve seramik ürünlerde (özellikle high-tech uygulamaları bulunan honeycomb seramikler);
- Deterjan sanayiinde (MTA, 2019a).

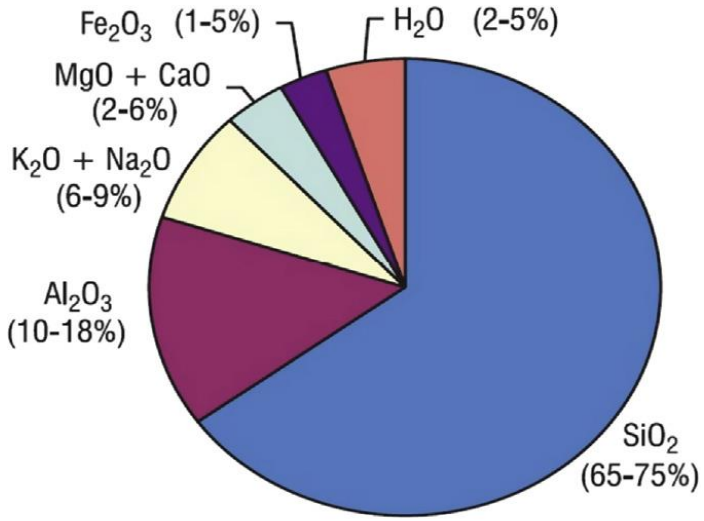
1.2.4. Perlit

Perlit genellikle %65-75 SiO_2, %10-18 Al_2O_3 ve az miktarda diğer mineralleri içeren asidik özellikli püskürük, camsı kayaçlara verilen genel addır (Şekil 1.10). Orijinal haliyle perlit, yapısı içerisinde hapsolmuş su parçacıkları ile birlikte bir asidik karakterli volkanik camdır (doğal cam). Kimyasal açıdan, yapısında %2 ila %5 oranında su ihtiva eder hidratlanmış bir sodyum potasyum alüminosilikattır. Perlitin erime sıcaklığı yaklaşık olarak 950–1300°C arasında belirlenmiştir.

Perlit 750-1200°C arasında ani olarak ısıtıldığında bünyesinden çıkan buharın etkisiyle genleşerek camsı tanelerden oluşan bir köpük agregasına dönüşür. İlk hacminin 4-20 katına kadar genleşen bu ürüne "genleşmiş perlit" denir (Şekil 1.11). Genleşme prosesi silanol gruplarının reaksiyonu ile oluşur (Rodriguez ve ark., 2016):

$$\equiv Si{-}OH + HO{-}Si\equiv > \equiv Si{-}O{-}Si\equiv + H_2O$$

Bu genleşme süreci, perlitin en çok ayırt edici özelliklerini de yaratır. Ham perlit transparan açık griden parlak siyaha doğru çeşitlenebilirken, genleşmiş perlit kar beyazdan grimsi beyaza doğru çeşitlenir. Genleşmiş perlite ticari değer kazandıran en önemli özellik; az hacimdeki düşük yoğunluğu, fiziksel esnekliği, kimyasal sabitliği, düşük ses geçirgenliği, ateşe karşı dayanıklılığıdır.



Şekil 1.10. Perlitin kimyasal bileşimi



Şekil 1.11. Perlit

Perlitin ülkemizde Erzincan, Nevşehir, Ankara civarındaki yataklarda geniş rezervleri vardır. Genleşmiş perlit ısıl koruma özelliklerine sahip belirli bir toz dolgu grubunu oluşturur.

Perlitin tüketim alanları çok fazla olup başlıcaları aşağıda verilmiştir:

- İnşaat sektörü
  - yalıtım ve izolasyon malzemesi olarak;
  - özel amaçlı betonlarda;
  - perlitli sıvalarda;
  - tuğlalarda vb. (Şekil 1.12)
- Tarım sektörü
  - fideler için üreme ortamı oluşturmak,
  - toprağı havalandırmak vb.

- Sanayi sektörü
  - gıda, ilaç ve kimya sanayiinde filtre yardımcı maddesi olarak: örn., meyve suları, bitkisel yemeklik yağları, şeker ve mısır şerbetini süzme işlemlerinde; atık suları temizleme ve süzme işlemlerinde;
  - ilaç ve kimya sanayiinde dolgu maddesi olarak: örn., temizleyici tozlarda, çeşitli ilaçlarda, gübrelerde, boya ve sabunda vb.;
  - seramik ve cam sanayiinde katkı maddesi olarak;
  - metalürjide: döküm kumuna katkı maddesi olarak, ergimiş metalin cüruf kontrolünde vb.;
  - perlitli yalıtıcı refrakterlerin üretiminde;
  - gemi diplerini kaplama ve yalıtımında;
  - ambalajlamada dolgu malzemesi olarak;
  - plastik köpük ve plakalara dolgu ve katkı malzemesi olarak;
  - ucuz ve hafif plastik mobilya yapımında dolgu maddesi olarak
  - yangına karşı özellikle çelik konstrüksiyonlarda yalıtım katı olarak vb. (MTA, 2019b).



Şekil 1.12. Perlitin inşaat sektöründe uygulamaları

2. KAYNAK ARAŞTIRMASI

Epoksi reçineler, kompozit malzemeler için matris baz olarak teknolojide yaygın olarak tanınmakta ve havacılık, otomobil, makine yapımı ve deniz taşıtlarının yanı sıra elektronik yapı gibi alanlarda kullanılmaktadırlar. Mekanik, elektriksel ve termal özellikleri önemli ölçüde iyileştirmenin ve aynı zamanda istenen malzemelerin maliyetini düşürmenin bir yolu olarak, birçok bilimsel alanda inorganik dolgular toz şeklinde olarak çok tercih edilirler. Eklenen dolgu maddesinin türüne bağlı olarak, özellikler farklı bir ölçüde değişebilir. Reçineler, cam, seramik, ahşap, metal ve plastik gibi çok çeşitli malzemelere yüksek düzeyde yapışma özelliğine sahiptirler. Epoksi kompozitler koruyucu malzeme olarak, ayrıca bina yapılarının veya makine endüstrisinin bir kaplamasını oluşturan sözde ablatif malzemeler olarak kullanılabilirler. Toz veya elyaf takviyesinin ya da yüksek erime sıcaklığına sahip takviye edici levhaların eklenmesi, polimer bir kompozitin termokoruyucu ve termomekanik özelliklerini büyük ölçüde geliştiren bir bileşik yapı oluşturur. Literatürde inorganik dolgu maddelerinin polimer matrislere entegrasyonu kapsamlı bir şekilde incelenmiştir. Aşağıda takviye olarak çeşitli killerin ve perlitin kullanıldığı bazı çalışmalar özetlenmiştir.

2.1. Killerle Yapılan Çalışmalar

Sharifi ve ark. (2017), epoksi/montmorillonit (Closite 30B) nanokompozitlerinin kaplama özelliklerini incelemişlerdir. epoksi / kil (Closite 30B) Nanokompozit numuneler çözelti ve eriterek çözme yöntemleri kullanılarak hazırlanmıştır. Epoksi matrisinde kil dispersiyonunu XRD ve TEM teknikleri kullanılarak değerlendirilmiştir. Hazırlanan nanokompozit numuneler epoksi toz kaplama formülasyonlarında (nano toz kaplama olarak adlandırılmıştır) kullanılmıştır. Numunelerin kürleşme davranışını incelemek için DSC analizi kullanılmıştır. Hazırlanan numunelerin fiziksel, mekanik ve ısıl özellikleri çekme, DMTA, mikro sertlik, TGA ve LOI testleri kullanılarak değerlendirilmiştir. Son olarak, hazırlanan epoksi nano toz kaplamaların korozyon direnci, tuz püskürtme testi kullanılarak belirlenmiştir. Sonuçlar, hem çözelti hem de eriyik dispersiyon yöntemlerinin kullanılmasıyla, Closite 30B nanoparçacıklarının epoksi reçinesinde düzgün bir şekilde dağılabildiğini göstermiştir. Closite 30B'nin epoksi kürleme reaksiyonunu hızlandırabildiği bulunmuştur. Sonuçlar, formülasyonda

çeşitli kil nanoparçacık konsantrasyonları (1-5 phr aralığında) kullanıldığında nano toz kaplamaların mekanik özelliklerinin geliştiğini göstermiştir. 3 phr kil nanopartikül içeren numunenin en iyi ısıl ve yangına dayanıklılık özelliklerini sağladığı görülmüştür.

Sari ve ark. (2016) yeni bir aşırı dallanmış polimer modifiyeli kil/epoksi nanokompozit kaplamanın fiziko-mekanik özelliklerini incelemişlerdir. Bu amaçla, saf nanokil, polyester-amid hiper-dallanmış bir polimer (HBP) ile, %0.5, 1, 2.5, 5 ve 10'luk kil (P/C) oranlarında yüzey modifiye edilmiştir. Modifiye edilmiş killerin yapıları X-ışını kırınımı (XRD) analizi ile incelenmiştir. Sonuçlar, HBP'nin kil lamellerine adsorbe olduğunu ve ara tabaka mesafesinin ara yüz etkileşimleri nedeniyle daha büyük hale geldiğini göstermiştir. P/C oranı arttıkça, daha iyi birleştirilmiş morfoloji elde edildiği görülmüştür. Bir sonraki adımda, ağırlıkça %1 oranında saf ve modifiye edilmiş nanokil partikülleri bisfenol-A bazlı bir epoksi reçineye eklenmiş ve karışım amido poliamin bazlı sertleştirici ile sertleştirilmiştir. Reolojik davranışın incelenmesi, HBP ile modifiye edilmiş nanoclay parçacıklarının bir dereceye kadar pul pul dökülmüş morfolojiye ulaştığını göstermiştir. Nanokompozitler daha sonra XRD, termal gravimetrik analiz (TGA), dinamik mekanik analiz (DMA), çekme testi ve sonuçta taramalı elektronmikroskop (SEM) analizleri ile analiz edilmişlerdir. Kil HBP ile modifiye edildiğinde birbirine karışmış ve / veya eksfoliye edilmiş morfolojilerin daha muhtemel hale geldiği ve nano-kompozitlerin bu şekilde nano-yapıları nedeniyle fiziksel-mekanik özelliklerin anlamlı şekilde arttırıldığı sonucuna varılmıştır.

Sharma ve ark. (2017), silanize kil minerallerine dayalı cam elyaf takviyeli epoksi kompozitlerin kürlenme ve mekanik özelliklerinin incelenmesi üzerine bir çalışma yapmışlardır. Ticari olarak organik modifiye edilmiş montmorillonit (Cloisite 15A) kili, iki farklı silan birleştirme maddesi (3-aminopropiltrietoksisilan ve 3-glisidiloxipropiltrimetoksisilan) ile yeni bir silanizasyon yolu ile modifiye edilmiştir. Silan birleştirme maddesinin ağırlığının kil mineralinin ağırlığına oranı, 0.1 ila 6 arasında değişmiştir. Cloisite 15A içeren elyafla güçlendirilmiş epoksi nanokompozitler üzerinde kürleme çalışmaları farklı kürleşme sıcaklıklarında, örn. 70°C, 80°C, 85 C, 95°C ve iki farklı sertleşme süresinde (örn. 7 saat 10 saat) yapılmıştır. Elyaf takviyeli nanokompozitlerin mekanik özelliklerinde önemli gelişmeler, çözücü içinde yüksek konsantrasyonlarda silan kullanılarak silanize edilmiş kil minerallerinin katılmasıyla elde edildiği gözlenmiştir. Çekme modülü, çekme dayanımı, eğilme katsayısı ve eğilme dayanımı aminopropiltrietoksisilan kullanılarak modifiye edilmiş kil minerali içeren nanokompozitlerde sırasıyla %30, %37, %139 ve %146 artış göstermiştir.

Silva ve ark. (2016), poliakrilatlarla modifiye edilmiş organokil-epoksi nanokompozitlerin özelliklerine kil mineral dispersiyonu yönteminin etkisini araştırmışlardır. Kil/epoksi/akrilat polimer üçlü kompozitlerin hazırlanmasında organik olarak modifiye edilmiş montmorillonit (OMt) kullanılmıştır. Kil mineral dispersiyonu için iki farklı prosedür kullanılmıştır: i) OMt daha önce akrilat polimerleri ile modifiye edilmiş bir epoksi matrisinde dağılmış veya ii) kil minerali akrilat monomerlerinde şişirilmiş ve monomer polimerize edilerek ardından epoksi matrisinde dağılmıştır. Akrilat polimerleri olarak poli(metil metakrilat) (PMMA) veya metil metakrilat-ko-2-etilheksil akrilat kopolimeri (PMMA-ko-PEHA) kullanılmıştır. Bu tekniklerin kombinasyonu, OMt'nin termoset reçinede daha iyi dağılım yaptığını göstermiştir. Ayrıca bu yöntem olağanüstü darbe direncine, daha yüksek depolama modülüne ve iyileştirilmiş termal kararlılığa sahip üçlü epoksi bazlı nanokompozitlerin elde edilmesi ile sonuçlanmıştır.

Madhup ve ark. (2017), karışık kil epoksi nanokompozit kaplamada aşınma direnci, su buharı bariyeri ve korozyon önleyici özelliklerinin araştırılması ve geliştirilmesi üzerine bir çalışma yapmışlardır. İki farklı alkil kuaterner amonyum ile modifiye kil nanoparçacık (aq-CNPs): sepiyolit ve smektitin karışımı, çeşitli konsantrasyonlarda (% 0-10) epoksi/karışım killi nanokompozit kaplama hazırlamak için kullanılmıştır. Su buharı geçirgenliği bariyeri, aşınma direnci ve korozyon önleyici özellikleri, epoksi matrisdeki aq-CNP konsantrasyonunda artışla iyileştiği gözlenmiştir.

Xu ve ark. (2011), farklı polimer modifiyeli killerin kür reaksiyonu ve epoksi reçinenin termal özellikleri üzerine karşılaştırmalı olarak incelenmesi konusunda bir çalışma yapmışlardır. Çalışmada ester veya karboksilik asit grupları içeren polistiren-ko-metil akrilat ile modifiye kil (PSMA-kil) ve polistiren-ko-akrilik asit ile modifiye kil (PSAA-kil) dahil olmak üzere polimerik olarak değiştirilmiş killer katyon değiştirme metodu hazırlanmış ve bisfenol-A (DGEBA)/kil kompozitlerinin hazırlanmasında kullanılmıştır. DGEBA/kil kompozitlerinin kürleşme reaksiyonu DSC ve FTIR kullanılarak incelenmiştir. DGEBA/kil kompozitlerinin morfolojisi ve termal özellikleri, ise XRD, TEM, TGA ve DSC kullanılarak karakterize edilmiştir. DSC ve FTIR analizleri, DGEBA/PSAA-kil kompozitleri için epoksi grupları ve sertleştirme ajanı 4,4-diaminodifenilmetan (DDM) arasındaki kürleşme reaksiyonlarının yanı sıra, epoksi grupları ve karboksilik asit grupları arasında da bir reaksiyon olduğunu göstermiştir. PSAA-kil yapısındaki epoksi grupları ve karboksilik asit grupları, epoksi matrisinde kil

dağılımını kolaylaştırmış, ayrıca iyileştirilmiş termal özellikler DGEBA/PSAA-kil kompozitleri için gözlenmiştir.

2.2. Perlitle Yapılan Çalışmalar

Gürsoy ve Karaman (2016), genleşmiş perlit yüzeyini döner yataklı plazma reaktörü kullanarak ince poli (heksaflorobütil akrilat) (PHFBA) filmi ile kaplamışlardır. Hidrofilik gözenekli bir malzeme olan genleşmiş perlitin yüzeyi, yüksek oranda florlu PHFBA zinciri nedeniyle süper-hidrofobik hale getirilmiştir. Plazma kaplama koşullarının ıslanabilirlik ve genleşmiş perlit tozlarının su tutma kapasitesine etkisi araştırılmıştır. Kaplanmamış ve kaplanmış genleşmiş perlitlerin kimyasal ve morfolojik özellikleri SEM (EDS), FTIR ve temas açısı ölçümleri analizleri ile belirlenmiştir. PECVD deneylerinin genleşmiş perlit tozlarının morfolojisini değiştirmediği gözlenmiştir. Kaplama sonucu genleşmiş perlitin su tutma kapasitesinin % 70'den % 4'e düştüğü tespit edilmiştir.

Dębska ve ark. (2017), epoksi bazlı harçta kumun bir kısmını perlitle değiştirerek kompozitler oluşturmuş, epoksi oranını %25 olarak belirlemişlerdir. Kum-perlit karışımındaki perlit oranı ise %10-15-30-50-70 olarak değiştirilmiştir. Karışımdaki perlit oranının %15'den fazla olması, kompozitin mekanik özelliklerini olumsuz yönde etkilemiştir. Tüm perlitli epoksi harç karışımlarının hacim fraksiyonu daha düşük bulunmuştur. Kompozitlerin su sorpsiyonu 14 günlük sürede incelenmiş, ilk 4 günde su sorpsiyonunun daha hızlı gerçekleştiği, perlitin su sorpsiyonunu arttırdığı görülmüştür. Fakat epoksi reçinenin harçta bağlayıcı olarak kullanımı, geleneksel çimento bazlı harçlara göre su sorpsiyonunu önemli derecede azaltmıştır. Kompozitlerin %10'luk sülfürik aside, NaOH ve NaCl çözeltilerine dayanıklılığı da test edilmiş, kompozitlerde renk değişikliği gözlemlenmemiştir. En uygun perlit oranı ise %15 olarak belirlenmiştir.

Ai ve ark. (2012), perlit/poliüretan kompozitlerini oluşturarak alev dayanımlarını incelemişlerdir. Sonuçlar, perlitin önemli derecede alev geciktirici özelliğini ortaya koymuştur.

Sun ve Wang (2015), çimento harcının mekanik ve termal özelliklerini iyileştirmek amacıyla parafin/perlit karışımını kullanmış, parafinle perlitin iyi uyum sağladığını rapor etmişlerdir. Deney sonuçları, parafinin perlitin gözenekli yapısında kılcal kuvvetle tutulduğunu göstermiştir. Parafin/perlit karışımında parafinin en fazla

%65 oranında kullanıla bilirliği belirlenmiştir. Çimento harcının basınç ve eğilme mukavemeti parafin/perlit karışımı oranı arttıkça azalmış, en iyi parafin/perlit karışımı oranı şse %20 olarak belirlenmiştir. Bu oranı içeren çimento harcı sıradan çimento harcı ile karşılaştırıldığında iyi ısı depolama özelliği ve termal kararlılık göstermiştir.

Giannouri ve ark. (2013) TiO_2/perlit kompozitlerini pirolizle tek aşamada sentezlemiş ve fotokatalitik özelliklerini araştırmışlardır. Kompozitler SEM, TEM ve XRD ile karakterize edilmiş, yapısal özellikleri ise Raman spektoskopisi ile incelenmiştir. XRD sonuçları, titanyumun anataz ve rutil formunda 20-40 nm boyutunda kristallendiğini göstermiştir. Raman spectroskopisi ile ise perlitin Si-O-Ti bağı ile bağlandığı belirlenmiştir.

Arsalani ve Hayatifar (2005) ilk olarak polianilin/perlit iletken kompozitlerini hazırlayarak karakterizasyonunu yapmışlardır. Kompozitler, in-situ polimerizasyonla perlit üzerinde polianilini kimyasal olarak sentezlemekle hazırlanmıştır. Kompozitlerin karakterizasyonunda FTIR, SEM, TGA kullanılmış, elektriksel iletkenliği 4-nokta prob tekniği ile ölçülmüştür. Kompozitlerin elektriksel özelliklerine; reaksiyon süresi, perlit parçacık boyutu ve protonik asit ortamının etkisi araştırılmıştır. İletkenlik sonuçları, mekanik olarak hazırlanan polianilin/perlit ile de karşılaştırılmıştır.

Allameh-Haery ve ark. (2017), 0.15-0.45 g/cm^3 yoğunluğunda genleşmiş perlit-epoksi köpüklerini hazırlayarak, yoğunluğun mekanik özelliklere etkisini incelemişlerdir. Köpük yoğunluğu arttıkça basınç dayanımının, elastik modülün ve tokluk modülünün artığı tespit edilmiştir. Dayanımın yoğunlukla doğrusal olarak arttığı ve en yüksek 1.7 MPa değerinde olduğu, buna karşın modül değerlerinin parabolitik değiştiği gözlemlenmiştir. 0.3-0.44 g/cm^3 yoğunluğundaki köpüklerin alümina, aliminyum-siikon karbür, fenolik reçine ve polipropilenden hazırlanan köpüklerle karşılaştırılabilir olduğu belirlenmiştir. Malzemenin, sandviç paneller içinde sertleştirici dolgu için iyi bir aday olduğu rapor edilmiştir.

Karaipekli ve Sarı (2008), inşaatta ısı termal enerji depolaması için kullanılacak olan yeni materyal geliştirmişlerdir. Kapric asit-mirisitk asit/genleşmiş perlit kompozitlerinin termal özellikleri ile termal iletkenliği belirlenmiştir. Kompozitte maksimum kapric asit-mirisitk asit oranı %55 olarak bulunmuştur. Kompozitler FTIR spektroskopisi ile karakterize edilmiş, erime ve donma sıcaklıkları DSC ile ölçülmüştür. Kapric asit-mirisitk asit/genleşmiş perlit kompozitlerinin termal iletkenliği, %10 genleşmiş grafit ilavesiyle %58 arttırılmıştır.

Arifuzzaman ve Kim (2014) yeni perlit/sodyum silikat kompozitlerini hazırlayarak mekanik özelliklerini araştırmışlardır. Genleşmiş perlit konsolidasyonu için flotasyon metodu seçildi. Kompozit köpükler sodyum silikat bağlayıcısı ile 0.2-0.5 g/cm^3 yoğunluğunda imal edildi. Mekanik özelliklerin yoğunlukla arttığı tespit edilmiş, en uygun kompozit yoğunluğu ise 0.3 g/cm^3 olarak belirlendi.

Alam ve ark. (2014) etkili vakum yalıtım paneli dolgusu için genleşmiş perlit/silika kompozitlerin hazırlamış, termo-fiziksel özelliklerini incelemişleridir. Kompozit panellerin termal iletkenliği perlit oranına bağlı olarak azalmıştır. Perlit oranının opaklık özelliklerine etkisi de araştırılmış, FTIR tekniği kullanılarak radyasyon iletkenliği ölçülmüştür.

Akkaya (2013) poli(hidroksietil metakrilat)-genleşmiş perlit kompozitlerini sentezlemiş ve sulu ortamdan TI^+, Ra^{2+}, Bi^{3+}, Ac^{3+}, Pb^{2+} iyonlarının uzaklaştırılması için adsorbent olarak kullanmıştır. Adsorpsiyona pH, metal iyonu konsantrasyonu ve sıcaklık etkisi incelenmiştir. Langmuir adsorpsiyon kapasiteleri ise sırasıyla Pb^{2+} > Ac^3 > TI^+ > Ra^{2+} > Bi^{3+} olarak hesaplanmıştır.

Wei ve ark. (2014) kapric asit-genleşmiş perlit ve kapric asit-stearik asit/genleşmiş perlit kompozitlerini dayanıklı faz değiştirme materyali olarak hazırlamışlardır. Kompozitler SEM ve FTIR ile karakterize edilmişlerdir. Termal özellikleri DSC, erime-donma testi ile belirlenmiştir. Sonuçlar, kompozitlerde en uygun fatty asit oranının %50 olduğunu göstermiştir. Kompozitler iyi termal ve kimyasal dayanıklılığa sahip olmuşlardır.

Kucharczyk ve ark. (2018) genleşmiş perlit ile modifiye edilmiş epoksi kompozit bileşiminin ablatif özellikler üzerine etkisini araştırmışlardır. İki tür epoksi reçinenin (Epidian 52 ve Epidian 601) iki farklı amin türü kürleştirici (trietilentetraamin ve fenollü trietilentetraamin) kullanılarak özellikleri incelenmiştir. En yüksek termal stabilite, trietilentetraamin sertleştiriciyle kürlenmiş Epidian 601'e dayanan ve %10 perlit içeren kompozit ile elde edilmiştir.

