KOCAELİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

KİMYA MÜHENDİSLİĞİ
ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

CAM ELYAF VE KARBON ELYAF TAKVİYELİ PA11/PBS KARIŞIMLARININ HAZIRLANMASI VE ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

SEVCAN GÖKÇEK

KOCAELİ 2023

KOCAELİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

KİMYA MÜHENDİSLİĞİ
ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

CAM ELYAF VE KARBON ELYAF TAKVİYELİ PA11/PBS KARIŞIMLARININ HAZIRLANMASI VE ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

SEVCAN GÖKÇEK

Prof. Dr. Ayşe AYTAÇ
Danışman, Kocaeli Üniversitesi **..……**
Doç. Dr. Mehmet KODAL
Jüri Üyesi, Kocaeli Üniversitesi **.....……**
Dr. Öğr. Üyesi İkrime ORKAN UÇAR
Jüri Üyesi, Düzce Üniversitesi **….……**

Tezin Savunulduğu Tarih: 23.01.2023

ETİK BEYAN VE ARAŞTIRMA FONU DESTEĞİ

Kocaeli Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmasında,

- Bu tezin bana ait, özgün bir çalışma olduğunu,
- Çalışmamın hazırlık, veri toplama, analiz ve bilgilerin sunumu olmak üzere tüm aşamalarında bilimsel etik ilke ve kurallara uygun davrandığımı,
- Bu çalışma kapsamında elde edilen tüm veri ve bilgiler için kaynak gösterdiğimi ve bu kaynaklara kaynakçada yer verdiğimi,
- Bu çalışmanın Kocaeli Üniversitesi'nin abone olduğu intihal yazılım program kullanılarak Fen Bilimleri Enstitüsü'nün belirlemiş olduğu ölçütlere uygun olduğunu,
- Kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapmadığımı,
- Tezin herhangi bir bölümünü bu üniversite veya başka bir üniversitede başka bir tez çalışması olarak sunmadığımı,

beyan ederim.

☐ Bu tez çalışmasının herhangi bir aşaması hiçbir kurum/kuruluş tarafından maddi desteği ile desteklenmemiştir.

☒ Bu tez çalışması kapsamında üretilen veri ve bilgiler Kocaeli Üniversitesi BAP Koordinasyon Birimi tarafından FYL-2022-2827 no'lu proje kapsamında maddi desteği alınarak gerçekleştirilmiştir.

Herhangi bir zamanda, çalışmamla ilgili yaptığım bu beyana aykırı bir durumun saptanması durumunda, ortaya çıkacak tüm ahlaki ve hukuki sonuçları kabul ettiğimi bildiririm.

Sevcan GÖKÇEK

YAYIMLAMA VE FİKRİ MÜLKİYET HAKLARI

Fen Bilimleri Enstitüsü tarafından onaylanan lisansüstü tezimin tamamını veya herhangi bir kısmını, basılı ve elektronik formatta arşivleme ve aşağıda belirtilen koşullarla kullanıma açma izninin Kocaeli Üniversitesi'ne verdiğimi beyan ederim. Bu izinle Üniversiteye verilen kullanım hakları dışındaki tüm fikri mülkiyet haklarım bende kalacak, tezimin tamamının ya da bir bölümünün gelecekteki çalışmalarda (makale, kitap, lisans ve patent vb.) kullanımı bana ait olacaktır.

Tezin kendi özgün çalışmam olduğunu, başkalarının haklarını ihlal etmediğimi ve tezimin tek yetkili sahibi olduğumu beyan ve taahhüt ederim. Tezimde yer alan telif hakkı bulunan ve sahiplerinden yazılı izin alınarak kullanılması zorunlu metinlerin yazılı izin alarak kullandığımı ve istenildiğinde suretlerini Üniversiteye teslim etmeyi taahhüt ederim.

Yükseköğretim kurulu tarafından yayınlanan "Lisansüstü Tezlerin Elektronik Ortamda Toplanması, Düzenlenmesi ve Erişime Açılmasına İlişkin Yönerge" kapsamında tezim aşağıda belirtilen koşullar haricinde YÖK Ulusal Tez Merkezi/ Kocaeli Üniversitesi Kütüphaneleri Açık Erişim Sisteminde erişime açılır.

☐ Enstitü yönetim kurulu kararı ile tezimin/projemin erişime açılması mezuniyet tarihinden itibaren 2 yıl ertelenmiştir.

☒ Enstitü yönetim kurulu gerekçeli kararı ile tezimin/projemin erişime açılması mezuniyet tarihinden itibaren 6 ay ertelenmiştir.

☐ Tezim/projem ile ilgili gizlilik kararı verilmemiştir.

Sevcan GÖKÇEK

ÖNSÖZ VE TEŞEKKÜR

Bu yüksek lisans tez çalışması kapsamında, eriyik harmanlama yöntemi ile üretilen cam elyaf (CE) ve karbon elyaf (KE) takviyeli, biyouyumlu ve biyobozunur PA11/PBS kompozit malzemelerinin, mekanik ve ısıl özelliklerinin iyileştirilmesi üzerine çalışılmıştır.

Yüksek lisans eğitimim süresince her anlamda bana yol gösteren ve yanımda olan, benden desteklerini hiç esirgemeden, bilgi ve tecrübeleriyle bana kazandırdığı her şey için çok kıymetli danışman hocam Prof. Dr. Ayşe AYTAÇ'a sonsuz minnet ve teşekkürlerimi sunarım.

Yüksek lisans tez çalışmamın gerçekleşmesinde, FYL-2022-2827'nolu proje kapsamında maddi anlamda destek sağlayan Kocaeli Üniversitesi BAP Koordinasyon Birimi'ne teşekkür ederim.

Tez çalışmalarıma başladığım andan itibaren bilgi ve deneyimlerini paylaşan, desteklerini hiç esirgemeyen ve vaktini ayırıp, her anlamda bana yardımcı olan Bedriye ÜÇPINAR DURMAZ'a teşekkür ederim.

Her anımda olduğu gibi en zor zamanımda da yanımda olan, sabır ve anlayışıyla bu süreçte beni motive eden sevgili İsmail DEMİRTAŞ'a teşekkür ederim.

Ve Canım Ailem..

Benim bugünlere gelmemde elinden gelenin fazlasını yapan, hiçbir fedakarlıklarını eksik etmeyen ve bu süreçte de en başından beri heyecanıma ortak olan, bana güç veren canım babam Maksut GÖKÇEK'e, canım annem Şenay GÖKÇEK'e sonsuz teşekkürlerimi borç bilirim.

Bu güne kadar hayatımın her anını paylaştığım, beni her konuda destekleyip bana güvenen ve bu zamanda da her an yanımda olan canım abim Okan GÖKÇEK'e ve can yarım, ikizim Volkan GÖKÇEK'e sonsuz teşekkürlerimi borç bilirim. İyi ki varsınız.