Krzyzak ve ark. (2018), genleşmiş perliti kütlece %0-32 aralığında epoksi reçinede kullanarak kompozit numuneler hazırlamışlardır. 25x35x10 mm boyutlarındaki örnekler, 1000°C'dan daha yüksek bir sıcaklığa sahip sıcak yanma gazlarının karışımı (% 65 propan ve% 35 bütan) ile işlenmiş, çapraz bağlı matrisin karbonlaşması gözlenmiştir. Genişletilmiş perlit hacim payındaki artışla birlikte, kütle kaybında bir düşüş olduğu tespit edilmiştir. Dolgu maddesi içeriği daha yüksek olan kompozitlerde yanma sırasında bir kok tabakasının oluştuğu gözlenmiştir.

Bulut ve ark. (2018), mikro ölçekli parçacıkların (boraks, perlit ve lağım çamur külü) S-cam/epoksi kompozit laminatların gerilme ve darbe dayanımları üzerindeki etkisini deneysel olarak incelemişlerdir. Test numunelerinin üretimi sırasında, farklı ağırlık oranlarında (%0, %5, %10, %15 ve %20 boraks için; %1, %2, %5 ve %10 perlit hariç) inorganik ve atık dolgu maddeleri içerecek şekilde epoksi reçinesi modifiye edilmiştir. Hasar mekanizmaları ve partikül modifiye edilmiş kompozitlerin darbe özellikleri, charpy darbe testleri ile karakterize edilmiştir. Sonuçlar, S-cam/epoksi kompozitlerine partikül dolgu maddelerinin dahil edilmesinin, kritik partikül yüklemesine kadar gerilme ve darbe dirençlerinde belirgin artışlar ve ardından azalan arayüzey mukavemetinden kaynaklanan azalma eğilimiyle sonuçlandığını göstermiştir.

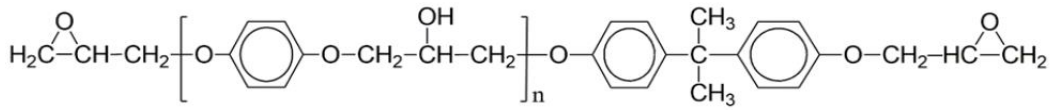
Bu çalışmada dört farklı yüksek yoğunluklu polietilen tipi (HDPE) farklı konsantrasyonlarda perlit ile karıştırılmıştır. Silan birleştirme ajanı aminopropiltrietoksil silan, perlit ve HDPE'ler arasındaki yapışmayı arttırmak için kullanılmıştır. Perlit içeriği arttıkça nihai gerilme direnci ve elastik modül artarken nihai uzamalarda azalma gözlemlenmiştir. Nihai gerilme mukavemetindeki en büyük gelişme, yüksek kristalin polietilende gözlenmiş, öte yandan, sialan birleştirme ajanı yokluğunda yüksek moleküler ağırlıklı polietilen, çekme dayanımında en az gelişme göstermiştir (Akın-Öktem ve Tincer, 1994).

3. MATERYAL VE YÖNTEM

3.1. Kullanılan Kimyasal Maddeler

3.1.1. Matris sistem

Kompozit malzeme hazırlanmasında matris sistemi olarak Konuray Kimya San. ve Tic. Ltd. Şti.'den temin edilen NPEK 114 (Bisfeonal-A bazlı) kodlu ticari olarak kullanılan epoksi reçine kullanılmıştır. Çalışmamızda kullandığımız NPEK 114 epoksi reçinenin (Şekil 3.1) kimyasal özellikleri çizelge 3.1'de verilmiştir.



Şekil 3.1. Bisfenol-A tipi epoksi reçine

Çizelge 3.1. NPEK-114'ün karakteristik özellikleri

Fiziksel durumu	Sıvı
Epoksi eşdeğer ağırlık (g/ea)	190～210
Renk (Gardner)	Mak 1.0
Parlama noktası (℃)	>150
Viskozite (cps 25 ℃)	600～1200
Yoğunluk (g/cm^3 25 ℃)	1.16

3.1.2. Kürleştirici

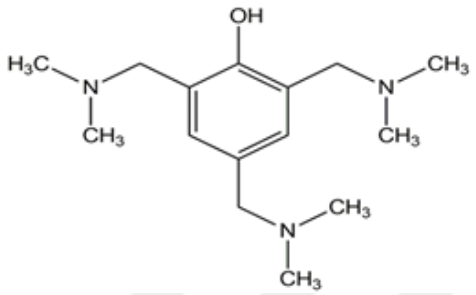
Kürleştirici olarak IPOX EH 2041 kodlu modifiye edilmiş sikloalifatik poliamin kullanılmıştır (Çizelge 3.2). Epoksi harç ve inşaat mühendisliği için kaplamalar ve kimyasal dayanıklı kaplamalarda ve genel kullanım için epoksi sertleştiricisi olarak kullanılmaktadır.

Çizelge 3.2. IPOX EH 2041'in karakteristik özellikleri

Fiziksel durumu	Sıvı
Amin değeri (mgKOH/g)	305-335
Renk (Gardner)	Mak 2.0
Viskozite (mPa·s)	125-225
Yoğunluk (g/cm^3 25 ℃)	1.04

3.1.3. Hızlandırıcı

Çalışmamda hızlandırıcı olarak 2,4,6-tris(dimetilaminometil) fenol kullanılmıştır. Hızlandırıcının molekül formülü $C_{15}H_{27}N_3O$ ve yoğunluğu 25ºC'da 0,969 g/cm^3'tür. Şekil 3.2'de molekül formülü gösterilmiştir.



Şekil 3.2. $C_{15}H_{27}N_3O$ molekül yapısı

3.1.4. Takviye malzemeleri

Takviye malzemesi olarak ≤63 µm boyutunda elekten geçirilmiş genleşmiş perlit malzemesi ile çalışılmıştır. Perlit tozu modifiye edilmemiş (saf) olarak ve PECVD yöntemiyle iki farklı polimer ile yüzeyi modifiye edilerek kompozitlerin hazırlanmasında kullanılmıştır.

3.2. Kullanılan Cihazlar

Çalışmada kullanılan cihazlar Çizelge 3.3'de listelenmiştir.

Çizelge 3.3. Cihazlar ve kullanım amaçları

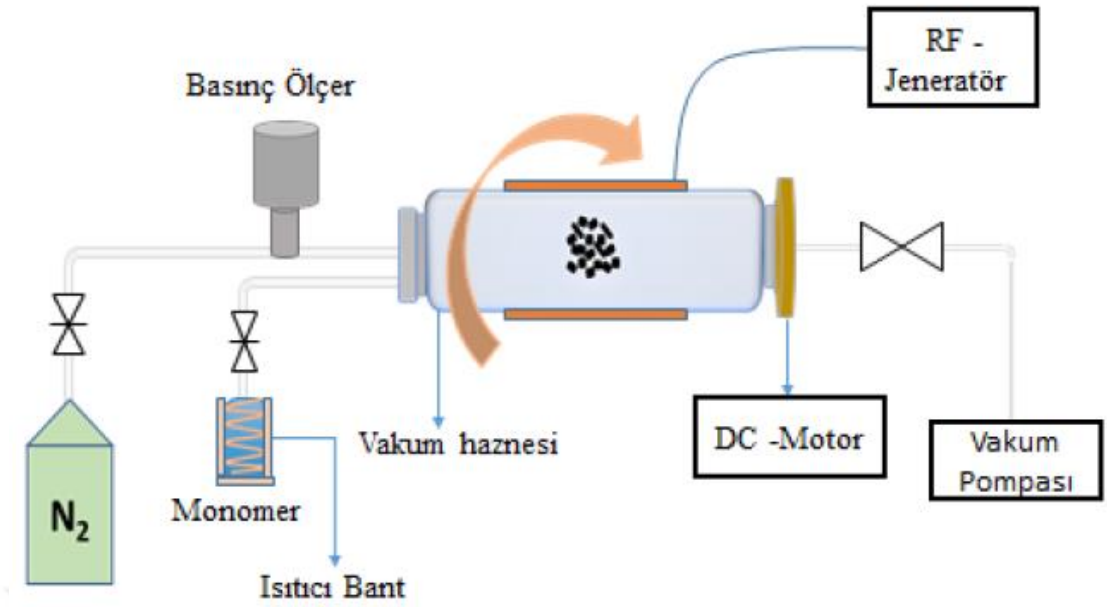
Adı/Model	Kullanım amacı
Cekme-Basma Test cihazı/ TST -Mares/ TS-mxe	Kompozitlerin çekme mukavemeti, elastik modülü ve çekme uzamasının tayini
Sertlik Tayin Cihazı/Shore Durometer TH 210	Kompozit yüzeylerinin sertlik değerlerinini ncelenmesi
Analitik terazi/Presica XP 220 A	Hassas tartımlar için kullanılmıştır
Etüv/Nüve FN 500-Memmert UN 110	Kompozit malzemelerin kürleşme işlemi için kullanılmıştır
Mekanik karıştırıcı/VELP DLS overhead stirrer	Dolgu maddesinin epoksi reçinede daha iyi karışması için kullnılmıştır
Homojenizatör/IKA T18 dijital ultra turrax rpm×1000	Kompozitlerin hazırlanma sırasında topaklanmasını engellemek için kullanılmıştır

Termal Gravimetrik Analiz Cihazı (TGA)/Mettler ToledoTGA/DSC 2 Star System	Kompozitlerin termal özellikleri incelenmiştir
X-ışını Kırınım Analizi (XRD)/Bruker D8 Advance	Numunelerin kristal yapısı ve atomların dizilişleri hakkında bilgi edinmek için kullanılmıştır
Yüzey temas açısı / Krüss Easy Drop	Kompozit yüzeylerinin hidrofilik/hidrofobik bir yüzeye sahip olup olmadıklarının incelenmesi
Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)/ Zeiss Evo LS 10	Kompozit malzeme yüzeylerinin morfolojisinin incelemek için kullanıldı.
Plazma Destekli Kimyasal Buhar Biriktirme Cihazı (PECVD)/Plazmatek	İnce film kaplamalar oluşturmak için kullanılmıştır
Öğütücü/IKA A11 basic	Takviye malzemelerini öğütülmesi

3.3. Perlitin Plazma Destekli Kimyasal Buhar Biriktirme (PECVD) Yöntemi ile Kaplanarak Kimyasal Modifikasyonu

Perlit yüzeyini modifiye etmek için Plazma Destekli Buhar Biriktirme Sistemi (PECVD) kullanılmıştır. PECVD yöntemi ile kaplamada gerekli olan aktivasyon enerjisi plazma yardımıyla sağlanmakta, bu sayede tepkimelerin düşük sıcaklıklarda gerçekleşmesini sağlamaktadır (Gürsoy ve Karaman, 2016). Bu çalışmada, reaktör haznesi kendi ekseni etrafında döndürüldüğünden reaktör haznesinde bulunan perlit tozlarının tüm yüzeylerine eşit miktarda kaplama yapılmıştır. Kimyasal modifikasyon için malzemenin yüzeyi hekzaflorobütil akrilat (HFBA) ve glisidil metilakrilat (GMA) olmak üzere iki farklı monomer kullanılarak ince polimerik filmlerle kaplanmıştır.

Bu sistemde, 13,56 MHz frekanslı RF (Radyo frekansı) plazma güç kaynağı kullanılmıştır. Yüzey kaplama işleminde reaktör 20 W plazma gücünde ve 100 mTorr basınç altında sabit tutulmuştur. Reaktör bir DC motor yardımıyla dakikada 30 tur dönecek şekilde ayarlanmıştır. Oda sıcaklığında sıvı halde bulunan HFBA veya GMA monomerleri çelik kavanoza yerleştirilmiş, gerekli buhar basıncını sağlamak için kavanoz sıcaklıkları bir PID sıcaklık kontrol edici ile 55°C'a ayarlanmıştır. Monomer akış hızı ise bir iğne vana ile kontrol edilmiştir. Perlit malzemesi 20 dak boyunca plazma işlemine maruz bırakılmış ve perlit yüzeyleri poli(hekzaflorobütil akrilat) (PHFBA) ve poli(glisidil metakrilat) (PGMA) polimerleri ile kaplanmıştır. Çalışmada kullanılan PECVD sisteminin şematik gösterimi Şekil 3.3'de verilmiştir.



Şekil 3.3. Döner yataklı PECVD sisteminin şematik diyagramı

3.4. Kompozit Numunelerin Hazırlanması

Bu çalışmada üç farklı takviye malzemesi kullanılarak kompozit malzemeler hazırlanmıştır.

3.4.1. İşlem yapılmamış perlit kompozitlerin hazırlanması

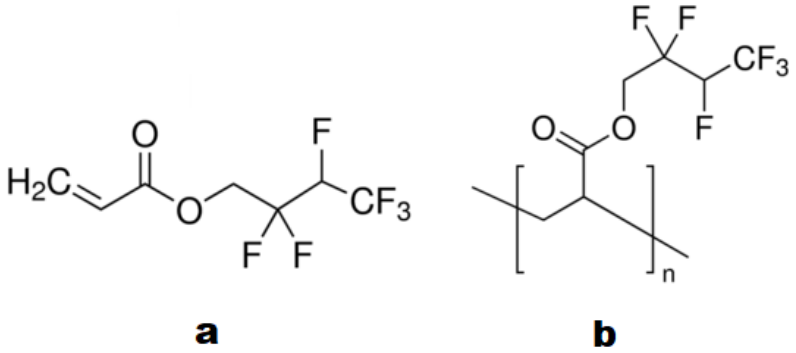
Bir behere bisfenol-A tipi epoksi reçine konulmuştur ve üzerlerine matris malzemenin kütlece %0, %5, %10, %15 ve %20 oranlarında işlem yapılmamış perlit partikülleri eklenerek 5 dk mekanik karıştırıcıda karıştırılmıştır. Karışım sağlandıktan sonra karışımın kütlesinin %40'ı kadar kürleştirici (IPOX) ve %1'i kadar hızlandırıcı (2,4,6-tris (dimetilaminometil) fenol) ilave edilmiştir (Çizelge 3.4). Bu şekilde hazırlanan kompozit karışımları ASTM D 638 (Plastiklerin Çekme Özellikleri İçin Standart Test Metodları) standartlarına göre hazırlanmış kalıba dökülmüştür. Dökülen numune etüve girmeden 30 dk boyunca dışarıda bekletilmiş ve oluşan hava kabarcıkları giderilmiştir. Etüve konulan kompozit malzemeler 40°C'de 1 gün; 80°C'de 2 gün kürleşmesi için bekletilmiştir. Daha sonra kalıpların oda sıcaklığında soğuması beklenmiş ve kalıptan çıkartılmıştır.

Çizelge 3.4. Kompozit malzeme kompozisyonu

Takviye (epoksiye göre küt.%)	Kürleştirici (epoksiye göre küt.%)	Hızlandırıcı (epoksiye göre küt.%)
5	40	1
10	40	1
15	40	1
20	40	1

3.4.2. PHFBA ile modifiye edilmiş perlit kompozitlerin hazırlanması

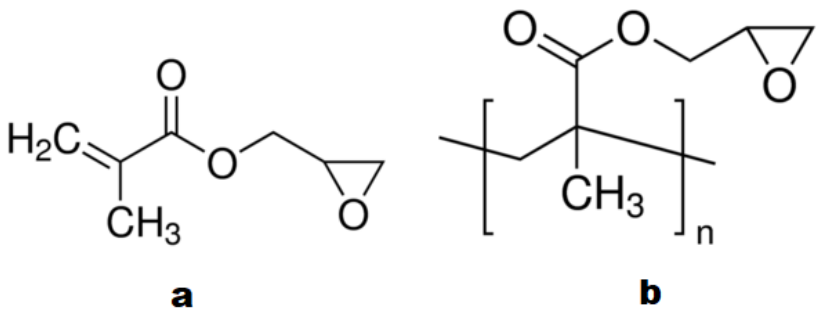
Perlit partikülleri elekten geçirildikten sonra hekzaflorobutil akrilat (HFBA) monomerini kullanarak (Şekil 3.4) plazma destekli buhar biriktirme yöntemiyle (Bölüm 3.3.1'de belirtildiği şekilde) modifiye işlemi gerçekleştirilmiş ve perlit yüzeyi poli(hekzaflorobutil akrilat) (PHFBA) polimeri ile kaplanmıştır. Bu işlemden sonra Bölüm 3.4.1'de anlatılan, işlem yapılmamış perlit partikülleri yerine modifiye edilmiş takviye malzemesi kullanılarak kompozit malzemelerin hazırlanması aynı koşullarda sağlanmıştır.



Şekil 3.4. a) HFBA monomerinin, b) PHFBA'nın kimyasal formülleri

3.4.3. PGMA ile modifiye edilmiş perlit kompozitlerin hazırlanması

Bölüm 3.4.2'deki PHFBA polimeri yerine, perlit yüzeyi glisidil metakrilat (GMA) monomerinin polimerleştirilerek poli(glisidil metakrilat) (PGMA) (Şekil 3.5) ile kaplanmış ve kompozit malzeme hazırlanmasında kullanılmıştır.



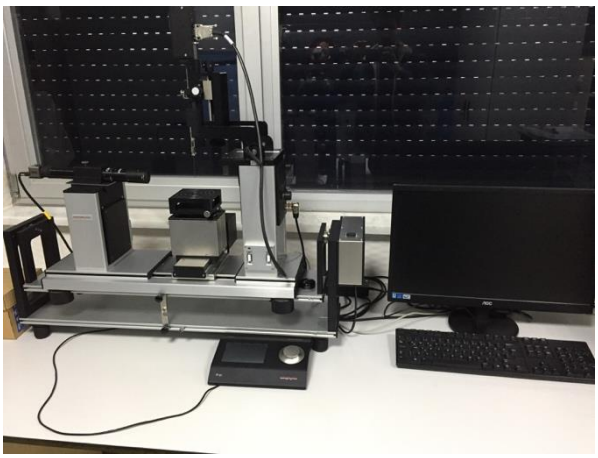
Şekil 3.5. a) GMA monomerinin, b) PGMA'nın kimyasal formülleri

3.5. Perlit ve Kompozit Malzemelerin Karakterizasyonu

3.5.1. Analizler

- **Temas Açısı Ölçümleri**

Temas açısı ölçümleri, temas açısı ölçeri (Şekil 3.6) kullanılarak kompozitlerin yüzeylerinin ıslanabilirliğini ölçmek için gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.6. Temas açısı ölçüm cihazı

- **X-ışını Kırınımı (XRD)**

Dolgu maddelerinin kullanılan matris içerisinde dağılımlarını yorumlamak için XRD analizi yapılmıştır. Analizler oda sıcaklığında, 0° ile 60° tarama aralığında ve 40 kW gerilim altında yapılmıştır.

- **Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)**

Hazırlanan kompozitlerin, epoksi reçinenin ve perlitin yüzey morfolojilerini incelemek için SEM analizi yapılmıştır.

- **Termogravimetrik Analiz (TGA)**

Kompozit malzemelerin termal özelliklerini belirlemek için kullanılmıştır. Deneyler, azot gazı atmosferinde ve sıcaklık 25^{o}C'dan 800^{o}C'a çıkartılarak gerçekleştirilmiştir.

- **Fourier Dönüşümlü İnfrared Spektroskopisi (FTIR)**

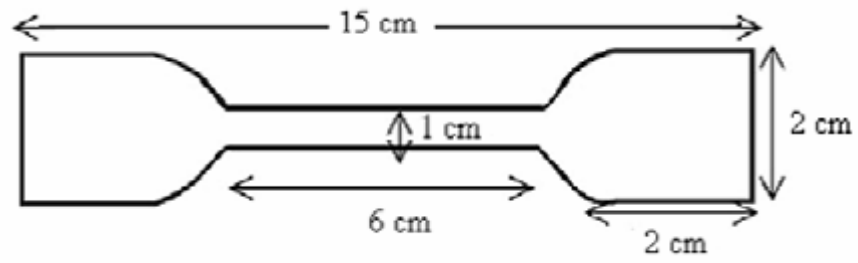
Modifiye edilmiş perlitin kimyasal yapısını tayin etmek için kullanılmıştır.

3.5.2. Mekanik testler

Mekanik testler oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. Hazırlanan tüm kompozit malzemelerin testi en az 3 kez tekrar edilmiştir. Mekanik testler uygulanırken malzemelere aynı kuvvet uygulanmıştır.

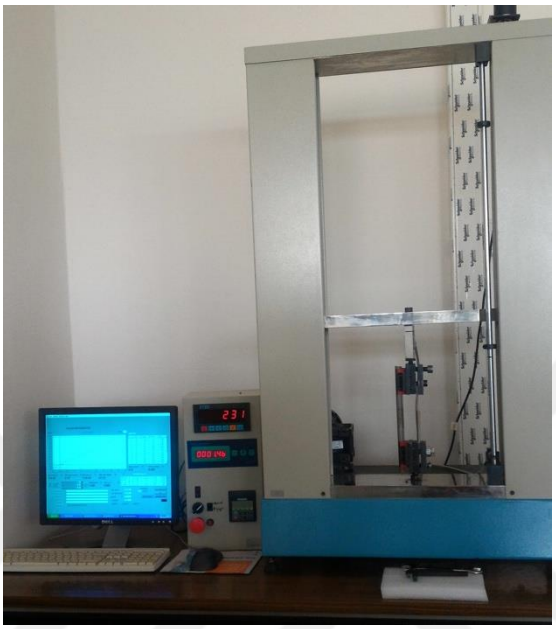
- **Çekme testi**

Çekme testi için kullanılan numuneler ASTM D 638 (Plastiklerin Çekme Özellikleri için Standart Test Metodları) standartlarına uygun kalıplarda (Şekil 3.7) hazırlanmıştır.



Şekil 3.7. Kompozit numune boyutları

Çekme testleri TST-Mares/TS-mxe marka cihazla (Şekil 3.8) oda sıcaklığında 30 mm/dk çekme hızında yapılmıştır. Test sonuçları en az üç numuneye test edilerek ve üç numunenin ortalama değerleri alınarak elde edilmiştir (Kocaman ve Ahmetli, 2016; Kocaman, 2017).



Şekil 3.8. Kompozitlerin çekme testinin yapıldığı cihaz

- **Sertlik testi**

Kompozit malzemelerin sertlik ölçümü Shore Durametre TH 210 test cihazı ile yapılmıştır (Şekil 3.9). Sertlik değerleri, malzemenin uç kısmından en az 3 kez ölçülerek ortalamaları alınarak Shore D değeri olarak belirlenmiştir.



Şekil 3.9. Shore Durometer TH 210 sertlik tayini cihazı

3.5.3. Su sorpsiyonu testi

Kompozit malzemelerin su tutma özelliğini incelemek amacıyla kompozitlerden alınan küçük parçalar yaklaşık iki hafta boyunca oda sıcaklığında saf su içinde bekletilmiştir. Numuneler saf suya daldırılmadan önceki ağırlıkları W_o olarak kaydedilmiştir. Örnekler her gün sudan çıkartılıp kurutularak ağırlıkları (W_t) ölçülmüş ve Denklem 3.1 kullanılarak kompozitlerin su tutma yüzdeleri hesaplanmıştır.

$$\% \text{ Su sorpsiyonu} = [(W_t - W_o) / W_o] \times 100 \quad (3.1)$$

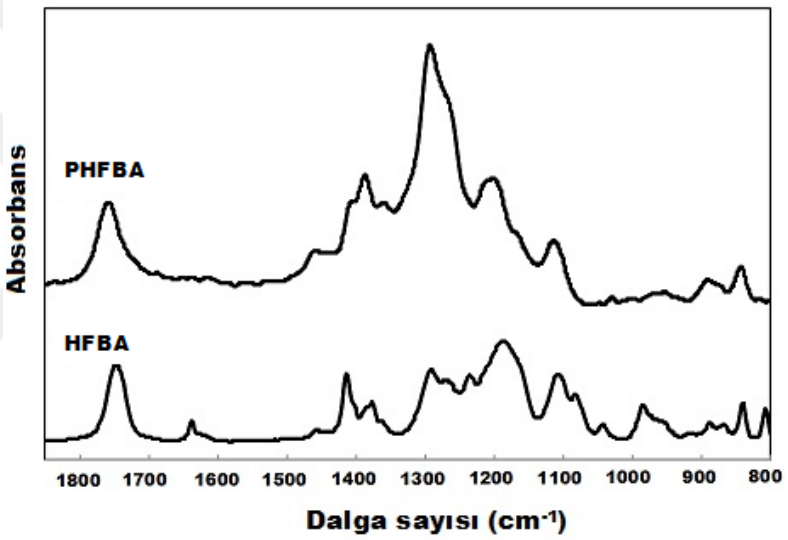
3.5.4. Yanma testi

Epoksi matris ve kompozitlerin yanma özellikleri laboratuvar şartlarında yatay yanma testi ile değerlendirilmiştir.

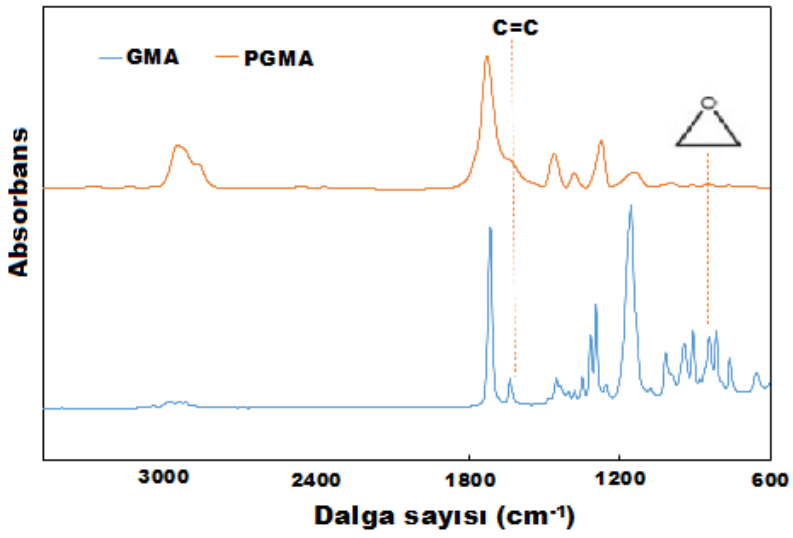
4. ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA

4.1. FTIR Sonuçları

Perlit parçacıklarının PHFBA veya PGMA polimerleri ile kaplandığını kanıtlamak ve modifiye perlitin kimyasal yapısını aydınlatmak için FTIR analizi yapılmıştır. Fakat analiz için polimerle kaplı perlit numuneleri üzerindeki nano kalınlıktaki ince film nedeniyle direkt kullanılamamış, adı geçen polimerler referans silikon plakaya kaplanarak FTIR spektrumları çekilmiştir. Şekil 4.1'de HFBA ve PHFBA'nın FTIR spektrumları, Şekil 4.2'de GMA ve PGMA'nın FTIR spektrumları verilmiştir.



Şekil 4.1. HFBA ve PHFBA'nın FTIR spektrumları



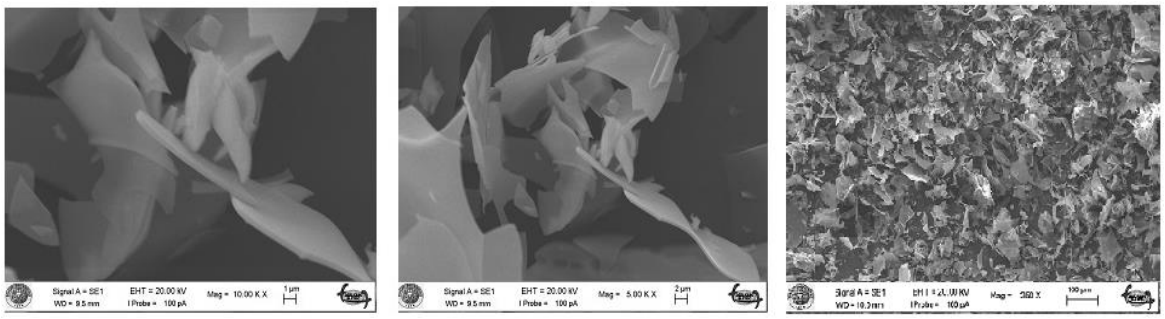
Şekil 4.2. GMA ve PGMA'nın FTIR spektrumları

PHFBA'nın FTIR spektrumundan (Şekil 4.1) görüldüğü gibi, $-CF_2$, $-CF_3$ ve CO için karakteristik bantlar aynı dalga boylarında gözlemlenmiş, ancak HFBA'nın FTIR spektrumundan farklı olarak 1637 cm^{-1}'deki bant kaybolmuştur. Bu da doymamış C=C çift bağlarından HFBA monomerinin polimerizasyonunun gerçekleştiğini göstermektedir.

Şekil 4.2'deki 906 cm^{-1} ve 844 cm^{-1} dalga boylarında tespit edilen absorpsiyon bantları epoksi grubunu göstermektedir. PGMA filminin spektrumunda, GMA'nın spektrumundaki 1640 cm^{-1} dalga boyunda gözlemlenen karbon-karbon (C=C) çift bağının kaybolduğu görülmektedir ki bu durum GMA'nın plazma polimerleşmesinin epoksi grubundan değil de çift bağdan gerçekleştiğini göstermektedir.

4.2. SEM Analizi Sonuçları

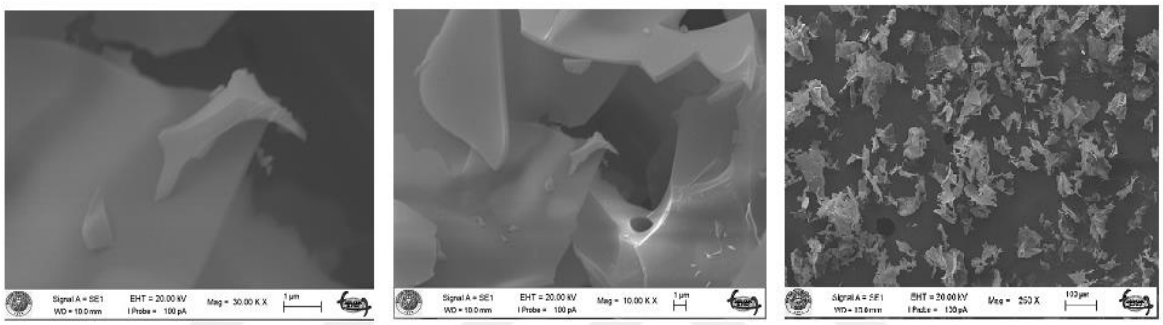
Saf perlit, genleşmiş perlit, poli(hekzaflorobutil akrilat) (PHFBA) ve poli(glisidil metakrilat) (PGMA) ile kaplanmış perlit kullanılarak yeni epoksi reçine kompozitlerinin geliştirme çalışmaları yapılmış, malzemelerin SEM analizi ile yüzey morfolojileri incelenmiştir. Farklı büyütmede genleşmiş perlit, PHFBA kaplı perlit ve PGMA kaplı perlitin SEM görüntüleri sırasıyla Şekil 4.3, 4.4 ve 4.5'de verilmiştir.



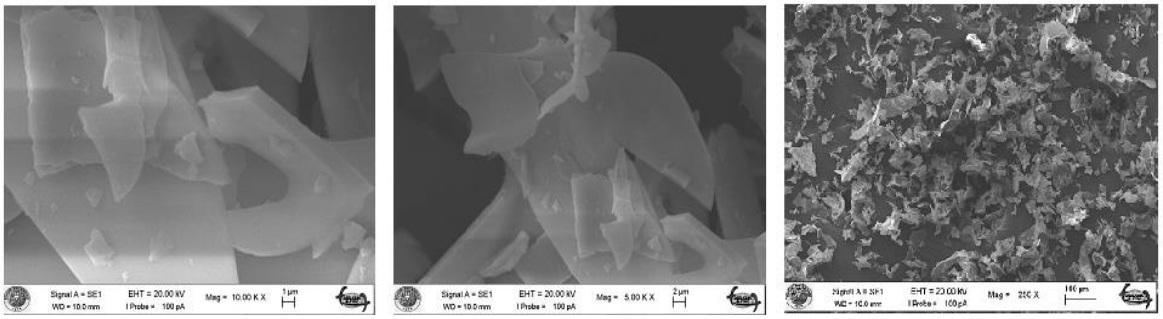
Şekil 4.3. Genleşmiş perlitin SEM görüntüleri
(soldan sağa: Mag = 10.00 K X, 1 µm; Mag = 5.00 X, 2 µm ve Mag = 250 X, 100 µm)

Literatürde verilen bir çalışmada BET analiz sonuçları, ham perlit için 1,1 m^2/g'dan genişletilmiş durumda 2,7 m^2/g'a spesifik bir yüzey alanı artışı olduğunu göstermiştir. Bu artış, gözenek açılması ve ham perlitin (1.15 m^2/g) gözenek hacminin, genişletilmiş perlit için 2.71 m^2/g'a yükseldiği için daha gözenekli bir yapının gelişimi ile ilişkilendirilebilir. Gözenek hacmindeki bu değişiklik, doğal perlit içinde mevcut olan zeolitik suyun termal genleşmesinden dolayı yüzey hidroksil gruplarının

kaybolmasına bağlıdır (Raji ve ark., 2019). Genleşmiş perlitin yüksek gözenekliliğe ve özel yüzey alanına sahip olmasını sağlayan çok sayıda gözeneklere sahip olduğu SEM görüntüsünden de tespit edilmiştir. Perlit, şiddetli genişleme süreci nedeniyle, ayrıca açık ve kapalı kaba gözenekler, ince duvarlı kabarcıklar içeren çok gözenekli bir mikro yapı ile temel olarak düzensiz küçük parçalara sahip parçalanmış yüzeyler ile karakterize edilebilir (Şekil 4.3). Perlit yüzeyinin PHFBA ve PGMA polimerleri ile kaplanması sonucu ise perlit parçacıkların tabaka kalınlıklarının arttığı, gözeneklerin ise önemli derecede kapanarak bunların ölçülerinin ve sayısının azaldığı açıkça görülmektedir (Şekil 4.4 ve 4.5).

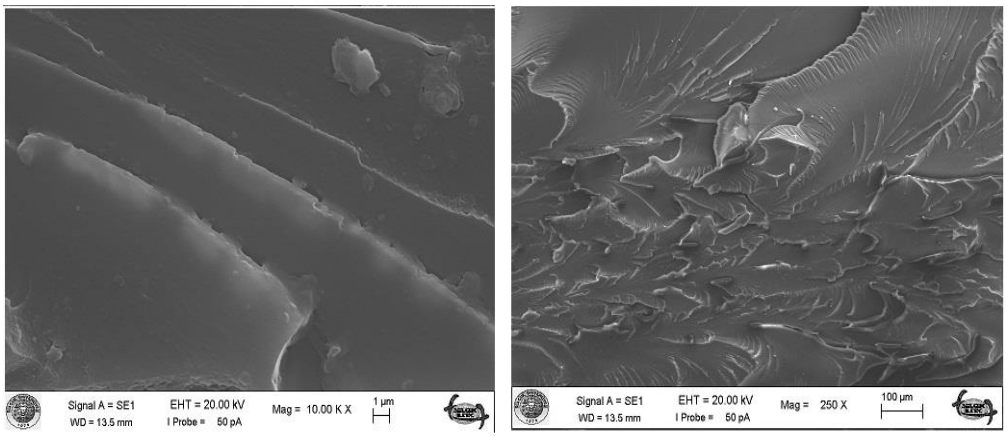


Şekil 4.4. PHFBA kaplı perlitin SEM görüntüleri
(soldan sağa: Mag = 10.00 K X, 1 µm; Mag = 5.00 X, 2 µm ve Mag = 250 X, 100 µm)



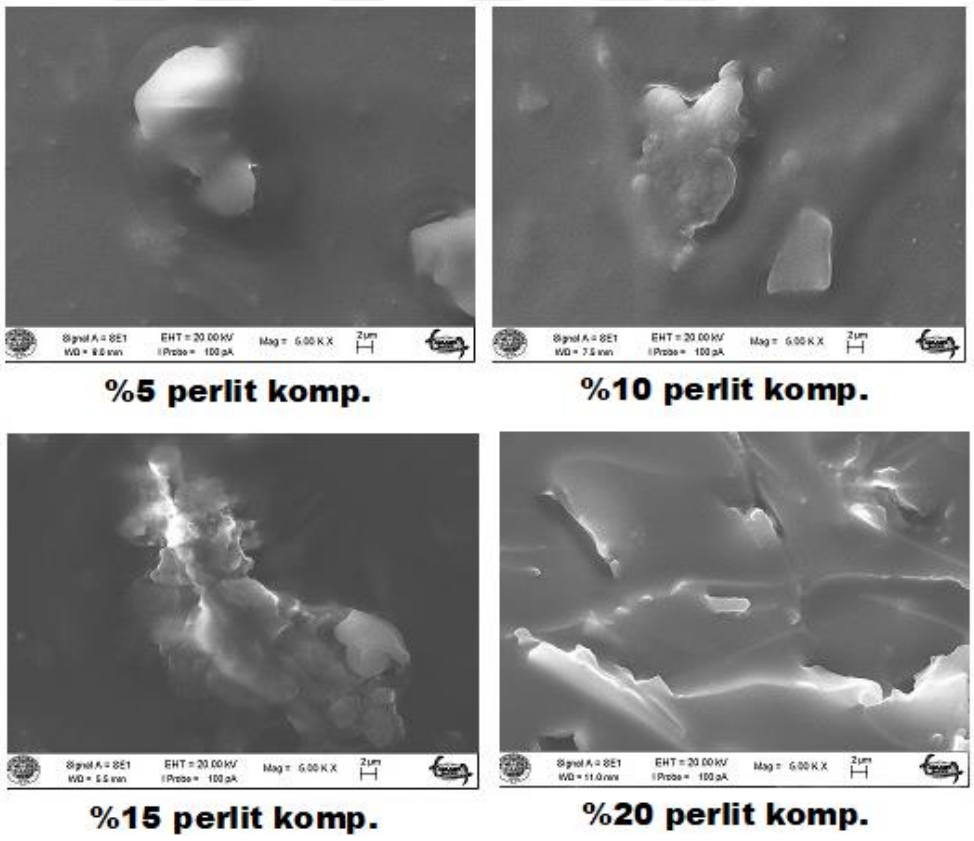
Şekil 4.5. PGMA kaplı perlitin SEM görüntüleri
(soldan sağa: Mag = 10.00 K X, 1 µm; Mag = 5.00 X, 2 µm ve Mag = 250 X, 100 µm)

Şekil 4.6'da saf epoksi reçinenin iki farklı büyütmede elde edilmiş SEM görüntüleri verilmiştir. %5-%20 oranlarında saf perlit ile hazırlanan kompozitlerin SEM görüntüleri Şekil 4.7'de; poli(hekzaflorobutil akrilat) (PHFBA) kaplı perlit kompozitlerinin SEM görüntüleri Şekil 4.8'de; poli(glisidil metakrilat) (PGMA) kaplı perlit kompozitlerinin SEM görüntüleri ise Şekil 4.9'da verilmiştir. Şekil 4.10 ise farklı büyütmedeki %20 takviye içeren kompozitlerin SEM görüntülerini göstermektedir.

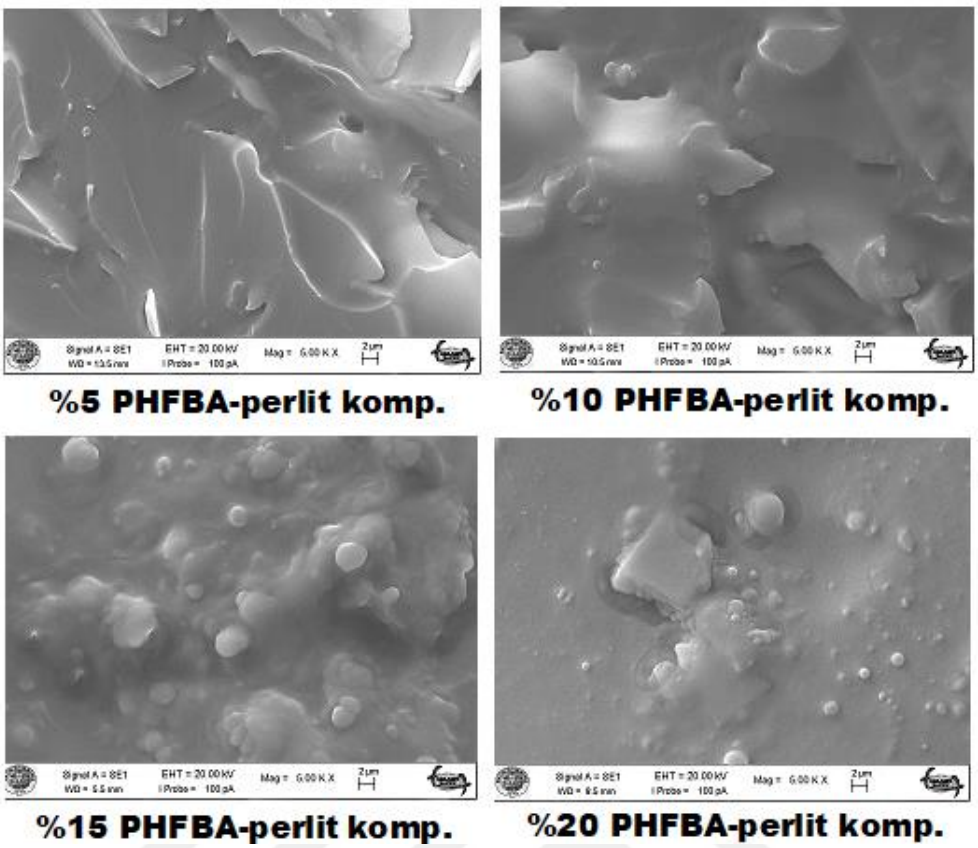


Şekil 4.6. Takviye maddesi içermeyen saf epoksinin SEM görüntüleri
(Mag = 10.00 K X, 1 µm solda ve Mag = 250 X, 100 µm sağda)

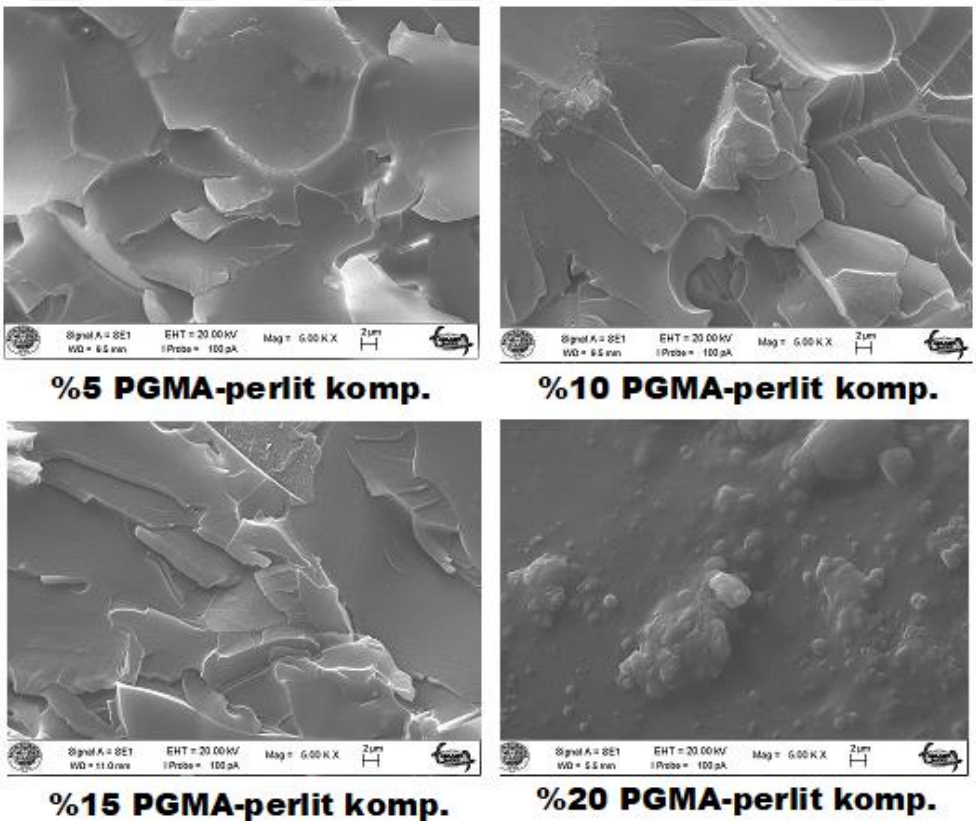
Takviye içermeyen saf epoksi reçinenin SEM görüntüsündeki (Şekil 4.6), düzenli uzun vadi benzeri görüntü, kürleşmiş epoksinin tipik kırılgan yüzeye sahip olduğunu açıklamaktadır.



Şekil 4.7. Saf perlit kompozitlerinin SEM görüntüleri (Mag = 6.00 K X, 2 µm)



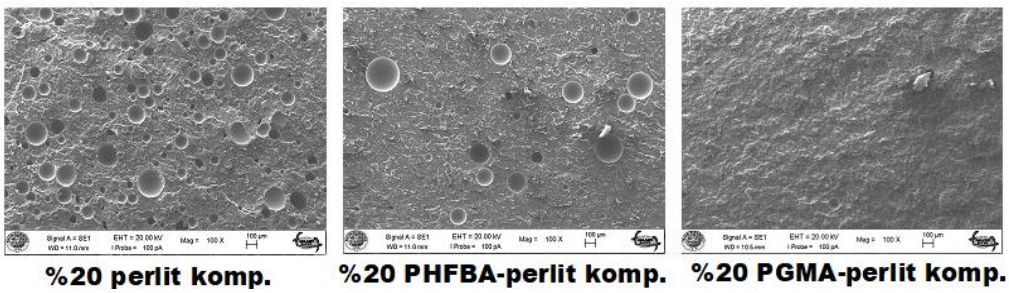
Şekil 4.8. PHFBA kaplı perlit kompozitlerinin SEM görüntüleri (Mag = 6.00 K X, 2 µm)



Şekil 4.9. PGMA kaplı perlit kompozitlerinin SEM görüntüleri (Mag = 6.00 K X, 2 µm)

Şekil 4.7-4.9'dan da görüldüğü gibi, perlit yüklemesindeki artışla, kompozitlerdeki çatlağın yönü daha düzensiz ve rasgele hale gelmiştir. Tüm kompozitlerde takviye oranının %10'dan sonra artması heterojenliği artırmıştır ki, bu da kendini %10 oranından sonra çekme dayanımındaki azalmada göstermiştir. Saf perlit kompozitlerinin SEM görüntülerinden perlitin yüksek oranlarda epoksi matris ile iyi uyum sağlamadığı ve topaklanmaların diğer kompozitlere göre daha fazla olduğu görülmektedir.

Çalışmamızda perlit yüzeyinin modifiye edilmesi parçacıkların matristeki dağılımında etkili olmuş, ancak bazı yerlerde kümelerin olduğu da gözlenmiştir. Ancak bu kümelerin birbirlerine ve polimer matrisine özellikle %15 perlit oranına kadar iyi bir şekilde bağlandıkları Şekil 4.8 ve 4.9'dan açıkca görülmektedir. Sonuç olarak da kompozitler deformasyon ve çatlak yayılımını önleyen nispeten pürüzlü yüzeylere sahip olmuşlardır. Silva ve ark. (2016), poli(metil makrilat) fazının organokilin ara katmanı içinde kille birleştirilmesinin, kilin bir bütün olarak epoksi sistemi üzerine daha iyi dağılmasına, dolgu-matrisi arayüzey alanındaki artışa ve iyileştirilmiş darbe direnci sergilenmesine neden olduğunu açıklamışlardır. Ayrıca, PMMA'nın kür işleminden önce epoksi reçine ile iyi bilinen karışabilirlik yüzünden seçildiği de belirtilmiştir. Zaioncz ve ark. (2007) tarafından da bu durum poliakrilat zincirleri boyunca karboksilik grupların varlığına atfedilen, böylece epoksi matrisi ile daha iyi bir etkileşime neden olan ve kauçuk partikül boyutunu azaltan poliakrilat ile modifiye edilmiş epoksi ağları için gözlemlenmiştir. PHFBA ve PGMA polimerleriyle kaplı perlit kompozitlerinin SEM görüntüleri karşılaştırıldığında ise perlitin PGMA polimeri ile kaplanması sonucu takviye malzemesinin epoksi matris içerisinde daha homojen bir yapı oluşturduğu görülmüştür. Ayrıca, matris-takviye arasındaki iyi yapışma ve iyi dağılmış perlit, PGMA ile kaplanmış perlit içeren kompozitlerin mekanik özelliklerinde artışın açıkça nedeni olabilir.