Ocak-2023 Sevcan GÖKÇEK

İÇİNDEKİLER

ETİK BEYAN VE ARAŞTIRMA FONU DESTEĞİ i
YAYIMLAMA VE FİKRİ MÜLKİYET HAKLARI ii
ÖNSÖZ VE TEŞEKKÜR iii
İÇİNDEKİLER iv
ŞEKİLLER DİZİNİ vi
TABLOLAR DİZİNİ viii
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ ix
ÖZET x
ABSTRACT xi
1. GİRİŞ 1
2. GENEL BİLGİLER 4
2.1. Polimer Karışımlar 4
2.2. Kompozit Malzemeler 5
2.2.2. Kompozit Malzemelerin Sınıflandırılması 6
2.2.2.1. Polimer Matrisli Kompozit Malzemeler 8
2.2.2.2. Elyaf Matrisli Kompozit Malzemeler 9
2.3. Biyobozunur Polimerler 11
2.4. Çalışmada Kullanılan Malzemeler 13
2.4.1. Poliamid 11 (PA 11) 13
2.4.2. Poli(bütilen süksinat) (PBS) 15
2.4.3. Cam Elyaf 17
2.4.4. Karbon Elyaf 20
2.5. Çalışmada Kullanılan Kompozit Malzemelerin Üretim Teknikleri 22
2.5.1. Ekstrüzyon İşlemi 22
2.5.2. Enjeksiyonla Kalıplama 24
2.6. Çalışmada Kullanılan Karakterizasyon Testleri 25
2.6.1. Çekme Testi 25
2.6.2. Reoloji Analizi 27
2.6.3. Termogravimetrik Analiz (TGA) 29
2.6.4. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) 30
2.6.5. Dinamik Mekanik Aanaliz (DMA) 33
2.6.6. Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektropisi (FTIR) 34
2.6.7. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) 35
3. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI 37
3.1. PA11/PBS Karışımları İle İlgili Yapılan Çalışmalar 37
3.2. Elyaf Takviyeli PA11 ve PBS İle İlgili Yapılan Çalışmalar 38
4. MALZEME VE YÖNTEM 42
4.1. Malzemeler 42
4.2. Yöntem 43
4.2.1. PA11/PBS Polimer Karışımlarının Üretilmesi 43
4.2.2. PA11/PBS/CE ve PA11/PBS/KE Kompozitlerinin Üretilmesi 45
4.3. Karakterizasyon Yöntemleri 46
4.3.1. Çekme Testi 46
4.3.2. Reoloji Analizi 47
4.3.3. Termogravimetrik Analiz (TGA) 48
4.3.4. Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC) 48

4.3.5. Dinamik Mekanik Analiz (DMA) 49
4.3.6. Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR) 50
4.3.7. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) 50
5. BULGULAR VE TARTIŞMA 51
5.1. PA11/PBS Polimer Karışımlarının Karakterizasyon Sonuçları 51
5.1.1. ÇekmeTesti Sonuçları 51
5.1.2. Reoloji Analiz Sonuçları 53
5.1.3. Termogravimetrik Analiz (TGA) Sonuçları 55
5.1.4. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Analiz Sonuçları 57
5.1.5. Dinamik Mekanik Analiz Sonuçları 58
5.1.6. FTIR Analiz Sonuçları 59
5.1.7. SEM Analiz Sonuçları 61
5.2. PA11/PBS/CE ve PA11/PBS/KE Kompozitlerinin Karakterizasyon Sonuçları 64
5.2.1. Çekme Testi Sonuçları 64
5.2.1.1. 80PA11/20PBS/CE ve 80PA11/20PBS/KE Kompozitlerinin Çekme Testi Sonuçları 64
5.2.1.2. 60PA11/40PBS/CE ve 60PA11/40PBS/KE Kompozitlerinin Çekme Testi Sonuçları 67
5.2.2. Reoloji Analiz Sonuçları 72
5.2.3. Termogravimetrik Analiz (TGA) Sonuçları 76
5.2.4. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Analiz Sonuçları 79
5.2.5. Dinamik Mekanik Analiz Sonuçları 80
5.2.6. FTIR Analiz Sonuçları 84
5.2.7. SEM Analiz Sonuçları 86
6. SONUÇLAR VE ÖNERİLER 89
KAYNAKLAR 93
EKLER 106
KİŞİSEL YAYIN VE ESERLER 109
ÖZGEÇMİŞ 110