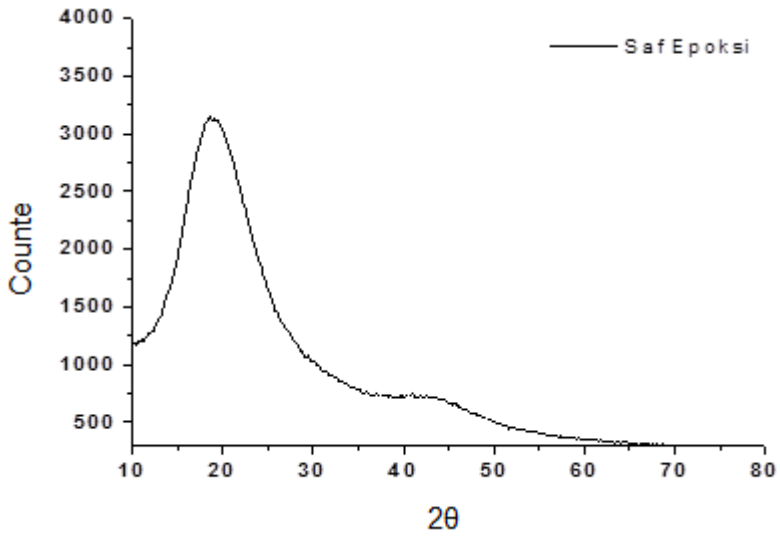


Şekil 4.10. Saf ve polimerlerle kaplı %20 perlit kompozitlerinin SEM görüntüleri (Mag = 100 X, 100 μm)

Kompozitlerin üretimi sırasında, kompozit içerisinde çukur ve boşluklar oluşabilir (Şekil 4.10). Kompozitlerin Şekil 4.7-4.9'da verilenden farklı büyütmedeki %20'lik takviye oranındaki SEM görüntüleri karşılaştırıldığında (Şekil 4.10), çukur ve boşlukların sayısı ve derinliği farklılık göstermiştir. Perlit yüzeyinin polimerle kaplanması olumlu etki göstermiş ve kompozit yapısındaki çukurla boşluk sayılarında azalma olmuştur. En iyi sonucun PGMA ile kaplamada elde edildiği gözlenmiştir. Kocaman (2017) yaptığı tez çalışmasında da Hindistan cevizi kabuğu yüzeyinin PHFBA polimeri ile kaplanması sonucu kompozitlerdeki boşlukların hacim fraksiyonunun diğerlerine kıyasla azaldığını açıklamıştır. Deliklerin ve boşlukların sayısı ve derinliğinin, karbonat atığı parçacıklarının yüklenmesindeki artışla azaldığı da rapor edilmiştir (Soydal ve ark., 2018a).

4.3. XRD Sonuçları

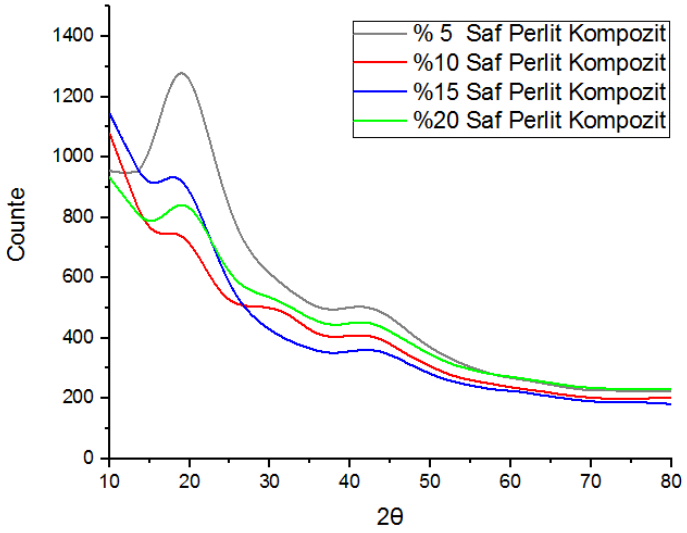
Saf epoksi ve belirli oranlarda saf perlit, PHFBA ve PGMA içeren kompozit malzemelerin XRD analizleri yapılarak yapıları araştırılmıştır. Saf epoksinin XRD eğrisi Şekil 4.11'de, saf perlit kompozitlerinin Şekil 4.12'de, PHFBA ile kaplı perlit kompozitlerinin Şekil 4.13'de ve PGMA ile kaplı perlit kompozitlerinin Şekil 4.14'de verilmiştir.



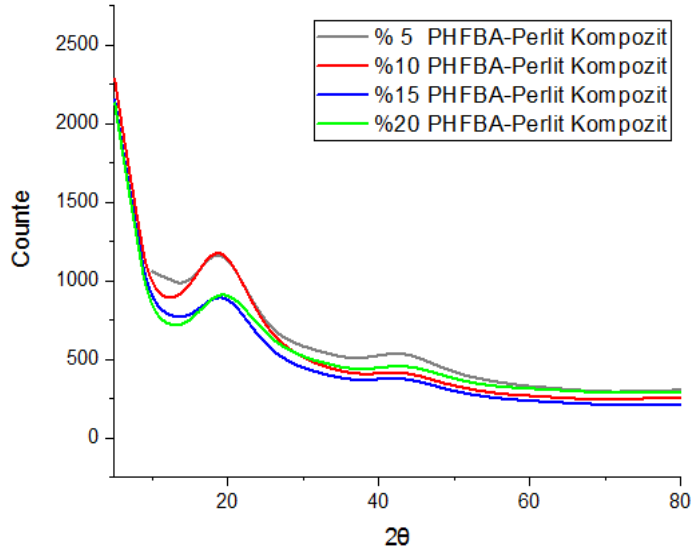
Şekil 4.11. Saf epoksinin XRD eğrisi

Epoksi reçineler yüksek derecede çapraz bağlanmaya sahip olduğu için kristal yapıya sahip değildirler. Kürleşmiş epoksi matris şeffaf görünümlüdür. Saf epoksi matrisin XRD eğrisi (Şekil 4.11) 2θ =20^{o} merkezli güçlü bir pik; 45°'de ise zayıf bir pik göstermiştir.

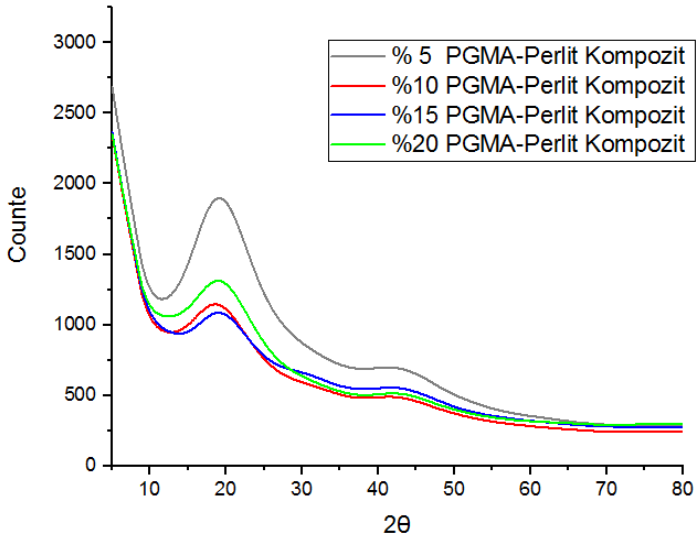
Ayrıca, Kabra ve ark. (2013) yaptıkları çalışmada perlit için verilen geniş toz X-ışını kırınım modeli, amorf yapılar için tipik olup düzenli kristal yapı yokluğunu doğrulamıştır. Genleşmiş perlitin bir amorf alümosilikat olup yaklaşık 2θ =22-25^{o} merkezli güçlü bir pik gösterdiği rapor edilmiştir (de Almeida ve ark. (2017)



Şekil 4.12. Saf perlit kompozitlerinin XRD eğrileri



Şekil 4.13. PHFBA kaplı perlit kompozitlerinin XRD eğrileri



Şekil 4.14. PGMA kaplı perlit kompozitlerinin XRD eğrileri

Şekil 4.12-4.14'de genleşmiş perlite ait yaklaşık $2\theta=25^{o}$'de bir pik gözlenmemiştir; bu da kompozitlerin yapısında büyük perlit agregalarının olmadığını, matriste çoğunlukla iyi dağıldığını göstermektedir. Kompozitlerin XRD eğrileri yaklaşık 2θ ≈ 20°'de saf epoksiye göre daha küçük ve geniş bir yansıma sunmuştur. 2θ ≈ 20°'de gözlemlenen piklerin şiddetinin perlit oranına bağlı olarak farklı olması iç içe geçmiş yapının varlığını ve çok az miktarda perlit parçacıklarının birbirine karışmadığını düşündürmektedir (Silva ve ark., 2016). Kompozitlerde genelde %10 perlit kompozitleri için bu pik şiddetinin daha düşük olması ise "bu oranda perlit parçacıklarının epoksi matriste daha iyi dağılımı" şeklinde yorumlanabilir. Ayrıca, kompozitlerin epoksi ile benzer pikler göstermesi, kompozitlerin de amorf yapıda olduklarının bir kanıtıdır (Şekil 4.10-4.12).

4.4. Mekanik Test Sonuçları

Epoksi reçineleri, her iki ucunda da reaktif bölgelere sahip vinilester benzeri bir uzun zincirli moleküler yapıdan oluşturulur. Bununla birlikte, epoksi reçinesinde, bu reaktif bölgeler ester grupları yerine epoksi grupları tarafından oluşturulmaktadır. Ester gruplarının yokluğu, epoksi reçinesinin özellikle iyi su direncine sahip olduğu anlamına gelir. Epoksi molekülü ayrıca merkezinde hem mekanik hem de termal gerilmeleri alifatik doğrusal gruplardan daha iyi emebilen ve bu nedenle epoksi reçinesine çok iyi sertlik, tokluk ve ısıya dayanıklı özellikler kazandıran iki halka grubu içerir. Ayrıca,

epoksi kompozitlerin mukavemet ve tokluk değerlerinde partikül büyüklüğü, partikül-matris adezyonu ve partikül oranı önemli derecede etkilidir. Polimer malzemelerin birçok uygulamalarında mekanik özelliklerinin fiziksel ve kimyasal özelliklerinden çok daha önemli olduğu görülmektedir. Bu nedenle, polimer malzemelerin mekanik özellikleri ile ilgili bilgi edinmesi ve hangi yapısal faktörlerle değiştirilebilir olmasının incelenmesi gerekmektedir. Bu yapısal faktörler:

- molekül kütlesi
- çağraz bağ
- kristalinite oranı
- kopolimerleşme
- takviye
- hibrit yapı vb.

Bunların dışında, çevresel ve diğer faktörlerden:

- zaman
- sıcaklık
- gerilim hızı
- basınç
- atmosferdeki nem oranı

gibi faktörler de etkilidir (Nielsen ve Landel, 1994).

Kompozitlerin mekanik özelliklerini incelenmesinde çekme testi ve sertlik testlerinden yararlanılmıştır.

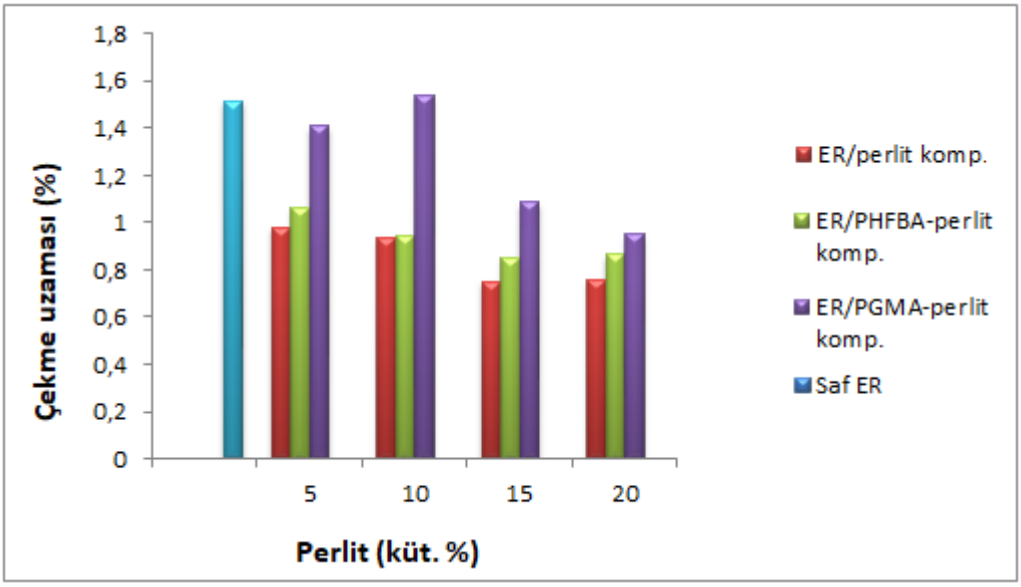
4.4.1. Çekme testi

Kompozitlerin çekme testi sonuçları Çizelge 4.1'de özetlenmiş, Şekil 4.15-4.17'de ise grafik halinde gösterilmiştir.

Şekil 4.15'de kompozitlerin çekme uzaması; Şekil 4.16'da çekme dayanımı; Şekil 4.17'de ise elastisite modül değerleri karşılaştırmalı olarak görülmektedir.

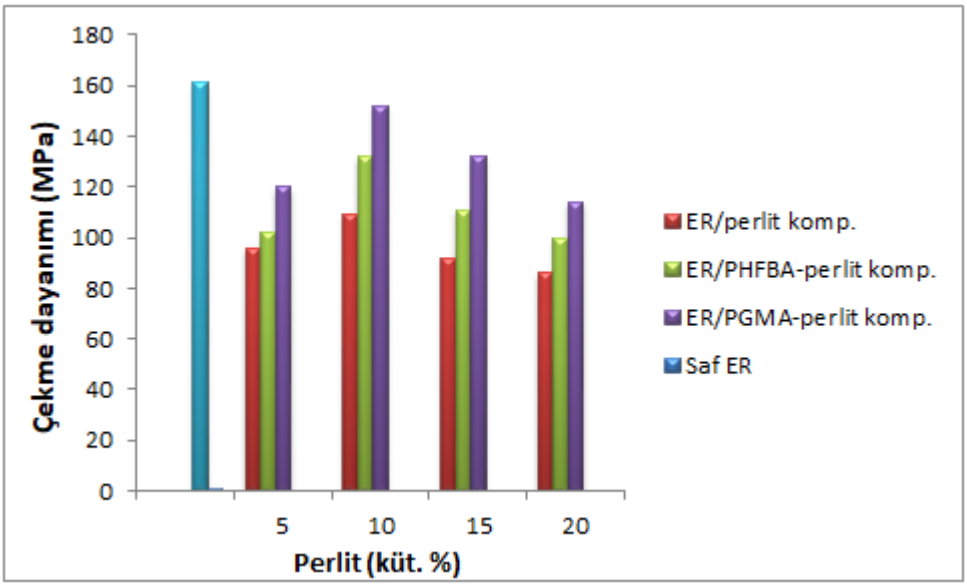
Çizelge 4.1. Çekme testi sonuçları

Takviye (kütlece %)	Çekme uzaması (%)	Çekme dayanımı (MPa)	E-modül (GPa)
Saf ER			
-	1.517	161	6.2
ER/perlit kompozitleri			
5	0.981	96	6.1
10	0.938	109	6.3
15	0.752	92	7.6
20	0.759	86	8.9
ER/PHFBA kaplı perlit kompozitleri			
5	1.067	102	6.3
10	0.945	132	8.9
15	0.852	111	9.0
20	0.867	100	8.8
ER/PGMA kaplı perlit kompozitleri			
5	1.411	120	6.7
10	1.540	152	9.0
15	1.088	132	9.1
20	0.953	114	9.7



Şekil 4.15. Saf ER ve kompozitlerin çekme uzaması grafikleri

Kompozitlerin çekme uzaması değerleri incelendiğinde, tüm kompozitlerde perlit oranı arttıkça çekme uzamasında azalma görülmüştür. Genelde, toz takviye kullanımının artan oranı ile kompozitlerin çekme uzamasının azalması literarürde de rapor edilmiştir (Laouchedi ve ark., 2017; Soydal ve ark., 2018a; Soydal ve ark., 2018b). Perlit yüzeyinin polimerlerle kaplanması ise çekme uzamasında artışa neden olmuş, PGMA ile kaplı kompozitlerin çekme uzaması değerleri diğer kompozitlerden daha yüksek bulunmuştur (Şekil 4.15). PGMA ve PHFBA kimyasal yapısında polar ester grubu bulundurduklarından dolayı perlit yüzeyini az da olsa esnek yapmış ve bunun da çekme uzamasında kendini gösterdiği düşünülmektedir.



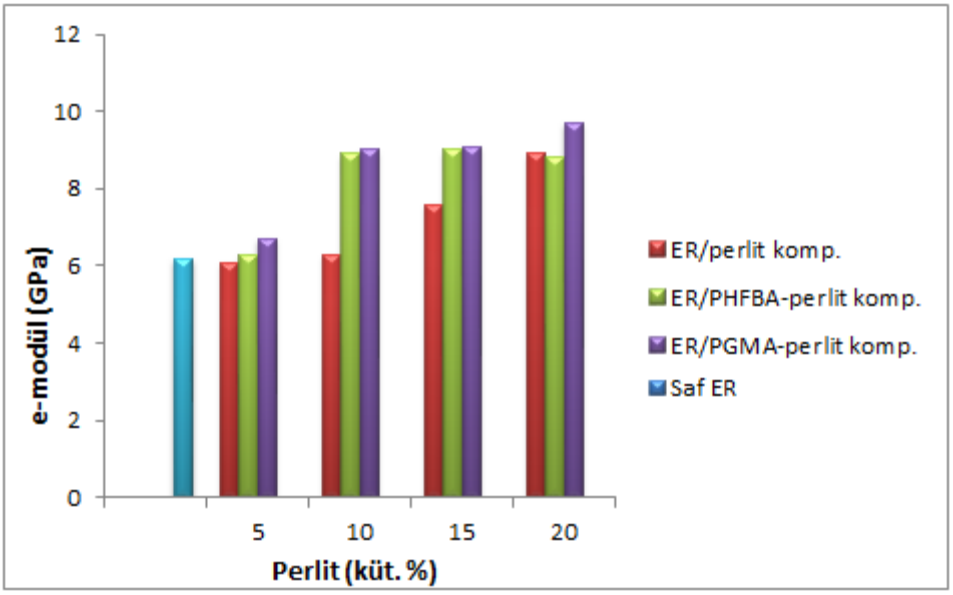
Şekil 4.16. Saf ER ve kompozitlerin çekme dayanımı grafikleri

Raji ve ark. (2019) ham ve genleşmiş perliti polipropilen (PP) matrisinde %5-20 kütle oranında takviye olarak kullanmış ve saf PP'nin çekme dayanımının azaldığını rapor etmişlerdir. Genleşmiş perlit kompozitleri için çekme mukavemeti saf PP ile karşılaştırıldığında, kütlece %20 oranında önemli ölçüde daha düşük (%56.9'dan az) bulunmuştur. Şekil 4.16'dan da tüm kompozitlerin çekme dayanımlarının saf epoksiye göre düşük olduğu görülmektedir. Bu değerlere göre, tüm kompozitlerde %10 perlit oranı daha uygun bulunmuştur. Kucharczyk ve ark. (2018) genleşmiş perlit ile yaptıkları çalışmada epoksi kompozit için %10 perlit oranının uygun olduğunu açıklamışlardır. Diğer bir çalışmada da %10 mikro ölçekli perlit içeriğinde epoksi kompozitin yük taşıma kapasitesi daha fazla artış göstermiştir (Bulut ve ark., 2017). Soupionis ve

Zoumpoulakis (2019) tarafından kompozit malzemeler, bir matris olarak fenol-formaldehit reçinesi, takviye olarak karbon fiber (%7.5 oranında) ve düşük bir ısı iletkenlik bileşeni olarak perlit (% 10 oranında) kullanılarak yüksek mekanik özellikleri iyi ısı direnci ve iyi ısı yalıtımı özellikleri ile birleştirmek için üretilmiştir.

Bu çalışmamızda da %10 perlit oranında tüm kompozitler en yüksek çekme dayanımına sahip olmuşlardır. %10'luk saf, PHFBA kaplı ve PGMA kaplı kompozitler için tespit edilen çekme dayanımları sırasıyla 109 MPa, 132 MPA ve 152 MPA olarak tespit edilmiştir. Saf epoksi reçine için ise çekme dayanımı 161 MPa olmuştur (Şekil 4.16). Perlit oranının sonraki artışlarında çekme mukavemetindeki azalma, genellikle, SEM tarafından gözlemlendiği üzere parçacıklar ve matris arasındaki zayıf yapışma nedeniyle olduğu düşünülmektedir (Şekil 4.7-4.9). Takviye malzemesine göre değerlendirme yapıldığında, kompozitlerin çekme dayanımları PGMA kaplı perlit – PHFBA kaplı perlit – saf perlit sıralamasında azalma göstermiştir, yani kompozitlerin çekme dayanımları sonuçlarına göre en yüksek değerler PGMA ile kaplı perlit kompozitlerinde görülmüştür.

Çekme dayanımı sonuçlarının literatürde karşılaştırılabilecek şu ana kadar iki çalışma yapılmıştır. Yanardağ (2018) yaptığı tez çalışmasında grafen nanopartiküllerini PECVD yöntemini kullanarak PGMA ile kaplamış ve bisfenol-A tipi epoksi reçinede takviye olarak kullanmıştır. Sonuçlar, saf grafen kompozitlerine göre PGMA kaplı grafen kompozitlerinin daha yüksek çekme dayanımı değerlerine sahip olduğunu göstermiştir. Benzer sonuçlar Kocaman ve ark. (2017) çalışmasında da görülmektedir. Bu çalışmada Hindistan cevizi parçacıklarının (HCK) yüzeyi PECVD yöntemi ile PHFBA polimeri ile ince film olarak kaplanmış ve biyobazlı bir epoksi matrisde dolgu olarak kullanımı yapılmıştır. Kompozitlerde çekme dayanımı sırasıyla; işlenmemiş HCK < NaOH ile işlenmiş HCK < PHFBA kaplı HCK şeklinde arttığı rapor edilmiştir. Literatürdeki çalışmalardan da anlaşılacağı gibi, PHFBA'nın yapısında polar flor grupları, PGMA'nın yapısında ise polar ester ve epoksi grupları bulunmaktadır. Bu gruplar epoksi matrisin polar grupları tarafından daha çekici olduğu düşünülmektedir. Perlit yüzeyinin polaritesinin artırılması ara yüzey kayma mukavemetini ve buna bağlı olarak da kompozitlerin SEM görüntülerinden de açık bir şekilde görüldüğü gibi matris ve takviye arasındaki arayüzey adezyonunu artırmıştır. Bunun sonucu olarak ta polimerle kaplı perlit kompozitlerinin daha yüksek çekme dayanımı değerlerine sahip olmaları beklenen bir durumdur.



Şekil 4.17. Saf ER ve kompozitlerin elastisite modülü grafikleri

%5 perlit oranında tüm kompozitlerin elastisite modül değerleri saf epoksiye yakın olduğu halde, takviye oranının artması ile Young modülü değerlerinde de bir yükselme tespit edilmiştir. Yine, PHFBA ve PGMA ile kaplama işlemi olumlu etki göstermiş, özellikle %10 oranındaki kompozitlerde saf perlit kompozitine göre daha yüksek değerler elde edilmiştir (Şekil 4.17).

4.4.2. Sertlik Testi

Malzeme özelliklerinden birisi olan sertlik, malzemelerin teknolojik uygulamalarının çoğunu belirlemesine rağmen hala çok az anlaşılmış bir özellik olarak kalmaktadır. Sertlik elastik özelliklerle ilişkilendirilebilir ve aslında, özellikle kayma modülü ile böyle bir bağıntı var. Sertliğin, farklı malzeme kombinasyonlarının kayma davranışını etkileyen ana faktörlerden biri olduğu genel olarak kabul edilmektedir. Bununla birlikte, sertlik açıkça plastik deformasyon ve kırılganlık içerdiğinden esneklikten çok daha karmaşık bir özelliktir (Oganov ve Lyakhov, 2010). Gilman (1996), kimyasal sertlik ve mekanik sertliğin aynı reaksiyon engeline sahip olduğunu belirtmiş, bu da malzemelerin sertliğinin kimyasal sertlik ile ilişkili olduğunu göstermektedir. Sertlik pozisyon ve zamana göre değişebilir, ayrıca sıcaklığa, kayma hızına ve kimyasal ortama bağlı olabilir (Rigney, 1994). Düşük çapraz bağ yoğunluğu da sertliği azaltır. Normal mekanik testler tek epoksi parçası ile gerçekleştirilemez, buna karşın sertlik, çekme dayanımını ve Young modülünü yansıtabilir. Bu nedenle, Shore D

sertliği bu çalışmada tek epoksi numunenin mekanik özelliğini değerlendirmek için kullanılmıştır.

Çizelge 4.2, Shore D biriminden saf epoksi ve kompozitlerin sertlik testi sonuçucunu göstermektedir. Malzmelerin farklı yüzeylerinden alınan 5 farklı ölcümlerin ortalama değerleri cizelgede verilmiştir.

Çizelge 4.2. Sertlik testi sonuçları

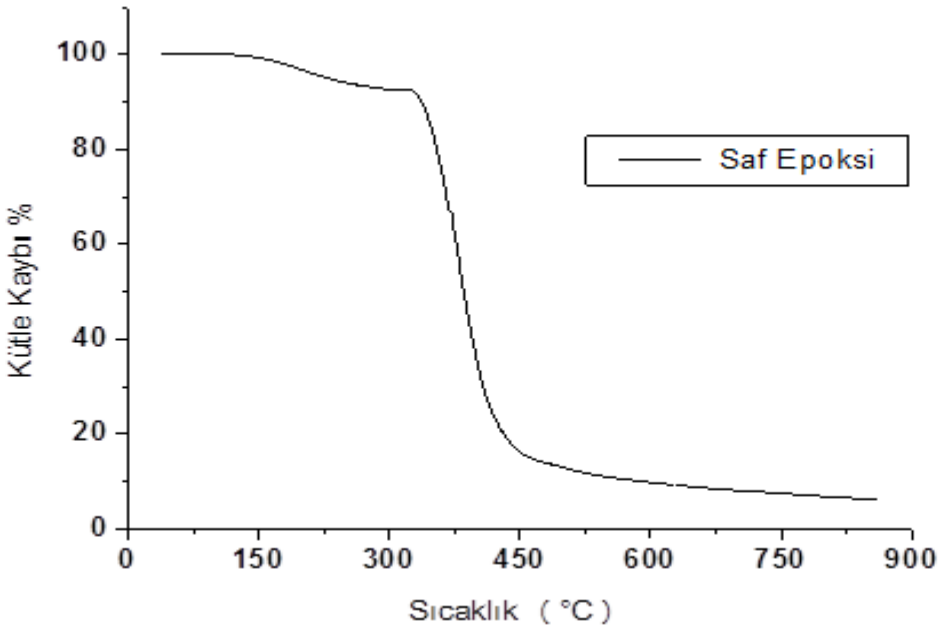
Takviye (kütlece %)	**Sertlik (Shore D)**
Saf ER	
-	83
ER/perlit kompozitleri	
5	84
10	86
15	83
20	80
ER/PHFBA kaplı perlit kompozitleri	
5	88
10	87
15	86
20	85
ER/PGMA kaplı perlit kompozitleri	
5	86
10	85
15	85
20	86

Sonuçlar, %15 saf perlit oranına kadar kompozitlerin sertlik değerlerinin saf epoksiye yakın olduğunu, %20 perlit oranında azaldığını göstermiştir. Perlitin PHFBA ve PGMA ile kaplanması, modifiye perlit kompozitlerinin sertlik değerlerinde az da olsa artışa neden olmuştur. Bu durumun, polimerlerle kaplanma sonucu perlitteki gözeneklerin azalması ve küçülmesine bağlı olabileceği düşünülmektedir.

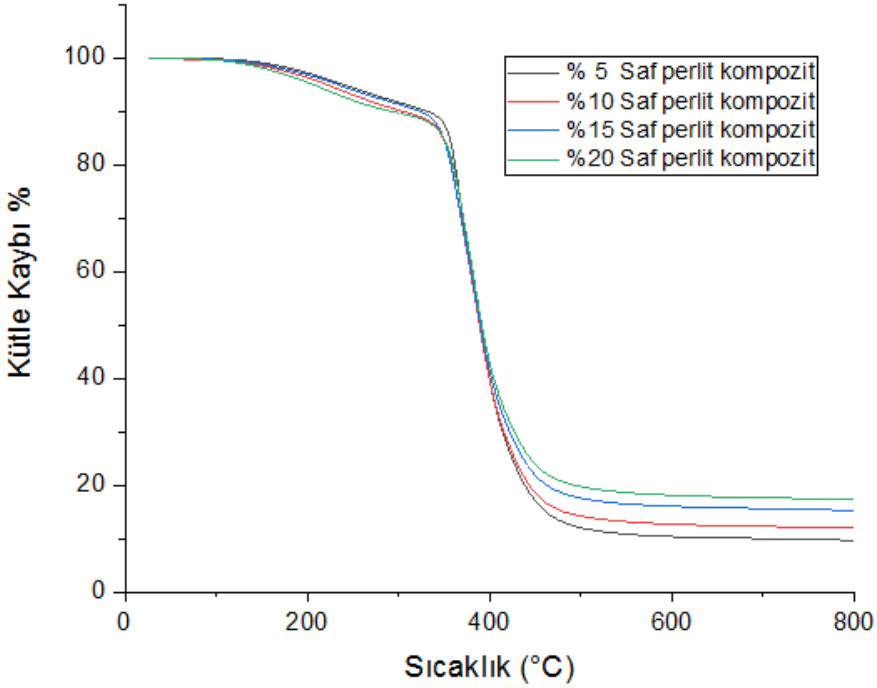
4.5. TGA Sonuçları

Dolgu maddesi, stabilizatör ve antioksidanlar gibi farklı malzemeler genellikle ürün oluşturmak üzere polimerlere eklenir. Polimerizasyon katalizörleri kalıntıları veya polimerik malzemelere dahil edilen katkı maddeleri gibi maddeler, polimerik ürünlerin bozunma sürecini etkileyebilir. Polimer kompozitlerin termal stabilitesini etkileyen faktörler, sadece matris polimerin ve takviye ajanının bireysel termal stabilitesine değil, aynı zamanda, takviye edici maddenin matristeki dağılım derecesi ve cinsine, arayüzey yapışmasına ve nem içeriğine de bağlıdır. Matris polimerin kimyasal ve fiziksel özelliklerindeki değişimler kompozit malzemelerin bozulmasına neden olur ki, bu da kompozitte büzülmeye, mikro çatlamaya, boşluk oluşumuna vb. yol açar (Ray ve Cooney, 2012).

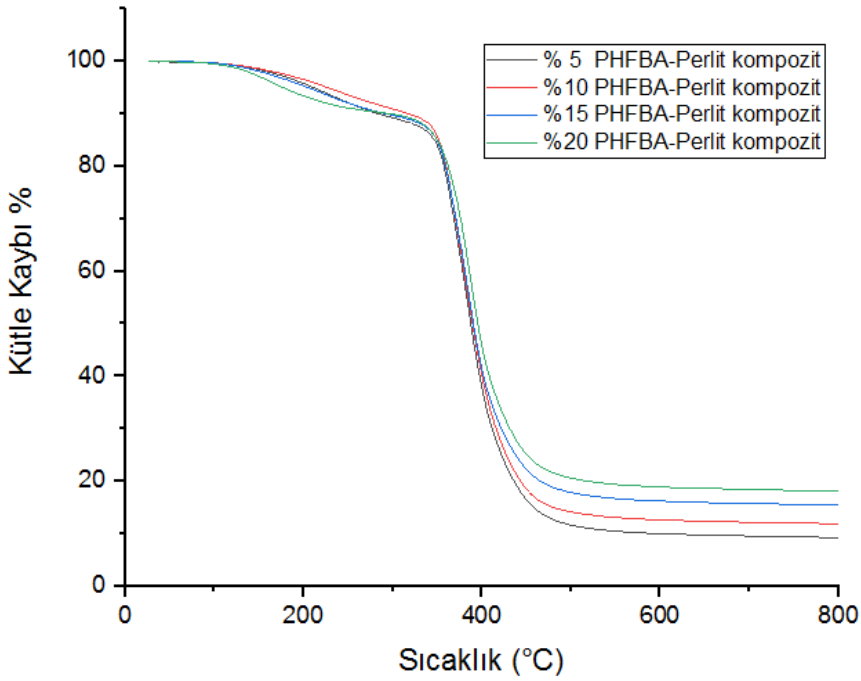
Saf epoksinin TGA eğrisi Şekil 4.18'de, saf perlit kompozitlerinin Şekil 4.19'da, PHFBA ile kaplı perlit kompozitlerinin Şekil 4.20'de ve PGMA ile kaplı perlit kompozitlerinin Şekil 4.21'de gösterilmiştir. TGA sonuçları Çizelge 4.3'de özetlenmiştir. Kompozitlerin orijinal TGA eğrileri EK 1-12'de verilmiştir.



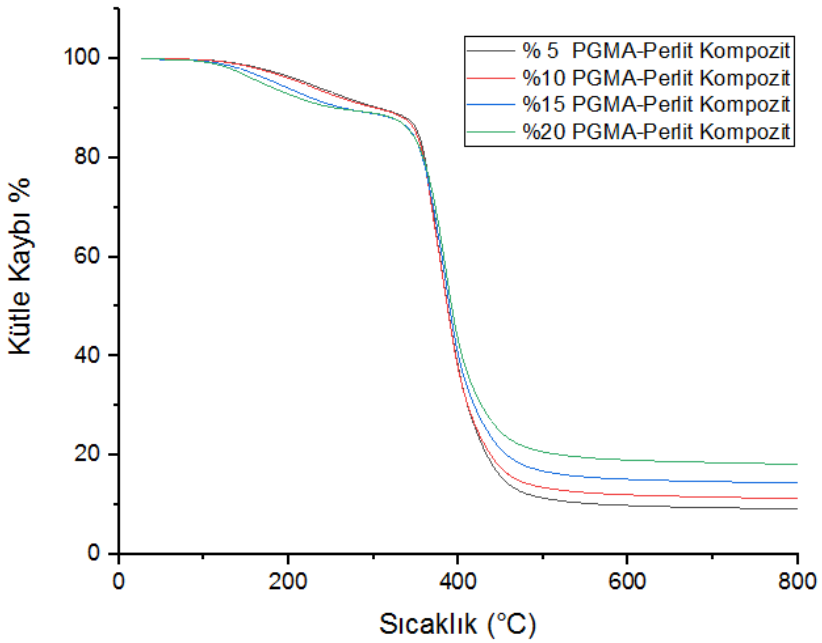
Şekil 4.18. Saf epoksinin TGA eğrisi



Şekil 4.19. %5, %10, %15 ve %20 saf perlit kompozitlerinin TGA eğrileri



Şekil 4.20. %5, %10, %15 ve %20 PHFBA kaplı perlit kompozitlerinin TGA eğrileri



Şekil 4.21. %5, %10, %15 ve %20 PGMA kaplı perlit kompozitlerinin TGA eğrileri

Çizelge 4.3. TGA sonuçları

Takviye (küt.%)	BBS* (ºC)	İBS* (ºC)	T_5 (ºC)	T_{10} (ºC)	T_{50} (ºC)	Kalan kütle 800ºC'da (%)	LOI
Saf ER							
-	110	275	190	265	350	4	19.1
ER/perlit kompozitleri							
5	120	325	225	313	385	9.7	21.4
10	124	340	220	295	390	12	22.3
15	125	348	230	315	392	15.3	23.6
20	150	352	210	280	395	17.3	24.4
ER/PHFBA-perlit kompozitleri							
5	125	341	230	288	390	9.2	21.2
10	130	350	232	310	392	12	22.3
15	140	360	217	290	393	15.4	23.7
20	150	366	190	290	397	18.1	24.7
ER/PGMA-perlit kompozitleri							
5	130	348	218	300	390	9.1	21.1
10	132	350	222	298	390	11.2	22.0
15	133	352	193	270	288	14.3	23.2
20	140	348	187	275	392	18.1	24.7

*BBS-birinci bozunma sıcaklığı; **İBS-ikinci bozunma sıcaklığı

Çizelge 4.3'den, epoksiye perlit ilave edilmesi ile kompozitlerin BBS ve İBS değerlerinin arttığı görülmektedir. Çizelge 4.3'e göre, ister saf perlit, isterse de PHFBA ve PGMA kaplı perlitler saf epoksinin özellikle BBS, İBS, T_5 ve T_{50} değerleri üzerinde etkili olmuştur. Saf epoksinin kalıntı (çar) miktarı %4 olduğu halde kompozitlerde bu değer %9.1-18.1 aralığında değişmiştir. Kompozitlerde çar yüzdesi saf epoksiye göre en fazla yaklaşık %14 artmıştır. PHFBA kaplı perlit kompozitlerinin termal dayanımı, PGMA kaplı perlit kompozitlerine göre daha yüksek bulunsa da, her iki tür kompozitlerin TGA sonuçlarının saf perlit kompozitlerine yakın olması yapılan kaplamaların çok ince film, başka değişle nanoboyutta kaplamaya bağlı olduğu tahmin edilmektedir.

4.6. Yüzey Islanabilirlik ve Su Tutma Özellikleri

4.6.1. Temas açısı ölçüm sonuçları

Doğrudan temas açısı ölçüm yöntemleri, tozlar gibi çok küçük ve gözenekli maddeler için kullanılamaz. Bu yüzden, PHFBA kaplamanın genleşmiş perlitin ıslanabilirlik üzerindeki etkisi dolaylı bir analiz, yani Washburn yöntemi kullanarak Gürsoy ve Karaman (2016) tarafından araştırılmıştır. Kaplanmamış genleşmiş perlitin temas açısı 41.9^0 olarak bulunmuştur. Bu nedenle, beklendiği gibi kaplanmamış genleşmiş perlitin oldukça hidrofilik olduğu rapor edilmiştir. Öte yandan, PHFBA kaplı genleşmiş perlit Washburn metodu için kullanıldığında, tüpün kılcal damarından su nüfuz etmemiş (12 saat boyunca) ve bu nedenle kaplanmış genleşmiş perlit, yüksek oranda hidrofobik olduğu görülmüştür.

Perlit parçacıklarının hidrofobik özelliği, PHFBA polimeri ile kaplanmadan önce ve sonrası, parçacıklar üzerine su damlatılarak test edilmiştir (Şekil 4.22). Şekil 4.22'den, saf perlit parçacıkları su ile tamamen ıslandığı halde (Şekil 4.22a), PHFBA ile kaplandıktan sonra su itici bir özelliğe sahip olduğu görülmüştür (Şekil 4.22b).



Şekil 4.22. Perlit parçacıklarının yüzeyinin PHFBA polimeri ile kaplanmadan a) önceki, b) sonraki görüntüsü

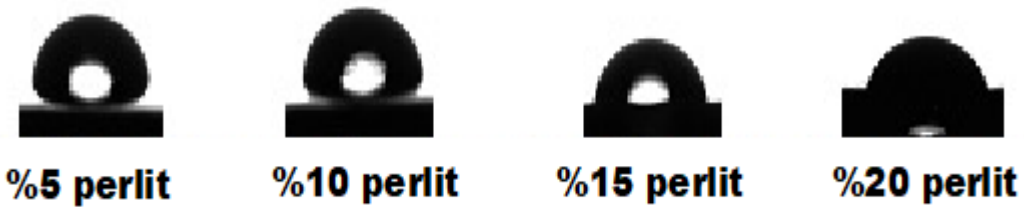
Otomatik bir dağıtıcıya sahip bir temas açısı gonyometresi (Kruss Easy Drop) kullanarak kompozit yüzeylerin ıslanabilirliğini belirlemek için ise su temas açısı ölçümü yapılmış, statik temas açısı ölçümlerinde pH 7 olan saf su kullanılmıştır. Şekil 4.23'de saf epoksi reçinenin, Şekil 4.24, 4.25 ve 4.26'da ise sırasıyla saf perlit, PHFBA ile kaplanmış perlit ve PGMA ile kaplanmış perlit kompozitlerinin temas açısı görüntüleri gösterilmiştir. Temas açıları sonuçları Çizelge 4.4'de özetlenmiştir.

Çizelge 4.4. Temas açısı sonuçları

Takviye (kütlece %)	**Temas açısı (°)**
Saf ER	
-	88.3
ER/perlit kompozitleri	
5	86.3
10	84.9
15	83.5
20	71.7
ER/PHFBA kaplı perlit kompozitleri	
5	94.7
10	97.8
15	99.0
20	101.1
ER/PGMA kaplı perlit kompozitleri	
5	90.0
10	91.1
15	94.2
20	95.6



Şekil 4.23. Saf epoksinin temas acısı görüntüsü



Şekil 4.24. Saf perlit kompozitlerinin temas acısı görüntüleri



Şekil 4.25. PHFBA kaplı perlit kompozitlerinin temas acısı görüntüleri



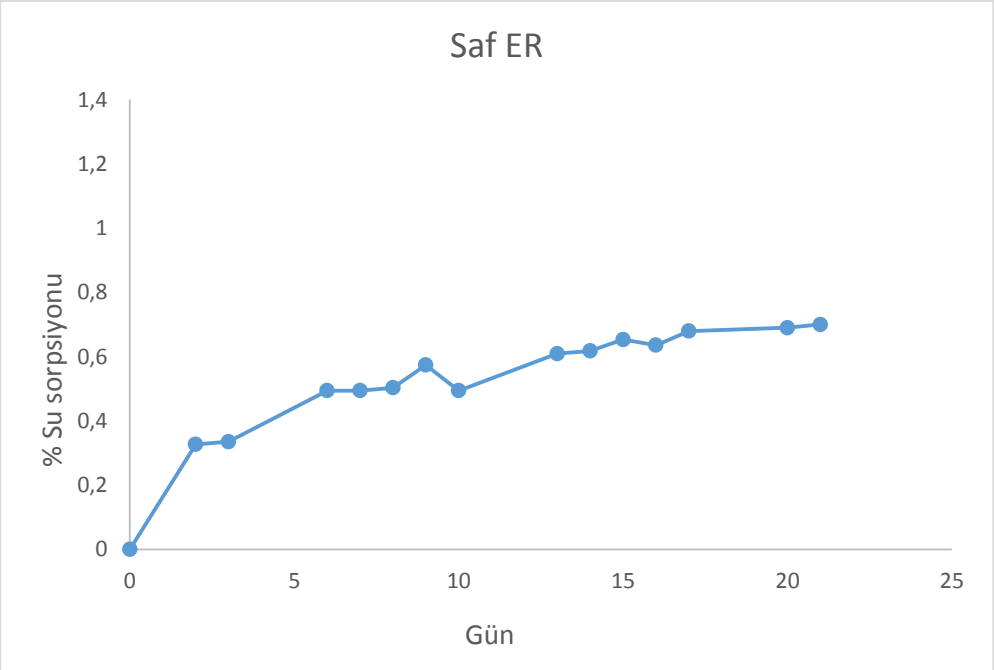
Şekil 4.26. PGMA kaplı perlit kompozitlerinin temas acısı görüntüleri

Sonuçlar; saf perlitin epoksi reçinenin yüzey ıslanabilirliğini artırdığını göstermiştir. %5-%15 oranında PHFBA ve PGMA ile kaplı perlit kompozitlerinin temas açısı (T.A.) değerleri 90°'nin üzerinde olduğu için bu kompozitlerin yüzeyleri hidrofobik olarak tespit edilmiştir. Saf perlit kompozitlerinde takviye oranı arttıkça T.A. değerlerinin azaldığı, PHFBA ve PGMA kompozitlerinde ise arttığı gözlenmiştir. PHFBA polimerinin kompozitlerin yüzey ıslanabilirliğinde daha fazla hidrofobik etkisinin olduğu görülmüştür.

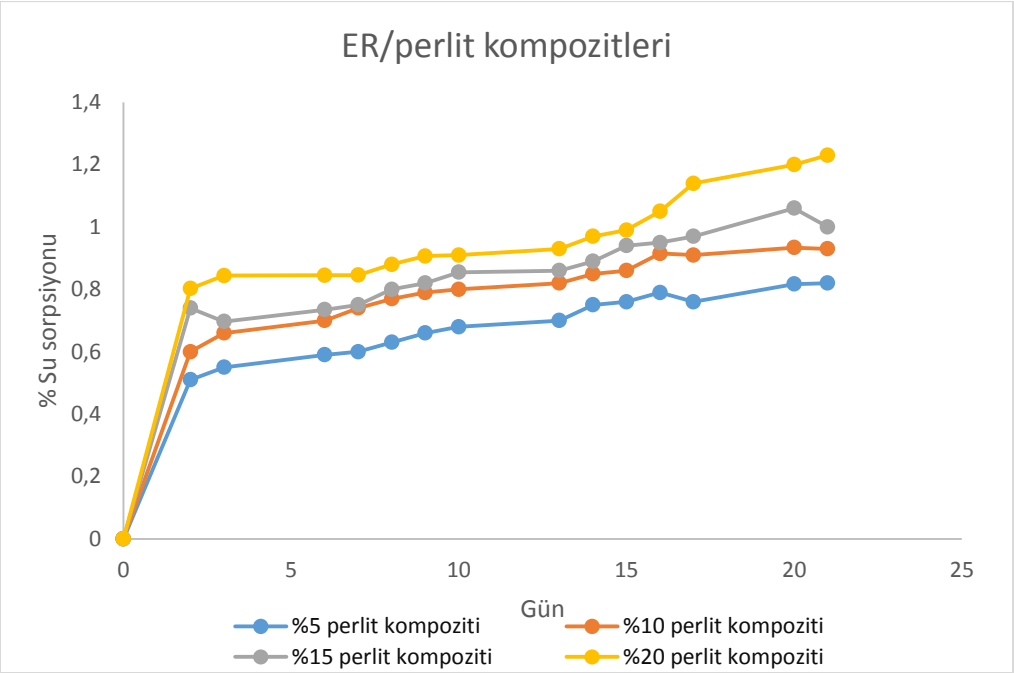
4.6.2. Su sorpsiyonu test sonuçları

Samar ve Saxena (2016), perlitin su sorpsiyonun %200-600 arası değişebileceğini rapor etmişlerdir. Bu nedenle yüksek su emme kapasitesi sayesinde bahçe uygulamalarında toprak düzenleyici olarak kullanılmaktadır (Gürsoy ve Karaman, 2016). Bunun aksine, ısı ve ses yalıtımı gerektiren uygulamalar için genleşmiş perlitin yüksek su içeriği istenmez, çünkü malzeme nemi içeriğinin ısı ve ses transfer katsayılarını arttırdığı iyi bilinmektedir (Budaiwi ve ark., 2002; Yilmazer ve Ozdeniz, 2005). Perlit beton numunelerin, esas olarak perlitin yüksek bir emme oranına bağlı olarak daha yüksek bir su sorpsiyon oranı gösterdiği görülmüştür (Sayadi ve ark., 2018).