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1. Biyobozunur polimerlerin sınıflandırılması 12
Şekil 2.2. PA11'in üretiminde kullanılan 11–aminoundekanoik asitin eldesi 14
Şekil 2.3. PA11'in moleküler yapısı 14
Şekil 2.4. PBS'nin moleküler yapısı 15
Şekil 2.5. PBS'nin aralıklı haftalardaki bozunması 16
Şekil 2.6. PBS filminin enzimatik bozunması 17
Şekil 2.7. Cam elyafın kimyasal yapısı 18
Şekil 2.8. Sürekli fitil cam elyaf görünümü 19
Şekil 2.9. Cam elyafın çeşitli sektörlerdeki uygulama alanları 20
Şekil 2.10. PAN bazlı karbon elyaf üretiminin akış şeması 21
Şekil 2.11. Karbon elyaf takviyeli polimer kompozitlerin kullanım alanları 22
Şekil 2.12. Ekstrüder cihazının şematik gösterimi 23
Şekil 2.13. Enjeksiyonla kalıplama cihazının bölümleri 24
Şekil 2.14. Çekme testi cihazının bileşenleri 25
Şekil 2.15. Çekme testinde kullanılan numune tipleri ile numunede meydana gelen kopma aşamaları 26
Şekil 2.16. Çekme test sonucu elde edilen gerilme – gerinim eğri 27
Şekil 2.17. Reometre cihazında iki plaka arasına yerleştirilen numunenin gösterimi 29
Şekil 2.18. TGA cihazının çalışma prensibini gösteren şematik diyagram 30
Şekil 2.19. DSC cihazının genel şemasının görünümü 31
Şekil 2.20. DSC'den elde edilen tipik bir termogram 31
Şekil 2.21. DSC'nin ısıl geçişlerini gösteren termogram 32
Şekil 2.22. Bir numuneye uygulanan gerinim ile numunede meydana gelen gerilim eğrileri 33
Şekil 2.23. Fourier dönüşümü kızılötesi spektrometredeki temel prensip 35
Şekil 2.24. SEM cihazı bileşenleri 36
Şekil 4.1. Çift vidalı ekstrüder cihazı 43
Şekil 4.2. Plastik enjeksiyon cihazı 44
Şekil 4.3. Plastik enjeksiyon makinesinde kullanılan kalıp 44
Şekil 4.4. Çekme testi için kullanılan cihaz 47
Şekil 4.5. Reometre cihazı 47
Şekil 4.6. TGA cihazı 48
Şekil 4.7. DSC analiz cihazı 48
Şekil 4.8. DMA testinde kullanılan cihazın görünümü 49
Şekil 4.9. FTIR cihazı 50
Şekil 5.1. Saf PA11, saf PBS ve PA11/PBS karışımlarının mak. çekme dayanımı değerleri 51
Şekil 5.2. Saf PA11, saf PBS ve PA11/PBS karışımlarının uzama değerleri 52
Şekil 5.3. Saf PA11, saf PBS ve PA11/PBS karışımlarının modül değerleri 52
Şekil 5.4. Saf PA11, saf PBS ve PA11/PBS karışımlarının kompleks viskozite değerleri 54
Şekil 5.5. Saf PA11, saf PBS ve PA11/PBS karışımlarının depo modülünün açısal frekansa karşı değişimi 54
Şekil 5.6. Saf PA11, saf PBS ve PA11/PBS karışımlarının kayıp modülünün açısal frekansa karşı değişimi 55

Şekil 5.7. Saf PA11, saf PBS ve PA11/PBS karışımlarının ısıl bozunma eğrisi 56
Şekil 5.8. Saf PA11, saf PBS ve PA11/PBS karışımlarının depo modülü eğrisi 58
Şekil 5.9. Saf PA11, saf PBS ve PA11/PBS karışımlarının kayıp modülü eğrisi 59
Şekil 5.10. Saf PA11, saf PBS ve PA11/PBS karışımlarının FTIR spektrumları grafiği 60
Şekil 5.11. Saf PA11, saf PBS ve PA11/PBS polimer karışımlarının SEM mikrografları (x1000-100 μm) 62
Şekil 5.12. 80PA11/20PBS ve 60PA11/40PBS karışımlarının SEM mikrografları (x5000-20 μm) 63
Şekil 5.13. 60PA11/40PBS karışımının boşluklu yapısını gösteren SEM mikrografı (x2500-40 μm) 63
Şekil 5.14. 80PA11/20PBS/CE kompozitlerinin mak. çekme dayanımı grafiği 64
Şekil 5.15. 80PA11/20PBS/KE kompozitlerinin mak. çekme dayanımı grafiği 65
Şekil 5.16. 80PA11/20PBS/CE kompozitlerinin uzama grafiği 66
Şekil 5.17. 80PA11/20PBS/KE kompozitlerinin uzama grafiği 66
Şekil 5.18. 60PA11/40PBS/CE kompozitlerinin mak. çekme dayanımı grafiği 68
Şekil 5.19. 60PA11/40PBS/KE kompozitlerinin mak. çekme dayanımı grafiği 68
Şekil 5.20. 60PA11/40PBS/CE kompozitlerinin uzama grafiği 69
Şekil 5.21. 60PA11/40PBS/KE kompozitlerinin uzama grafiği 70
Şekil 5.22. 60PA11/40PBS/CE kompozitlerinin modül grafiği 71
Şekil 5.23. 60PA11/40PBS/KE kompozitlerinin modül grafiği 71
Şekil 5.24. PA11/PBS/CE kompozitlerinin kompleks viskozite grafiği 73
Şekil 5.25. PA11/PBS/KE kompozitlerinin kompleks viskozite grafiği 73
Şekil 5.26. PA11/PBS/CE kompozitlerinin depolama modül eğrisi 74
Şekil 5.27. PA11/PBS/CE kompozitlerinin kayıp modül eğrisi 74
Şekil 5.28. PA11/PBS/KE kompozitlerinin depolama modül grafiği 75
Şekil 5.29. PA11/PBS/KE kompozitlerinin kayıp modül grafiği 76
Şekil 5.30. PA11/PBS/CE kompozitlerinin ısıl bozunma grafiği 77
Şekil 5.31. PA11/PBS/KE kompozitlerinin ısıl bozunma grafiği 78
Şekil 5.32. Saf PA11, saf PBS, matris ve kompozitlerin tan δ eğrisi 81
Şekil 5.33. PA11/PBS/CE kompozitlerinin depo modül eğrisi 82
Şekil 5.34. PA11/PBS/KE kompozitlerinin depo modül eğrisi 82
Şekil 5.35. PA11/PBS/CE kompozitlerinin kayıp modül eğrisi 83
Şekil 5.36. PA11/PBS/KE kompozitlerinin kayıp modül eğrisi 83
Şekil 5.37. PA11/PBS ve PA11/PBS/CE kompozitlerinin FTIR spektrumları grafiği 85
Şekil 5.38. PA11/PBS ve PA11/PBS/KE kompozitlerinin FTIR spektrumları grafiği 86
Şekil 5.39. PA11/PBS/CE ve PA11/PBS/KE kompozitlerinin SEM mikrografları (x500-200 μm) 87
Şekil 5.40. PA11/PBS/CE ve PA11/PBS/KE kompozitlerinin SEM mikrografları (x5000-20 μm) 88

TABLOLAR DİZİNİ

Tablo 2.1. Cam elyaf çeşitleri 18
Tablo 4.1. Deneysel çalışmada kullanılan malzemeler 42
Tablo 4.2. Üretilen karışımların % bileşimleri 45
Tablo 4.3. Hazırlanan kompozit numunelerinin bileşimleri 46
Tablo 5.1. PA11/PBS polimer karışımlarının TGA analiz verileri 56
Tablo 5.2. PA11/PBS polimer karışımlarının DSC analiz verileri 57
Tablo 5.3. PA11/PBS/CE kompozitlerinin TGA analiz verileri 77
Tablo 5.4. PA11/PBS/KE kompozitlerinin TGA analiz verileri 78
Tablo 5.5. PA11/PBS/CE ve PA11/PBS/KE kompozitlerinin DSC analiz verileri 80

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

E'	: Depo modül, (Pa)
E"	: Kayıp modül, (Pa)
T	: Sıcaklık, (˚C)
T_g	: Camsı geçiş sıcaklığı, (˚C)
T_c	: Kristalizasyon sıcaklığı, (˚C)
T_{cc}	: Soğuk kristalizasyon sıcaklığı, (˚C)
$T_{d,5}$	: Ağırlıkça %5'lik ısıl bozunma sıcaklığı (˚C)
$T_{d,50}$	: Ağırlıkça %50'lik ısıl bozunma sıcaklığı (˚C)
T_m	: Erime sıcaklığı
T_{mak}	: Maksimum sıcaklıktaki ısıl bozunma sıcaklığı (˚C)
Tan δ	: Sönümleme faktörü
X_c	: Kristalinite (%)
ω	: Polimerin kütle fraksiyonu
ΔH_m	: Erime entalpisi (J/g)
ΔH_{cc}	: Soğuk kristalizasyon entalpisi (J/g)
ΔH_m^*	: %100 kristalin yapıdaki polimerin erime entalpisi (J/g)