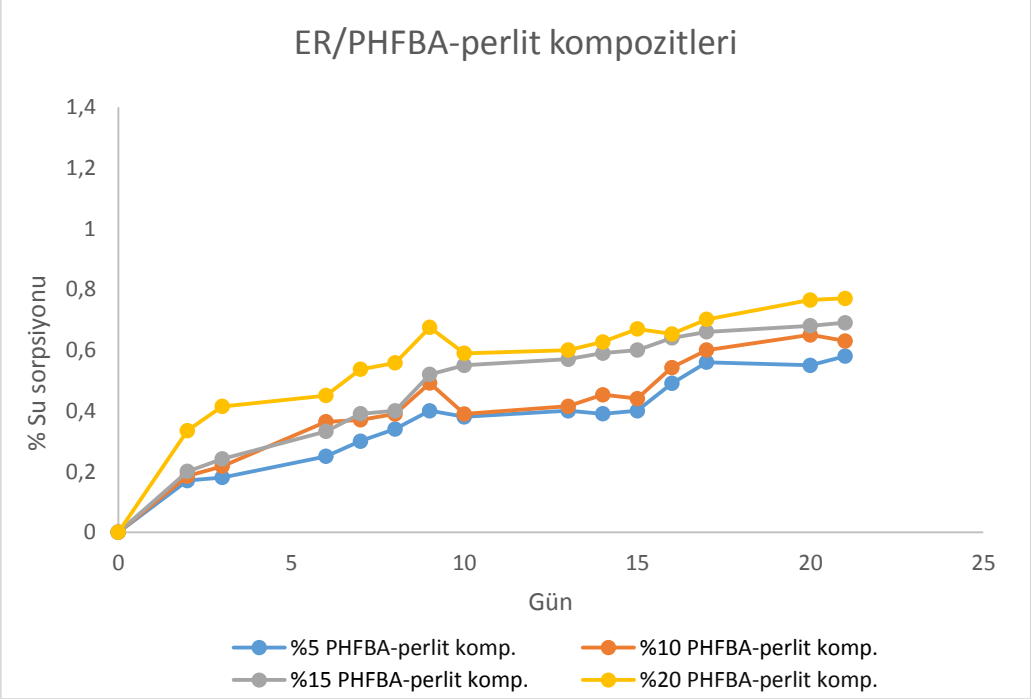
Saf ve farklı polimerlerle kaplanmış perlitin, kompozitlerin su sorpsiyonunu ne şekilde etkileyeceğini tespit etmek için su sorpsiyonu testi uygulanmıştır. Şekil 4.27'de saf epoksi reçinenin, Şekil 4.28, 4.29 ve 4.30'da ise sırasıyla saf perlit, PHFBA ile kaplanmış perlit ve PGMA ile kaplanmış perlit kompozitlerinin su sorpsiyonu testinden elde edilen eğrileri gösterilmiştir.



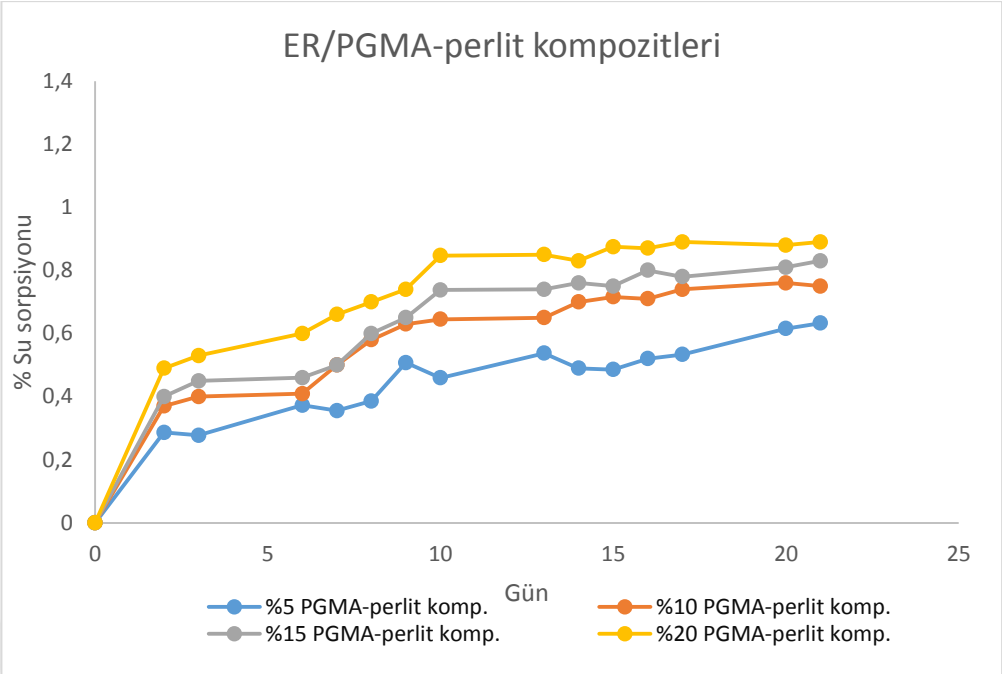
Şekil 4.27. Saf epoksinin su sorpsiyon eğrisi



Şekil 4.28. Saf perlit kompozitlerinin su sorpsiyon eğrileri



Şekil 4.29. PHFBA kaplı perlit kompozitlerinin su sorpsiyon eğrileri



Şekil 4.30. PGMA kaplı perlit kompozitlerinin su sorpsiyon eğrileri

Saf epoksi reçinenin 21 günlük su sorpsiyonu %0.7 olarak bulunmuştur (Şekil 4.27). Kompozitlerin su sorpsiyonları karşılaştırıldığında (Şekil 4.28-4.30), saf perlit kompozitlerinin su sorpsiyonları %0.82-1.23 aralığında, PHFBA kaplı perlit kompozitlerinin su sorpsiyonları %0.58-0.77 aralığında, PGMA kaplı perlit kompozitlerinin su sorpsiyonları ise %0.63-0.89 aralığında değiştiği gözlenmiştir. Sonuçlar, her iki polimerle de kaplama işleminin perlitdeki gözenekleri azalttığından ve polimerlerin hidrofobik özelliğinden dolayı (Şekil 4.4 ve 4.5), kompozitlerin su sorpsiyonlarında da azalmaya neden olduğunu göstermiştir. En düşük su sorpsiyonu ise PHFBA ile kaplanmış perlit kompozitleri için tespit edilmiştir.

4.7. Yanma Testi Sonuçları

Epoksi kaplamalar, lateks bazlı ve alkit bazlı boyalardan daha fazla ısıya dayanıklı olduklarından endüstriyel, otomotiv, elektrik ve kaplama alanlarında sıklıkla kullanılırlar. Epoksi plastikler ise inşaat sektöründe beton zemin kaplamasında kullanılır. Bu nedenle, alev geciktirici özellik bu uygulamalarda önemlidir. Epoksi reçineler yanıcıdırlar ve bu açıdan oluşacak yüksek riskler epoksiler için büyük bir dezavantajdır. Bu nedenle son zamanlarda yapılan araştırmalar, termal kararlılıklarını artırmaya, cam geçiş sıcaklıklarını artırmaya ve esneklikleri artırmaya odaklanmıştır.

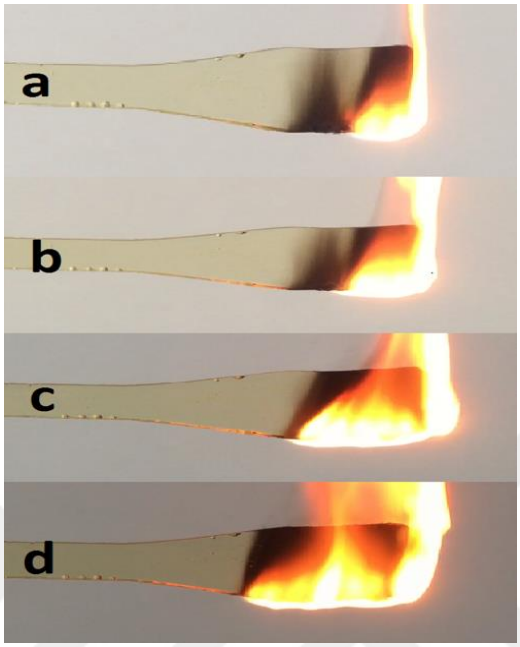
Epoksi reçinelerinin termal kararlılığı ve yanıcılıkları, monomerin yapısına, kürleştirici yapısına ve çapraz bağlanma yoğunluğuna bağlıdır. Yüksek karbon-hidrojen oranı ve halojen, fosfor, azot vb. elementlerin varlığında malzemelerin yanma olasılığı daha düşük olmaktadır (Karak, 2012).

Kompozitlerin yanma testi laboratuvar ortamında yatay olarak yapılmıştır. Yanma görüntüleri, takviye içermeyen epoksi reçine için Şekil 4.31'de, %20 takviye içeren saf perlit kompoziti için Şekil 4.32'de, PHFBA ile kaplı perlit kompoziti için Şekil 4.33'de ve PGMA ile kaplı perlit kompoziti için Şekil 4.34'de verilmiştir. Yanma sonrası görüntüler Şekil 4.35'de gösterilmiştir.

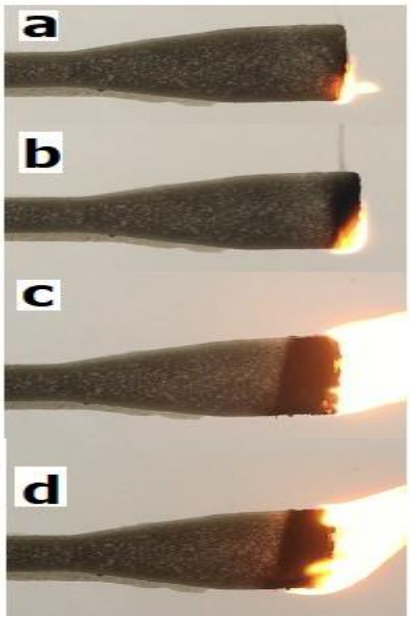
Perlit yanıcı değildir. Bu ısıya direnç onu yangına dayanıklı sunta, tuğla ve kiremit imalatı ve hatta yangına dayanıklı boya dahil çeşitli yangından korunma uygulamaları için mükemmel refrakter ajanlar ve ideal malzeme yapar (Anonim 2019b). Sayadi ve ark. (2018), sadece genleşmiş perlit (EP), EP-genleşmiş poli(laktik asit) (EPLA) ve EP-genleşmiş polistiren (EPS) içeren beton numunelerinin yanma özelliklerini incelemiş, farklı polimer yapılarının yanmaya etkisini ortaya koymuşlardır. Elde edilen sonuçlara göre, sadece EP içeren beton numunesi hiç alev almamış, EPS ile karşılaştırıldığında EPLA ilavesi ateşleme noktasında gecikmeye neden olmuş ancak EPLA'nın daha yüksek oranda karbon monoksit üretimine bağlı olarak alevlenme noktasını uzatmıştır. Diğer bir çalışmada atık mukavva, alçı, pomza, perlit, vermikülit ve zeolit ile yapılan kompozitlerin yangın direnci ASTM E 160-50'ye göre belirlenmiş, en kısa sürede yanan örneklerin ikili karışımlardan özellikle alçı ve perlit katkılı olan örnekler olduğu belirtilmiştir (Binici, 2016).

Hava yaklaşık %21 oksijen içerir; Bu nedenle 21'den büyük LOI değeri yanmaz bir niteliğe işaret eder ve malzemelerin yanması ateşten çekildikten bir süre sonra söner. Bununla birlikte, 21'den daha düşük bir LOI olan herhangi bir malzeme muhtemelen açık havada yanmaya devam edecektir; LOI değeri 28'in üstünde ise, malzeme kendi kendine sönen olarak sınıflandırılabilir. Teorik LOI değeri, TGA sonuçlarından kalıntı yüzdesine göre hesaplanabilir (Van-Krevelen ve Hoftyzer, 1976). Van Krevelen ve Hoftyzer denklemine göre, çar oranı ne kadar yüksek olursa, sınırlayıcı oksijen indeksi (LOI) değeri o kadar yüksek olur. Kompozitlerin Van Krevelen ve Hoftyzer denklemine göre hesaplanmış LOI değerleri Çizelge 4.3'de verilmiştir. %20 oranındaki perlit kompozitlerinin teorik LOI değerlerinin 24.4-24.7 aralığında olduğu tespit edilmiştir.

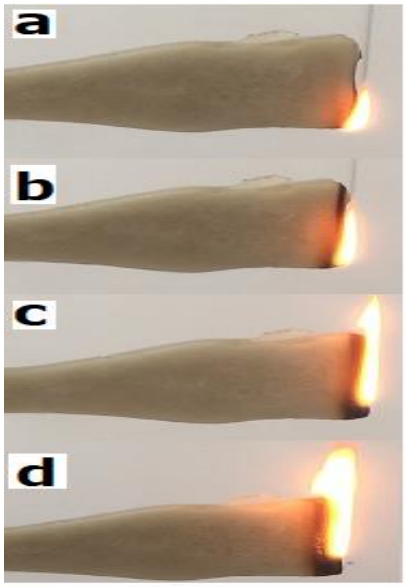
Ayrıca, alev yayılım sınıflandırmasına göre, alev süresi 25-50 saniye olan malzemeler alev geciktirici, 50-75 saniye olanlar yavaş yanan, 75-200 saniye olanlar yanıcı, 200 saniye'den fazla ise oldukça yanıcıdır (Schweitzer, 2000).



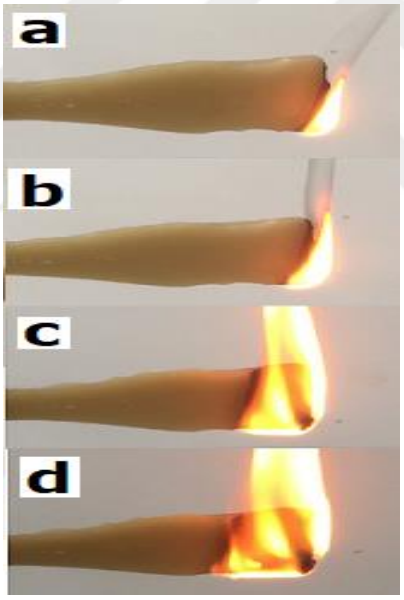
Şekil 4.31. Saf epoksi reçinenin yanma görüntüleri: a) 5. saniye; b) 10. saniye; c) 30. saniye; d) 50. saniye



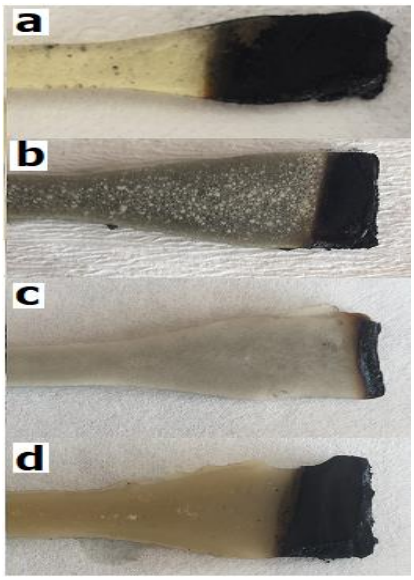
Şekil 4.32. %20 saf perlit kompozitlerinin yanma görüntüleri: a) 5. saniye; b) 10. saniye; c) 30.saniye; d) 50. saniye



Şekil 4.33. %20 PHFBA kaplı perlit kompozitinin yanma görüntüleri: a) 5. saniye; b) 10. saniye; c) 30. saniye; d) 50. saniye



Şekil 4.34. %20 PGMA kaplı perlit kompozitinin yanma görüntüleri: a) 5. saniye; b) 10. saniye; c) 30. saniye; d) 50. saniye



Şekil 4.35. Malzemelerin 50. saniyede yanma durdurulduktan sonraki görüntüleri: a) saf epoksi; b) saf perlit kompoziti; c) PHFBA kaplı perlit kompoziti; d) PGMA kaplı perlit kompoziti

Şekil 4.31'den takviye içermeyen epoksi reçinenein yanıcı olduğu açıkça görülmektedir. Kompozitlere göre epoksi reçinenin 50. saniyeki yanma alanı da en büyük olmuştur (Şekil 4.35). Epoksiye yanıcı olmayan perlit ilavesiyle kompozitin yanma özelliğinin bir hayli derecede iyileştiği görülmekte ve 50. saniyedeki yanma alanı da yaklaşık 2/3 oranında azalmıştır (Şekil 4.32 ve 4.35).

Şekil 4.33 ve 4.35 incelendiğinde ise, perlit yüzeyinin F gibi halojen atomları içeren polimerle kaplanması, kompozitin yanma özelliğini önemli derecede etkileyerek yanmayı geciktirici etki gösterdiği söylenebilir. PGMA polimerinin yapısında alev geciktirici atomlar olmadığından, bu polimerle kaplı perlit kompozitinin yanma alanının PHFBA kaplı perlit kompozitine göre daha büyük olması beklenen bir durum olup, saf perlit kompozitine göre bu alan biraz daha genişlemiştir. Sonuç olarak, perlit kompozitleri alev geciktirici veya yavaş yanan makzemeler olarak değerlendirilebilir. PHFBA kaplı perlitle edilen kompozitin ise diğerlerine göre yangına çok daha yeterli direnç gösterdiği ve yanmayı geciktirdiği anlaşılmıştır.

Yanma özelliğine göre kompozitler için: Saf epoksi reçine < PGMA kaplı perlit kompoziti < Saf perlit kompoziti < PHFBA kaplı perlit kompoziti sıralaması verilebilir. Bu durumda, en iyi yanma dayanıklılığına sahip PHFBA kaplı perlit kompoziti olacaktır.

5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

5.1. Sonuçlar

Yapılan tez çalışmasında perlit yüzeyi 2 farklı polimer-PHFBA ve PGMA ile kaplanarak epoksi reçinede %5-20 oranında takviye olarak kullanılmıştır. Hem modifye edilmiş perlit parçacıklarının, hem de kompozitlerin karakterizasyonu yapılmıştır.

✓ Modifiye perlitlerin kimyasal yapıları FTIR ile aydınlatılmıştır. HFBA'nın FTIR spektrumundan farklı olarak PHFBA'nın FTIR spektrumunda 1637 cm^{-1}'deki bant kaybolmuştur. Bu da doymamış C=C çift bağlarından HFBA monomerinin polimerizasyonunun gerçekleştiğini göstermektedir. GMA'nın FTIR spektrumunda, 906 cm^{-1} ve 844 cm^{-1} dalga boylarında tespit edilen absorpsiyon bantları epoksi grubunu göstermiştir. PGMA filminin spektrumunda, GMA'nın spektrumundaki 1640 cm^{-1} dalga boyunda gözlemlenen karbon-karbon (C=C) çift bağının kaybolduğu görülmüştür ki bu durum GMA'nın plazma polimerleşmesinin epoksi grubundan değil de çift bağdan gerçekleştiğini göstermiştir.

✓ Modifiye perlitlerin morfolojileri SEM ile incelenmiştir. Genleşmiş perlitin açık gözenekli yapıya sahip olduğu SEM görüntüsünden tespit edilmiştir. Perlit yüzeyinin PHFBA ve PGMA polimerleri ile kaplanması sonucu ise perlit parçacıkların tabaka kalınlıklarının arttığı, çözeneklerin ise önemli derecede kapanarak bunların ölçülerinin ve sayısının azaldığı açıkça görülmüştür.

✓ Tüm kompozitlerde takviye oranının %10'dan sonra artması heterojenliği artırmıştır. Perlit yüzeyinin modifiye edilmesi parçacıkların matristeki dağılımında etkili olmuş, ancak bazı yerlerde kümelerin olduğu da gözlenmiştir. Ancak bu kümelerin birbirlerine ve polimer matrisine özellikle %15 perlit oranına kadar iyi bir şekilde bağlandıkları tespit edilmiştir. PHFBA ve PGMA polimerleriyle kaplı perlit kompozitlerinin SEM görüntüleri karşılaştırıldığında ise perlitin PGMA polimeri ile kaplanması sonucu takviye malzemesinin epoksi matris içerisinde daha homojen bir yapı oluşturduğu görülmüştür.

✓ Saf epoksi matrisin XRD eğrisi (Şekil 4.9) 2θ =20^{o} merkezli güçlü bir pik; 45°'de ise zayıf bir pik göstermiştir. Kompozitlerin XRD eğrileri yaklaşık $2\theta \approx 20°$'de saf epoksiye göre daha küçük ve geniş bir yansıma sunmuştur. $2\theta \approx 20°$'de gözlemlenen piklerin şiddetinin perlit oranına bağlı olarak farklı olması iç içe geçmiş yapının varlığını ve çok az miktarda perlit parçacıklarının birbirine karışmadığını düşündürmüştür.

- ✓ Tüm kompozitlerde perlit oranı arttıkça çekme uzamasında azalma görülmüştür.
- ✓ Takviye malzemesine göre kompozitlerin çekme dayanımları PGMA kaplı perlit – PHFBA kaplı perlit – saf perlit sıralamasında azalma göstermiştir. %10 perlit oranında tüm kompozitler en yüksek çekme dayanımına sahip olmuşlardır.
- ✓ %5 perlit oranında tüm kompozitlerin elastisite modül değerleri saf epoksiye yakın olduğu halde, takviye oranının artması ile Young modülü değerlerinde de bir yükselme tespit edilmiştir. PHFBA ve PGMA ile kaplama işlemi olumlu etki göstermiş, özellikle %10 oranındaki kompozitlerde saf perlit kompozitine göre daha yüksek değerler elde edilmiştir.
- ✓ Genelde kompozitlerdeki perlit oranının artması sertlik değerlerinde az da olsa düşüşe neden olmuştur; bu durumun perlitin gözenekli yapısına bağlı olduğu düşünülmüştür.
- ✓ Epoksiye perlit ilave edilmesi ile kompozitlerin termal dayanımlarının arttığı tespit edilmiştir.

Saf perlit parçacıkları su ile tamamen ıslandığı halde, PHFBA ile kaplandıktan sonra su itici bir özelliğe sahip olmuştur. Sonuçlar; saf perlitin epoksi reçinenin yüzey ıslanabilirliğini artırdığını göstermiştir. %5-%15 oranında PHFBA ve PGMA ile kaplı perlit kompozitlerinin temas açısı (T.A.) değerleri 90°'nin üzerinde olduğu için bu kompozitlerin yüzeyleri hidrofobik olarak tespit edilmiştir. Saf perlit kompozitlerinde takviye oranı arttıkça T.A. değerlerinin azaldığı, PHFBA ve PGMA kompozitlerinde ise arttığı gözlenmiştir. PHFBA polimerinin kompozitlerin yüzey ıslanabilirliğinde daha fazla hidrofobik etkisinin olduğu görülmüştür.