Kısaltmalar

PA11	: (Polyamide 11) (Poliamid 11)
CF	: (Carbon fiber) (Karbon Elyaf)
DMA	: Dinamical Mechanical Analysis (Dinamik Mekanik Analiz)
DSC	: Differential Scanning Calorimetry (Diferansiyel Taramalı Kalorimetri)
FTIR	: Fourier Transform Infrared Spectroscopy (Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi)
GF	: Glass Fiber (Cam Elyaf)
PBS	: Poly(butylene succinate) Poli(bütilen süksinat)
SEM	: Scanning Electron Microscopy (Taramalı Elektron Mikroskobu)
TGA	: Thermal Gravimetric Analysis (Termal Gravimetrik Analiz)

CAM ELYAF VE KARBON ELYAF TAKVİYELİ PA11/PBS KARIŞIMLARININ HAZIRLANMASI VE ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

ÖZET

Son yıllarda petrol kaynaklarının yetersiz olması ve plastiklerin oluşturduğu atıkların çevreye çok fazla zarar vermesi nedeniyle yenilenebilir kaynaklı olan, biyo-bazlı ve kısmen biyolojik olarak parçalanabilen biyopolimer bazlı kompozitlerin geliştirilmesi ve kullanılması oldukça önemlidir. Yüksek ısıl ve mekanik özelliklere sahip, biyo-bazlı ve biyolojik olarak parçalanan poli(bütilen süksinat) (PBS) ile kabul edilen çekme dayanımına sahip, yüksek ısıl kararlılığı ve darbe mukavemeti olan, biyo-bazlı poliamid 11 (PA11) harmanlanarak tamamen biyolojik bazlı ve kısmen biyobozunur yeni bir PA11/PBS karışımı elde edilir. Fakat PA11/PBS karışımının kullanım alanlarının artırılması için mekanik ve ısıl özelliklerinin geliştirilmesi gerekmektedir. Karışımın istenen özelliklerinin geliştirilmesi için yüksek performansa sahip cam elyaf (CE) ile karbon elyaf (KE) takviye malzemeleri kullanılmıştır. Ayrıca literatürde elyaf takviyeli PA11/PBS kompozitlerin üretilmesine dair bir çalışmaya rastlanılmamıştır. Bu yüksek lisans tez çalışmasında, CE ve KE takviyeli PA11/PBS (60/40 ag./ag.) kompozitlerin üretimi çift vidalı ekstrüzyon ve enjeksiyonlu kalıplama yöntemleri kullanılarak gerçekleştirilmiş ve hazırlanan kompozitlerin özellikleri incelenmiştir. PA11/PBS (60/40 ag./ag.) karışımına ağırlıkça %5-10-15-20 miktarlarında CE ve KE eklenmiştir. Hazırlanan kompozitlerin; çekme testi, reolojik analiz, termogravimetrik analiz (TGA), diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC), dinamik mekanik analiz (DMA), fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi (FTIR) ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) testleri ile özellikleri incelenmiştir. Elde edilen sonuçlardan hem CE'nin hem de KE'nin karışımın mekanik ve ısıl özelliklerini iyileştirdiği sonucuna varılmıştır. Genel olarak, KE eklenen kompozitler, CE eklenen kompozitere göre daha yüksek mekanik, ısıl ve daha iyi morfolojik özellikler sağlamıştır.

Anahtar Kelimeler: Cam Elyaf, Karbon Elyaf, Kompozit, PA11/PBS Karışım.