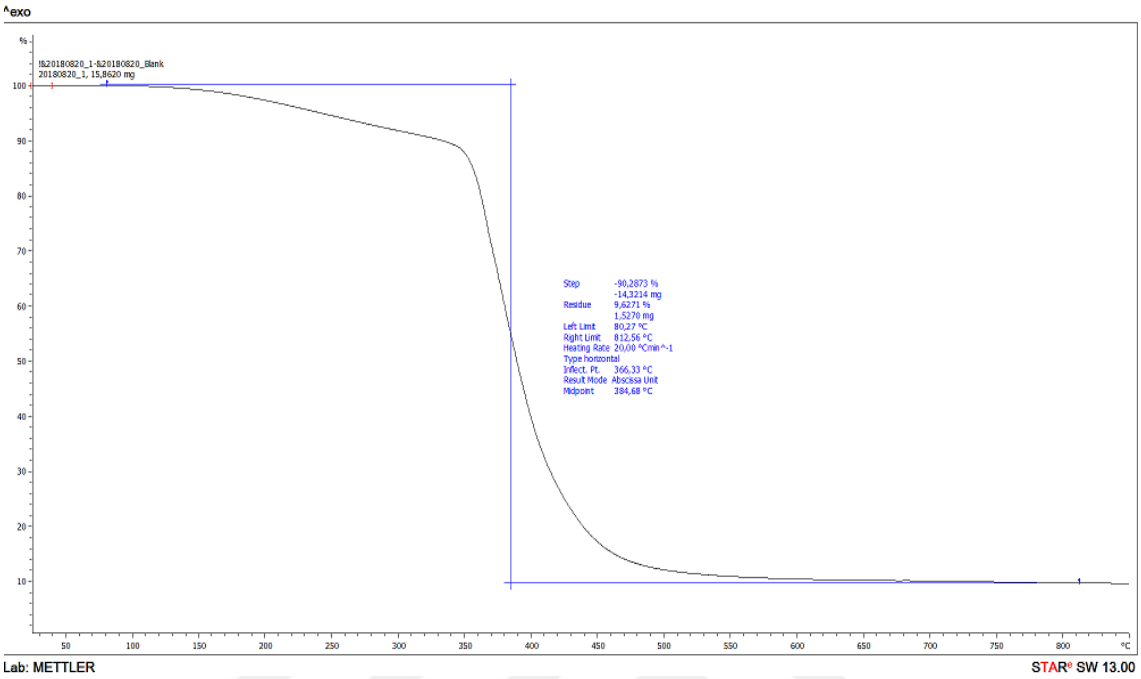
- ✓ Saf epoksi reçinenin 21 günlük su sorpsiyonu %0.7 olarak bulunmuştur. Kompozitlerin su sorpsiyonları karşılaştırıldığında (Şekil 4.26-4.28), saf perlit kompozitlerinin su sorpsiyonları %0.82-1.23 aralığında, PHFBA kaplı perlit kompozitlerinin su sorpsiyonları %0.58-0.77 aralığında, PGMA kaplı perlit kompozitlerinin su sorpsiyonları ise %0.63-0.89 aralığında değiştiği gözlenmiştir.
- ✓ Perlitin yanıcı olmaması saf epoksi reçinenin yanma dayanımını artırmştır. Perlit yüzeyinin F gibi halojen atomları içeren polimerle kaplanması ise kompozitin yanma özelliğini önemli derecede etkileyerek yanmayı geciktirici etki göstermiştir.

5.2. Öneriler

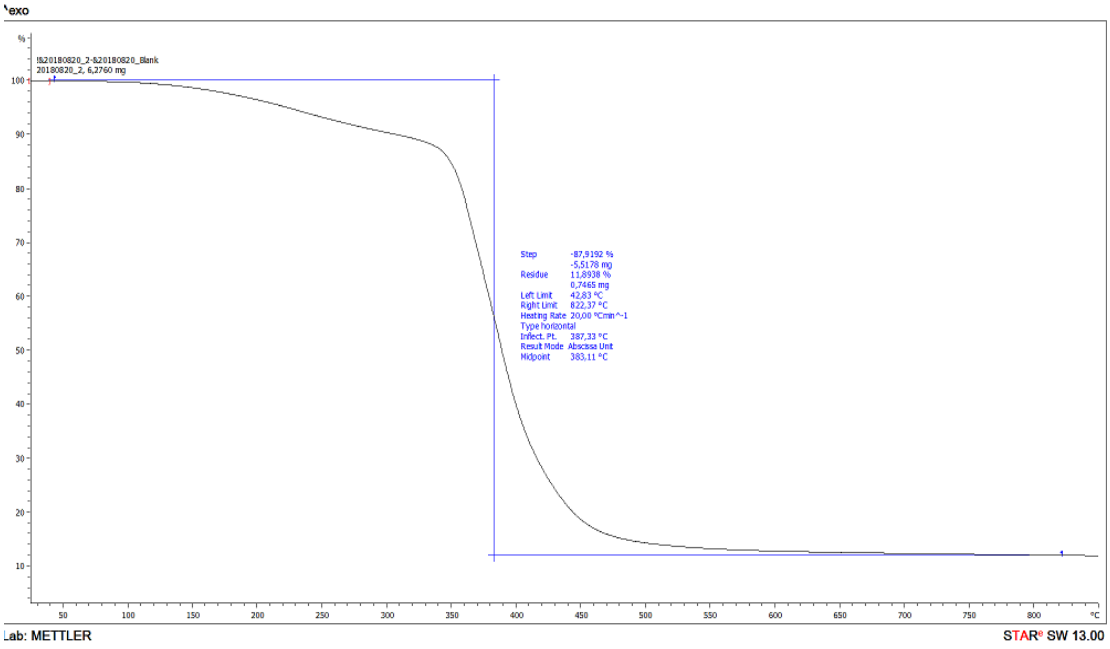
Bu çalışma ile perlit için yeni kullanım alanı önerilmiştir. Ayrıca, perlit türü farklı doğal takviyeler de PECVD metodu veya başka kimyasal metotlarla modifiye edilerek kompozit özellikleri geliştirilebilir.

EKLER

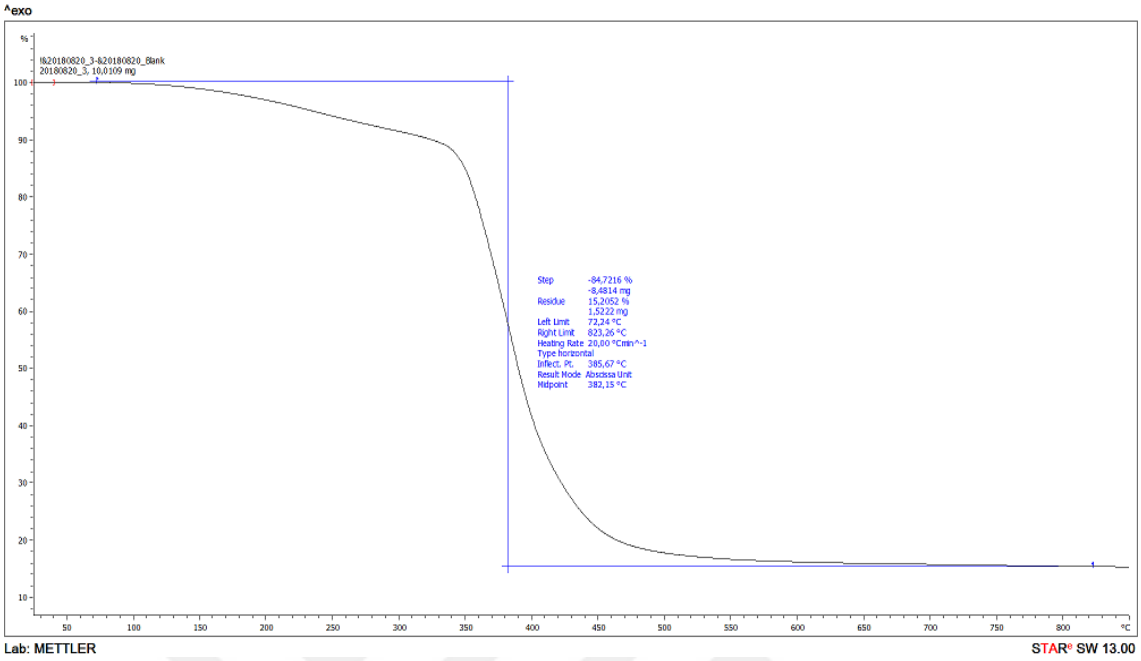
EK 1. %5 perlit kompozitinin TGA eğrisi



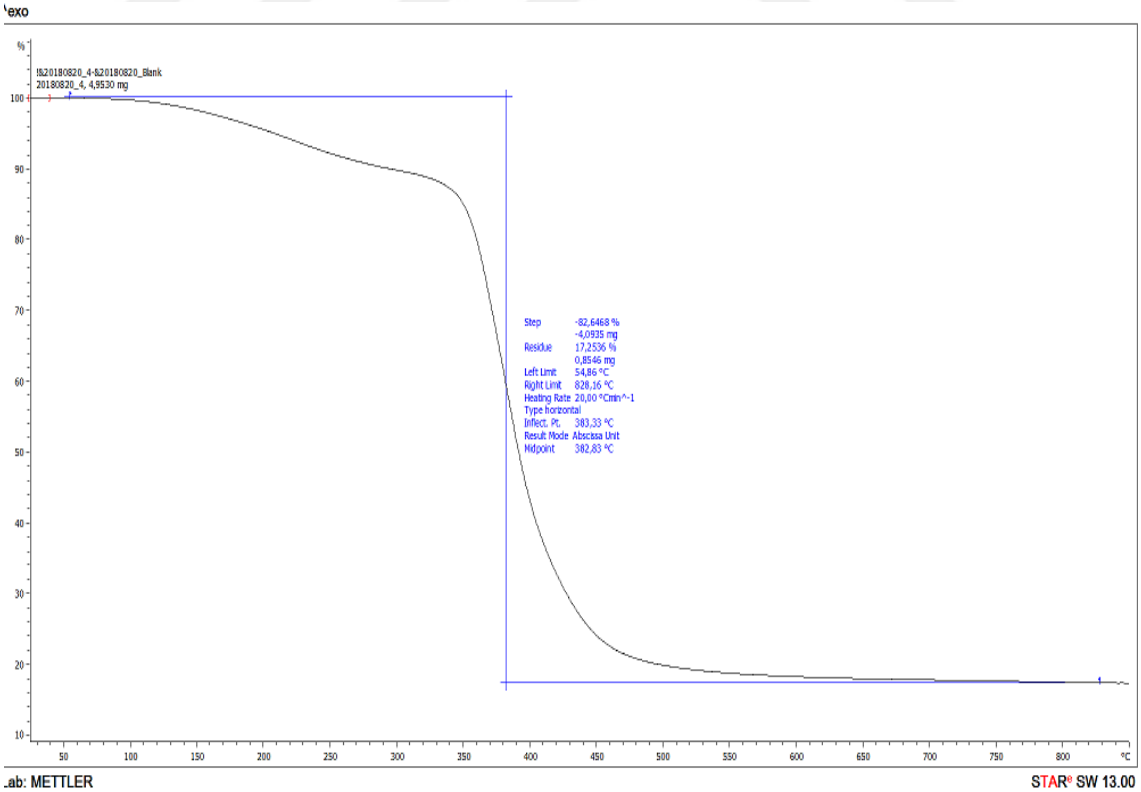
EK 2. %10 perlit kompozitinin TGA eğrisi



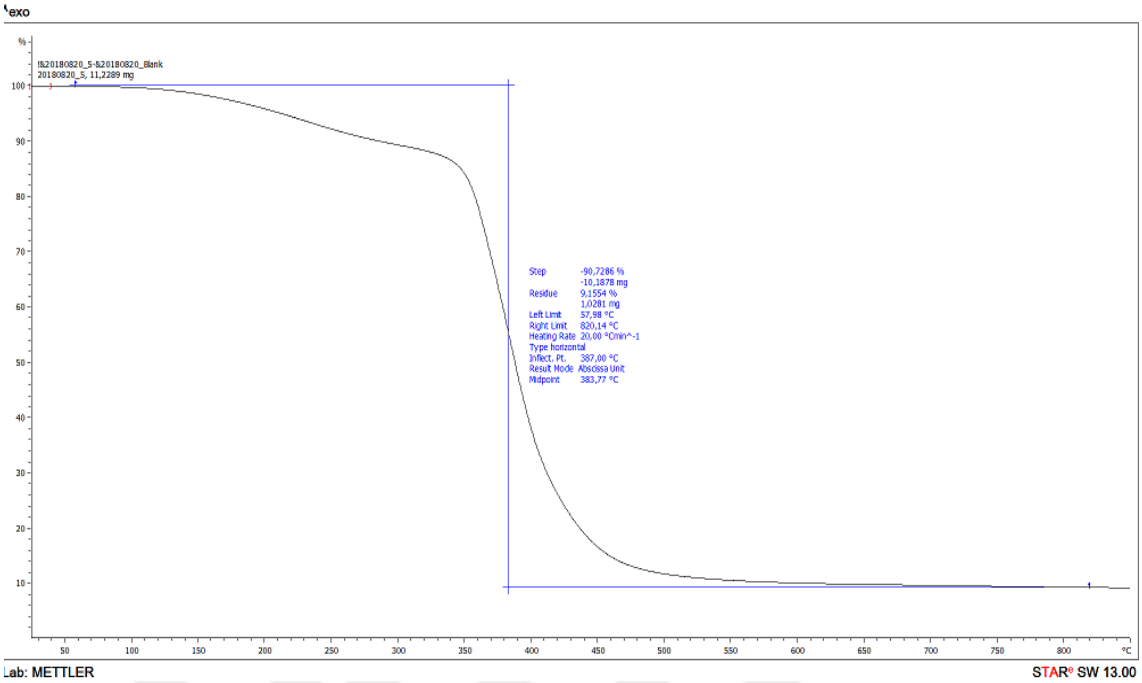
EK 3. %15 perlit kompozitinin TGA eğrisi



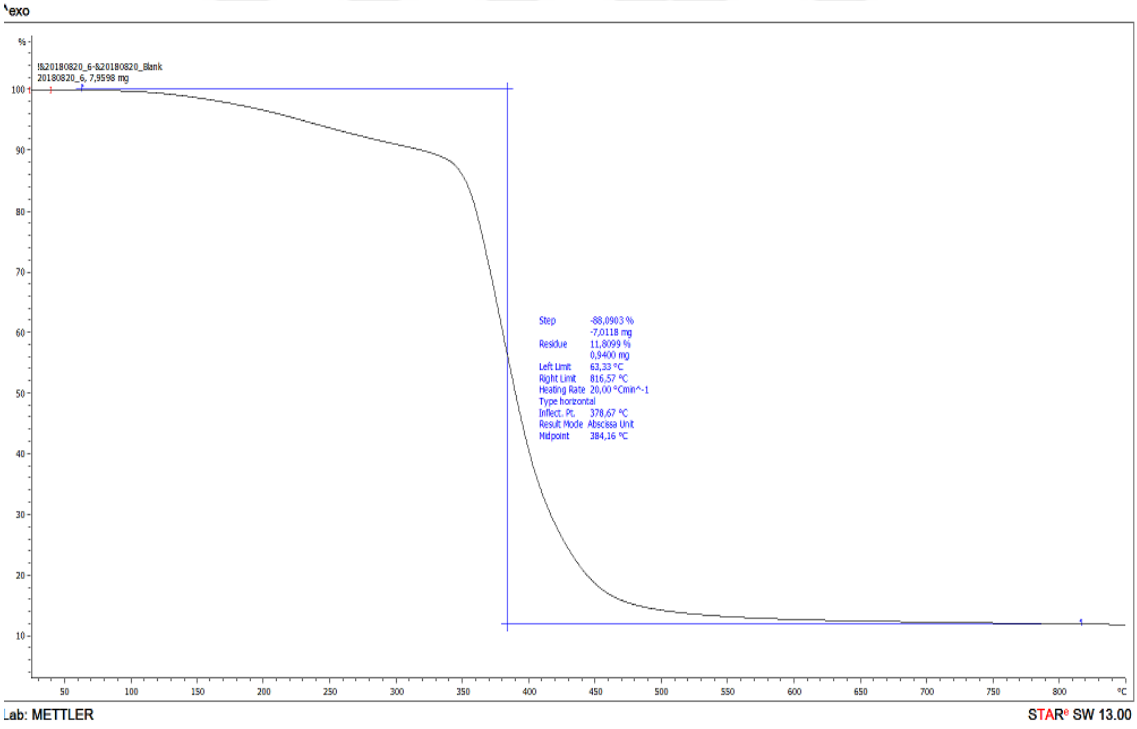
EK 4. %20 perlit kompozitinin TGA eğrisi



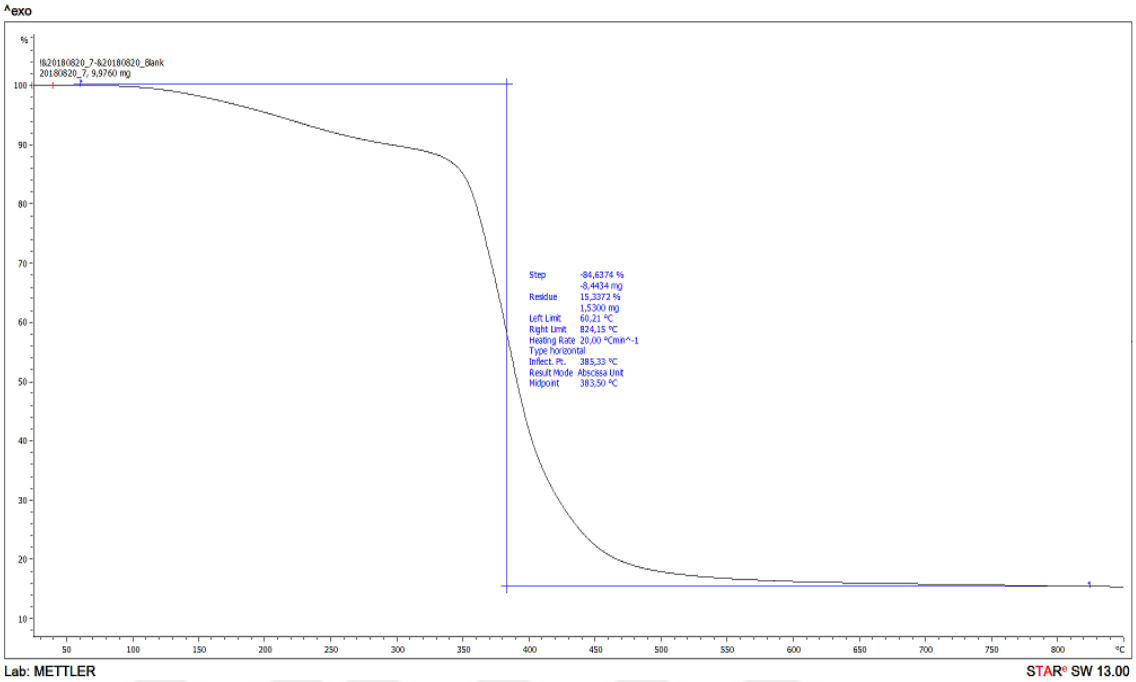
EK 5. %5 PHFBA kaplı perlit kompozitinin TGA eğrisi



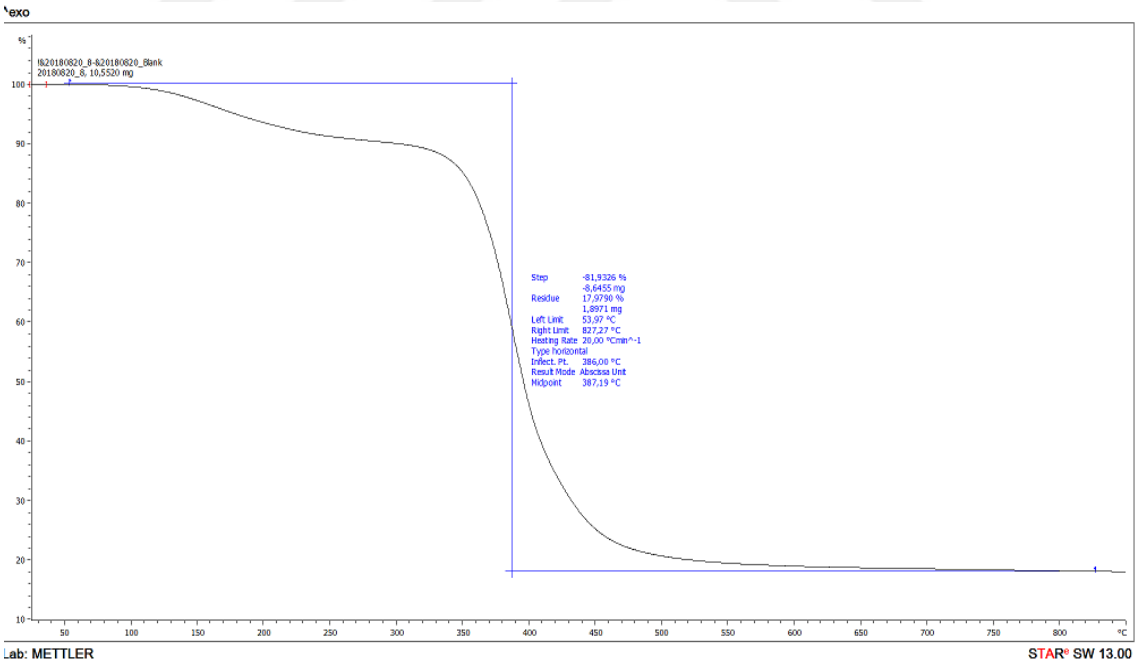
EK 6. %10 PHFBA kaplı perlit kompozitinin TGA eğrisi



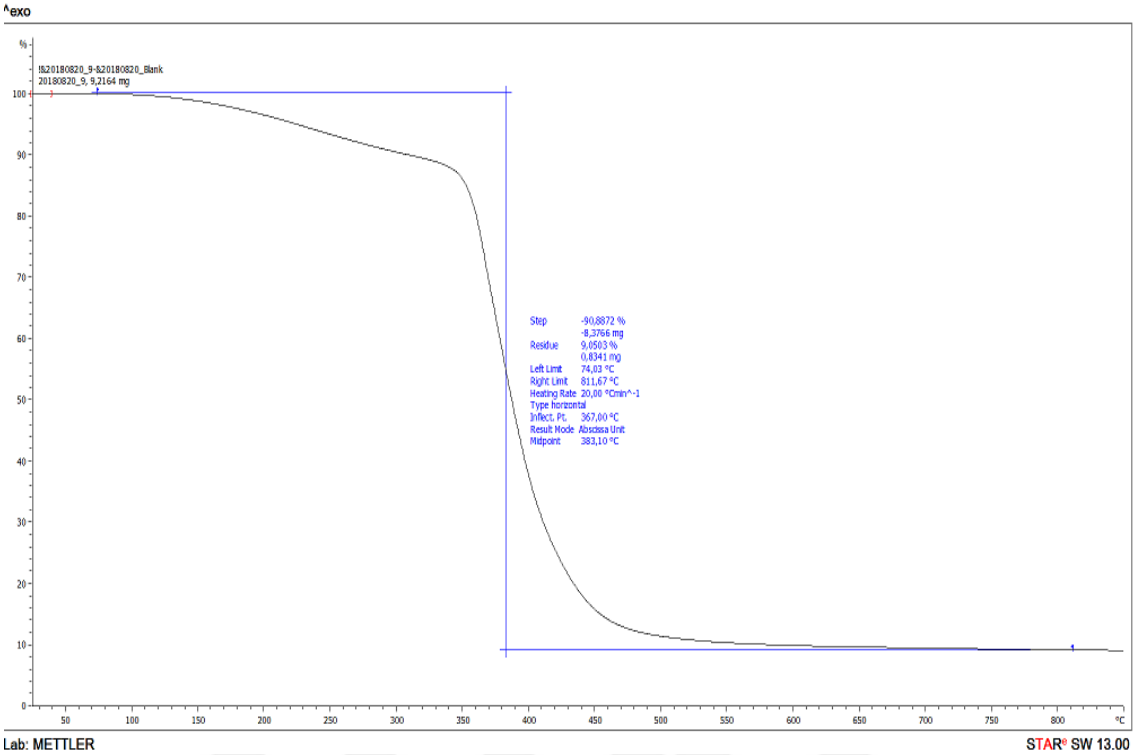
EK 7. %15 PHFBA kaplı perlit kompozitinin TGA eğrisi



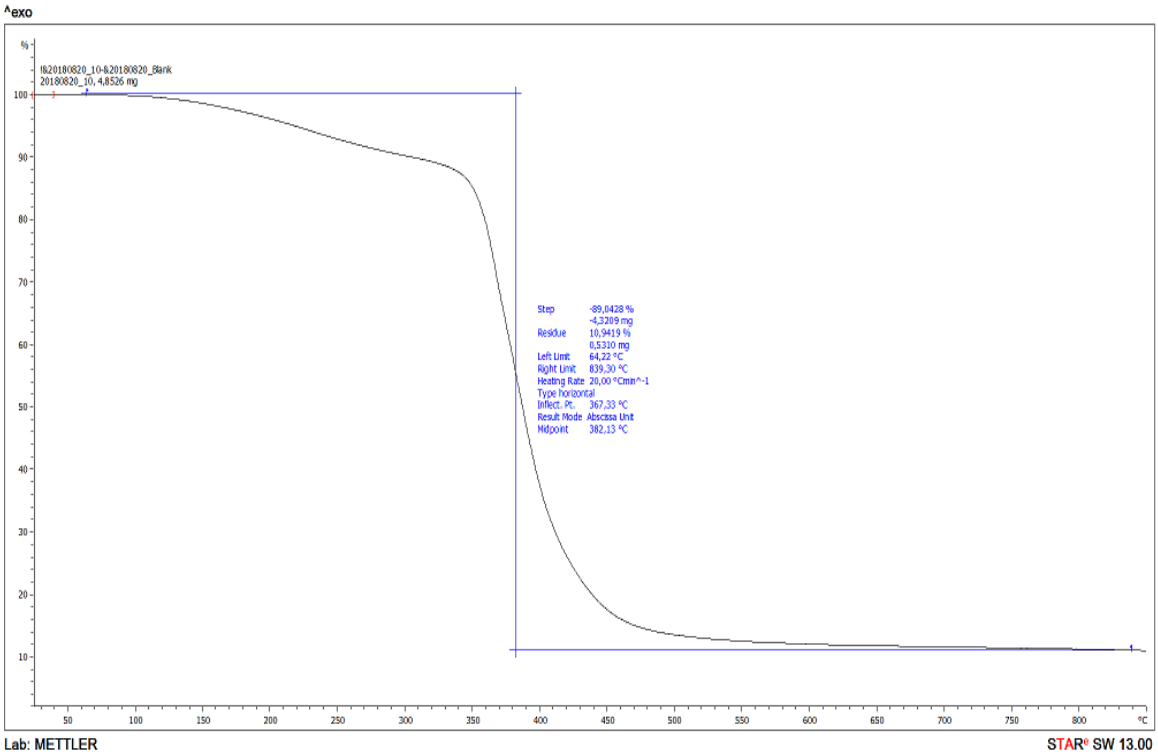
EK 8. %20 PHFBA kaplı perlit kompozitinin TGA eğrisi



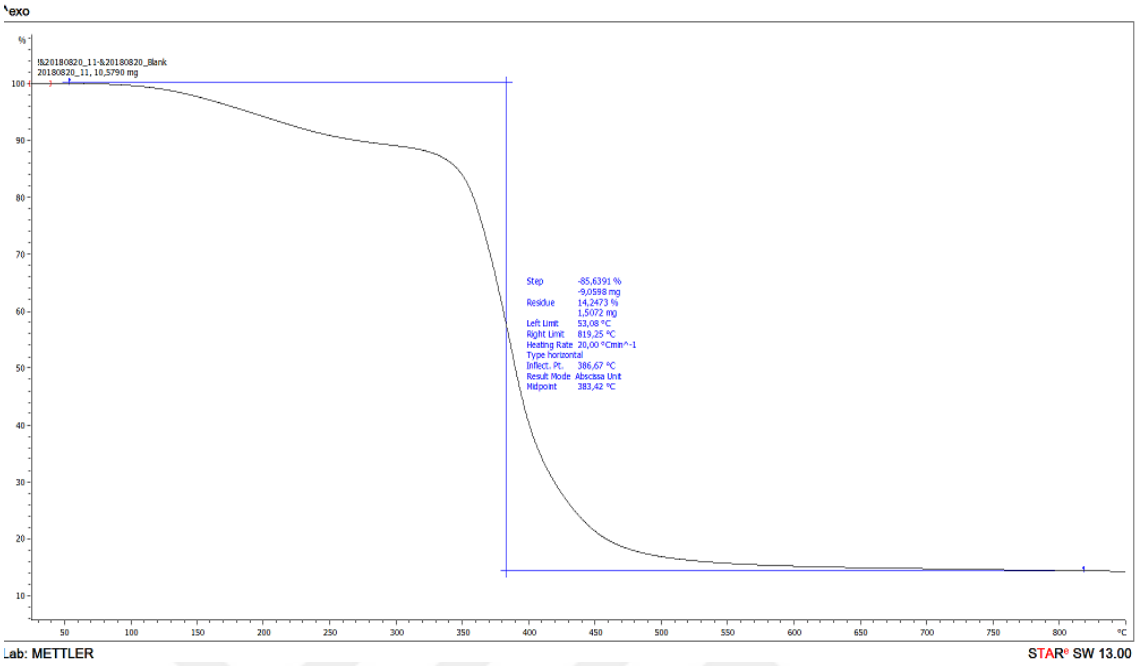
EK 9. %5 PGMA kaplı perlit kompozitinin TGA eğrisi



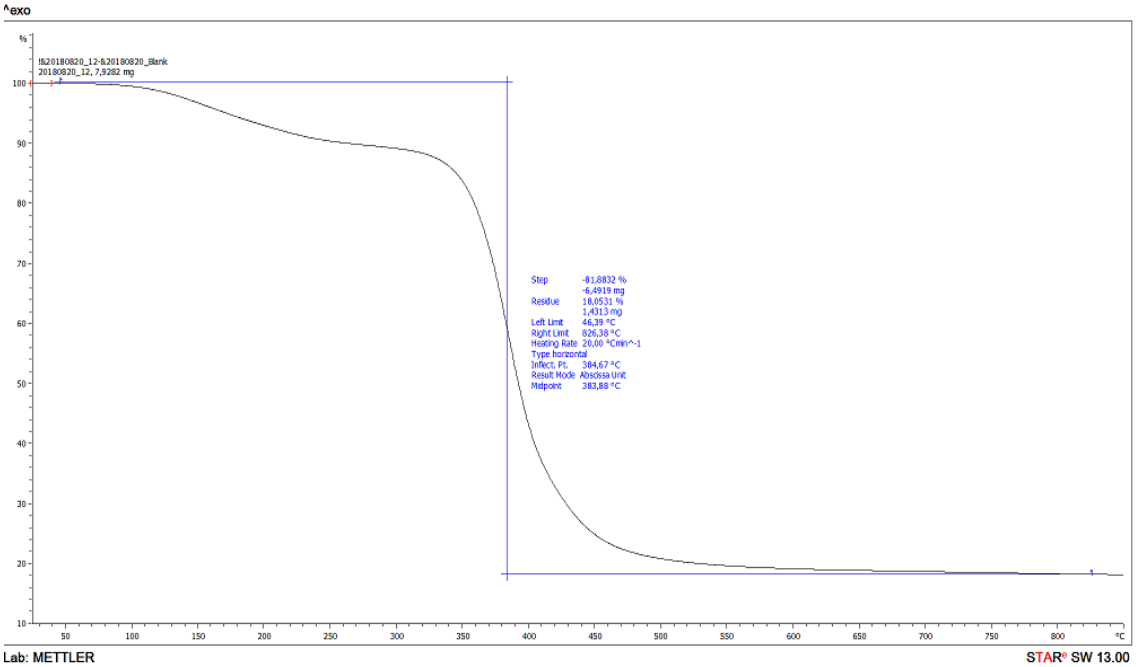
EK 10. %10 PGMA kaplı perlit kompozitinin TGA eğrisi



EK 11. %15 PGMA kaplı perlit kompozitinin TGA eğrisi



EK 12. %20 PGMA kaplı perlit kompozitinin TGA eğrisi



KAYNAKLAR

Ai, M. X., Cao, L. Q., Guo, X. Y. ve Zhao, X. L., 2012, Research on flame retarded of polyurethane rigid foam/expanded perlite thermal insulation composites, *Advanced Materials Research*, 133-138.

Akkaya, R., 2013, Effects of pH, concentration and temperature on radionuclides sorption onto polyhydroxyethyl methacrylate-expanded perlite composite, *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*, 295 (1), 351-355.

Alam, M., Singh, H., Brunner, S. ve Naziris, C., 2014, Experimental characterisation and evaluation of the thermo-physical properties of expanded perlite—fumed silica composite for effective vacuum insulation panel (VIP) core, *Energy Buildings*, 69, 442-450.

Allameh-Haery, H., Kisi, E. ve Fiedler, T., 2017, Novel cellular perlite–epoxy foams: Effect of density on mechanical properties, *Journal of Cellular Plastics*, 53 (4), 425-442.

Anonim, 2019, "Montmorillonit", Kaynak: http://www.turkcewiki.org/wiki/Montmorillonit, (Erişim tarihi: 02.04.2019).

Arifuzzaman, M. ve Kim, H. S., 2014, Development of new perlite/sodium silicate composites, *International Conference on Mechanical, Industrial and Energy Engineering (ICMIEE),* Khulna University of Engineering & Technology, Khulna, Bangladesh, 26-27.

Arsalani, N. ve Hayatifar, M., 2005, Preparation and characterization of novel conducting polyaniline–perlite composites, *Polymer International*, 54 (6), 933-938.

Binici, H., 2016, Atık mukavva, alçı, pomza, perlit, vermikülit ve zeolit ile yapılan kompozitlerin yangın direncinin araştırılması, *Çukurova Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Dergisi,* 31(1), 1-10.

Bora, M. Ö., Coban, O., Avcu, E., Fidan, S. ve Sınmazçelik, T., 2013, The effect of TiO_2 filler content on the mechanical, thermal, and tribological properties of TiO_2/PPS composites, *Polymer Composites*, 34 (10), 1591-1599.

Borah, M., Ganguli, J. N. ve Dutta, D. K., 2001, Intersalation reactions of trisdiimine metal complexes with montmorillonite clay: a new approach, *Journal of Colloid and Interface Science*, 233 (2), 171-179.

Budaiwi, I., Abdou, A. ve Al-Homoud, M., 2002, Variations of thermal conductivity of insulation materials under different operating temperatures: Impact on envelope-induced cooling load, *Journal of Architectural Engineering*, 8 (4), 125-132.

Bulut, M., Erkliğ, A. ve Doğan, N. F., 2017, On adhesive properties of perlite and sewage sludge ash with epoxy resin bonded single-strap repairs, *Materials Research Express*, 4 (8), 085302.

Bulut, M., Alsaadi, M. ve Erkliğ, A., 2018, Tensile and impact characterization of S-glass/epoxy composite laminates containing microscale borax, perlite, and sewage sludge ash particles, *Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering*, 40 (4), 199.

Burçak, E. ve Yalçın, S., 2016, Sepiyolitin özellikleri ve hayvan beslemede kullanılması, *Lalahan Hayvancılık Araştırma Enstitüsü Dergisi*, 56 (2), 78-86.

Can, G., 1992, Dünya'da ve Türkiye'de sepiyolitik kil, *Jeoloji Mühendisliği Dergisi*, 41, 166-170.

Castrillo, P., Olmos, D., Sue, H.-J. ve González-Benito, J., 2015, Mechanical characterization and fractographic study of epoxy–kaolin polymer nanocomposites, *Composite Structures*, 133, 70-76.

Chen, Y., Chia, J., Su, Z., Tay, T. ve Tan, V., 2013, Mechanical characterization of interfaces in epoxy-clay nanocomposites by molecular simulations, *Polymer*, 54 (2), 766-773.

de Almeida, J. M. F., Oliveria, É. S., do Nascimento Silva, I., de Souza, S. P. M. C. ve Fernandes, N. S., 2017, Adsorption of Erichrome Black T from aqueous solution onto expanded perlite modified with orthophenanthroline, *Revista Virtual de Química*, 9 (2), 502-513.

Dębska, B., Lichołai, L. ve Krasoń, J., 2017, Selected properties of epoxy mortars with perlite aggregate, *Journal of Ecological Engineering*, 18 (1), 246-255.

Devaraju, S., Vengatesan, M., Selvi, M., Song, J. ve Alagar, M., 2013, Hyperbranched polysiloxane-based diglycidyl ether of bisphenol a epoxy composite for low k dielectric application, *Polymer Composites*, 34 (6), 904-911.

Du, C. ve Yang, H., 2012, Investigation of the physicochemical aspects from natural kaolin to Al-MCM-41 mesoporous materials, *Journal of Colloid and Interface Science*, 369 (1), 216-222.

Erkan, İ., 2008, Reşadiye bentonitinin amin ile modifikasyonu ve epoksi bazlı nanokompozit malzeme üretimi, *Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Trabzon.

Giannouri, M., Kalampaliki, T., Todorova, N., Giannakopoulou, T., Boukos, N., Petrakis, D., Vaimakis, T. ve Trapalis, C., 2013, One-step synthesis of TiO_2/perlite composites by flame spray pyrolysis and their photocatalytic behavior, *International Journal of Photoenergy*, Article ID 729460, 1-8.

Gu, R., Sain, M. ve Kokta, B. V., 2015, Evaluation of wood composite additives in the mechanical property changes of PE blends, *Polymer Composites*, 36 (2), 287-293.

Guan, L. Z., Gong, L. X., Tang, L. C., Wu, L. B., Jiang, J. X. ve Lai, G. Q., 2015, Mechanical properties and fracture behaviors of epoxy composites with phase-separation formed liquid rubber and preformed powdered rubber nanoparticles: A comparative study, *Polymer Composites*, 36 (5), 785-799.

Gürsoy, M. ve Karaman, M., 2016, Hydrophobic coating of expanded perlite particles by plasma polymerization, *Chemical Engineering Journal*, 284, 343-350.

Irekti, A., 2011, Synthèse des matériaux composites à matrice thermodurciss-able et charge minérale, *Mémoire magister, Boumerdes*, 110, 49–53.

Kabra, S., Katara, S. ve Rani, A., 2013, Characterization and study of Turkish perlite, *International Journal of Innovative Research in Science, Engineering and Technology*, 2 (9), 4319-4325.

Karaipekli, A. ve Sarı, A., 2008, Capric–myristic acid/expanded perlite composite as form-stable phase change material for latent heat thermal energy storage, *Renewable Energy*, 33 (12), 2599-2605.

Karak, N., 2012, Vegetable oil-based polymers: properties, processing and applications, *Elsevier*, UK.

Kocaman, S. ve Ahmetli, G., 2016, A study of coating properties of biobased modified epoxy resin with different hardeners, *Progress in Organic Coatings*, 97, 53-64.

Kocaman, S., 2017, Biyobazlı polimer kompozitlerin hazırlanması ve karakterizasyonu, *Selçuk Üniversitesi Fen Bilimlari Enstitüsü*, Konya.

Kocaman, S., Karaman, M., Gursoy, M. ve Ahmetli, G., 2017, Chemical and plasma surface modification of lignocellulose coconut waste for the preparation of advanced biobased composite materials, *Carbohydrate Polymers*, 159, 48-57.

Kolancılar, H., 2013, Topraktan gelen katalizör: Montmorillonit, *Trakya University Journal of Natural Sciences*, 14 (1), 43-59.

Korçak, M., 2005, Seramik takviyeli çinko metal matrisli kompozit malzeme üretimi ve karakterizasyonu, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara.

Krzyzak, A., Kucharczyk, W., Gaska, J. ve Szczepaniak, R., 2018, Ablative test of composites with epoxy resin and expanded perlite, *Composite Structures*, 202, 978-987.

Kucharczyk, W., Dusiński, D., Żurowski, W. ve Gumiński, R., 2018, Effect of composition on ablative properties of epoxy composites modified with expanded perlite, *Composite Structures*, 183, 654-662.

Laouchedi, D., Bezzazi, B. ve Aribi, C., 2017, Elaboration and characterization of composite material based on epoxy resin and clay fillers, *Journal of Applied Research and Technology*, 15 (2), 190-204.

Madhup, M. K., Shah, N. K. ve Parekh, N. R., 2017, Investigation and improvement of abrasion resistance, water vapor barrier and anticorrosion properties of mixed clay epoxy nanocomposite coating, *Progress in Organic Coatings*, 102, 186-193.

MTA, 2019a, "Sepiyolit", Kaynak: http://www.mta.gov.tr/v3.0/bilgi-merkezi/sepiyolit, (Erişim tarihi: 02.04.2019).

MTA, 2019b, "Perlit", Kaynak: http://www.mta.gov.tr/v3.0/bilgi-merkezi/perlit, (Erişim tarihi: 02.04.2019).

Nielsen, L. ve Landel, R., 1994, Mechanical properties of polymers and composites, *Marcel Dekker*, Inc., New York.

Orhun, F., 2006, Lalapasa (Edirne) bentonitlerinin malzeme özelliklerinin incelenmesi ve rutubet kontrolünde kullanılabilirliginin arastırılması, *İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, İstanbul.

Palraj, S., Selvaraj, M., Maruthan, K. ve Rajagopal, G., 2015, Corrosion and wear resistance behavior of nano-silica epoxy composite coatings, *Progress in Organic Coatings*, 81, 132-139.

Panda, H., 2019, Epoxy resins technology handbook (Manufacturing process, synthesis, epoxy resin adhesives and epoxy coatings), *Asia Pacific Business Press Inc.*

Pati, P. R. ve Satapathy, A., 2015, Prediction and simulation of wear response of Linz–Donawitz (LD) slag filled glass–epoxy composites using neural computation, *Polymers for Advanced Technologies*, 26 (2), 121-127.

Pusz, S., Szeluga, U., Nagel, B., Czajkowska, S., Galina, H. ve Strzezik, J., 2015, The influence of structural order of anthracite fillers on the curing behavior, morphology, and dynamic mechanical thermal properties of epoxy composites, *Polymer Composites*, 36 (2), 336-347.

Raju, G. ve Kumarappa, S., 2011, Experimental study on mechanical properties of groundnut shell particle-reinforced epoxy composites, *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 30 (12), 1029-1037.

Rodriguez, M. V., Gonzalez, J. d. D. L. ve Munoz, M. B., 1994, Acid activation of a Spanish sepiolite: physico-chemical characterization, free silica content and surface area of products obtained, *Clay Minerals*, 29 (3), 361-367.

Rodriguez, J., Soria, F., Geronazzo, H. ve Destefanis, H., 2016, Modification and characterization of natural aluminosilicates, expanded perlite, and its application to immobilise ά– amylase from A. oryzae, *Journal of Molecular Catalysis B: Enzymatic*, 133, S259–S270.

Saba, N., Tahir, P. ve Jawaid, M., 2014, A review on potentiality of nano filler/natural fiber filled polymer hybrid composites, *Polymers*, 6 (8), 2247-2273.

Saiyad, M., Devashrayee, N. M. ve Mevada, R. K., 2014, Study the effect of dispersion of filler in polymer composite for radiation shielding, *Polymer Composites*, 35 (7), 1263-1266.

Samar, M. ve Saxena, S., 2016, Study of chemical and physical properties of perlite and its application in India, *International Journal of Science Technology and Management*, 5 (4), 70-80.

Sari, M. G., Ramezanzadeh, B., Pakdel, A. S. ve Shahbazi, M., 2016, A physico-mechanical investigation of a novel hyperbranched polymer-modified clay/epoxy nanocomposite coating, *Progress in Organic Coatings*, 99, 263-273.

Schweitzer, P. A., 2000, Mechanical and corrosion-resistant properties of plastics and elastomers, *CRC Press*, New York, USA.

Sharifi, M., Ebrahimi, M. ve Jafarifard, S., 2017, Preparation and characterization of a high performance powder coating based on epoxy/clay nanocomposite, *Progress in Organic Coatings*, 106, 69-76.

Sharma, B., Chhibber, R. ve Mehta, R., 2017, Curing studies and mechanical properties of glass fiber reinforced composites based on silanized clay minerals, *Applied Clay Science*, 138, 89-99.

Silva, A. A., Soares, B. G. ve Dahmouche, K., 2016, Organoclay-epoxy nanocomposites modified with polyacrylates: The effect of the clay mineral dispersion method, *Applied Clay Science*, 124, 46-53.

Soupionis, G. ve Zoumpoulakis, L., 2019, Manufacture and characterization of heat-resistant and heat-insulating new composites based on resol resin–carbon fibers–perlite for the built heritage protection, *Scanning*, 2019.

Soydal, U., Esen Marti, M., Kocaman, S. ve Ahmetli, G., 2018a, Evaluation of sugar mill lime waste in biobased epoxy composites, *Polymer Composites*, 39 (3), 924-935.

Soydal, U., Kocaman, S., Esen Marti, M. ve Ahmetli, G., 2018b, Study on the reuse of marble and andesite wastes in epoxy-based composites, *Polymer Composites*, 39 (9), 3081-3091.

Sun, D. ve Wang, L., 2015, Utilization of paraffin/expanded perlite materials to improve mechanical and thermal properties of cement mortar, *Construction and Building Materials*, 101, 791-796.

Van-Krevelen, D. W. ve Hoftyzer, P. J., 1976, Properties of polymers (2nd ed), *Elsevier*, New York, USA.

Wang, M., Fan, X., Thitsartarn, W. ve He, C., 2015, Rheological and mechanical properties of epoxy/clay nanocomposites with enhanced tensile and fracture toughnesses, *Polymer*, 58, 43-52.

Wei, T., Zheng, B., Liu, J., Gao, Y. ve Guo, W., 2014, Structures and thermal properties of fatty acid/expanded perlite composites as form-stable phase change materials, *Energy and Buildings*, 68, 587-592.

Xu, Y., Peng, H., Wang, X. ve Su, S., 2011, Comparative study of different polymerically-modified clays on curing reaction and thermal properties of epoxy resin, *Thermochimica Acta*, 516 (1-2), 13-18.

Yakınlar, O., 2011, Uçucu kül dolgulu alüminyum matrisli kompozit malzemelerin otomotiv sektöründe kullanımı, *Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, İstanbul.

Yanardağ, D., 2018, PECVD yöntemi ile polimerle kaplanmış grafen bazlı epoksi kompozit özelliklerinin incelenmesi, *Selçuk Üniversitesi Fen Bilimlari Enstitüsü*, Konya.

Yilmazer, S. ve Ozdeniz, M. B., 2005, The effect of moisture content on sound absorption of expanded perlite plates, *Building and Environment*, 40 (3), 311-318.

Yu, D., Kleemeier, M., Wu, G. M., Schartel, B., Liu, W. Q. ve Hartwig, A., 2011, A low melting organic-inorganic glass and its effect on flame retardancy of clay/epoxy composites, *Polymer*, 52 (10), 2120-2131.

Zaioncz, S., Silva, A. A., Sirqueira, A. S. ve Soares, B. G., 2007, Toughening of epoxy resin by methyl methacrylate/2- ethylhexyl acrylate copolymers: The effect of copolymer composition, *Macromolecular Materials and Engineering*, 292 (12), 1263-1270.

Zhang, Q., Tongamp, W. ve Saito, F., 2011, Mechanochemical synthesis of kaolin–KH_2PO_4 and kaolin–$NH_4H_2PO_4$ complexes for application as slow release fertilizer, *Powder Technology*, 212 (2), 354-358.

ÖZGEÇMİŞ

KİŞİSEL BİLGİLER

Adı Soyadı	**:**	Anıl Selami KARA
Uyruğu	**:**	T.C
Doğum Yeri ve Tarihi	**:**	KADIKÖY - 26.11.1992
Telefon	**:**	0555 842 7508
Faks	**:**	
e-mail	**:**	anil.kr@windowslive.com

EĞİTİM

Derece		**Adı, İlçe, İl**	**Bitirme Yılı**
Lise	:	**Çengelköy lisesi, Üsküdar, İstanbul**	**2010**
Üniversite	:	**Selçuk Üniversitesi, Selçuklu, Konya**	**2015**
Yüksek Lisans	:	**Selçuk Üniversitesi, Selçuklu, Konya**	**2019**

İŞ DENEYİMLERİ

Yıl	**Kurum**	**Görevi**

UZMANLIK ALANI: Kompozit Malzemeler

YABANCI DİLLER

İngilizce

YAYINLAR

Kara, A.S., Kocaman, S., Karaman, M., Gursoy, M., Ahmetli, G., 2017, "Preparation of Epoxy Composites Using Perlite as Filler", *International Conference on Engineering Technologies (ICENTE17)*, Poster Presentation, 7-9 December, Konya/Turkey. (YL Tezinden yapılmıştır)