PREPARATION OF GLASS FIBER AND CARBON FIBER REINFORCED PA11/PBS BLENDS AND INVESTIGATION OF THE PROPERTIES

ABSTRACT

In recent years, it is very important to develop and use bio-based and biodegradable biopolymers-based composites of renewable orign, due to insufficient oil resources and a large amount of damage to the environment by the plastic wastes it creates. Bio-based and biodegradable poly(butylene succinate) (PBS) with high thermal and mechanical properties can be blended with bio-based polyamide 11 (PA11), which has accepted tensile strength, high thermal stability, and impact strength. Thus, a new PA11/PBS blend is obtained that is fully biobased and partially biodegradable. However, to increase the usage areas of the PA11/PBS blend, it is necessary to improve its mechanical, and thermal properties. High performance glass fiber (GF) and carbon fiber (CF) reinforcement materials were used to develop the desired properties of the blend. In addition, no study has been found in the literature on the production of fiber reinforced PA11/PBS composites. In this master thesis, the production of GF and CF reinforced PA11/PBS (60/40 wt./wt.) composites was carried out using twin screw extrusion and injection molding methods, and the properties of the prepared composites were investigated. GF and CF were added to the PA11/PBS (60/40 ag/ag.) blend in amounts of 5-10-15-20% by weight. Properties of these prepared composites were investigated by tensile test, rheological analysis, thermogravimetric analysis (TGA), differential scanning calorimetry (DSC), dynamic mechanical analysis (DMA), Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) and scanning electron microscope (SEM) tests. From the obtained results, it was concluded that both GF and CF improved the mechanical and thermal properties of the blend. Generally, CF added composites provided higher mechanical, thermal and morphological properties than GF added composites.

Keywords: Glass Fiber, Carbon Fiber, Composite, PA11/PBS Blend.

1. GİRİŞ

Polimer malzemelerin kullanımı, kolay işlenmeleri ve düşük maliyetleri nedeniyle endüstride giderek yaygınlaşmakta ve sıklıkla kullanılmaktadır. Dünya geneline bakıldığında, polimer malzemelerin kullanımları uzay sanayi, havacılık, inşaat, otomotiv ve ambalaj gibi birçok sektör alanında mevcuttur. Gün geçtikte kullanımları hızla artan bu polimerlerin tümü yenilebilir kaynaklardan üretilmemektedir ve doğada biyolojik olarak parçalanamazlar (Shen ve diğ., 2009). Yenilenebilir kaynaklardan üretilen polimerler biyo bazlıdır (Babu ve diğ., 2013). Son yıllarda petrol kaynaklarının sınırlı olması, iklim değişikliği nedeni, çevreye verdiği zararlar ve insan sağlığı farkındalığı ile yenilenebilir kaynaklardan üretilen (biyouyumlu) ve biyolojik olarak parçalanabilen polimerlerin kullanımına olan eğilim giderek artmıştır. (Siracusa ve Blanco, 2020; Pion ve diğ., 2014; Yu ve diğ., 2006)

Biyolojik olarak parçalanabilen ve biyouyumlu polimerlerin harmanlaması ile yeni biyomalzemeler elde edilebilmektedir. Bu tip polimerlerin potansiyel kullanım alanlarını artırmak ve yeni pazarlara girmek için bu polimerlerin özelliklerinin ve performans/maliyet oranlarının iyileştirilmesi gerekmektedir.

Kompozitler, farklı fiziksel veya kimyasal özelliklere sahip iki ya da daha fazla bileşene sahip malzemelerdir. Kompozit malzemeler; matris ve geliştirici özelliklere sahip takviye bileşenlerinden oluşur (Gu ve diğ., 2018). Kompozit yapmanın amacı, bileşenlerinin sağlayamadığı gelişmiş mekanik özelliklere sahip hafif bir malzeme üretmektir (Das ve diğ., 2019). Polimer kompozitler ülke çapında endüstride yaygın olarak kullanılmasına rağmen birçoğu biyolojik olarak parçalanamazlar ve kullanımdan sonra atıklarını bertaraf etmek çok zordur. Bu atıklar, dünya çapında bir çevre sorunu olarak kirliliğe sebep olur. Biyobozunur bir polimer matrisli kompozitin geliştirilmesi, çevre sorununu ortadan kaldırmaya yönelik bir çözümdür. Polimer kompozitler; biyobozunur matris ile elyaf katkılarının veya dolgu maddelerinin birleştirilmesiyle geliştirilebilir. (Flores ve diğ., 2009; Yashas Gowda ve diğ., 2018)

Kompozitler için güçlendirici takviye maddeleri olarak cam elyaf (CE), karbon elyaf (KE) ve bazı sentetik lifler kullanılabilir (Liu ve diğ., 2009). CE'ler takviye malzemesi olarak kullanıldığında, malzemelerin mekanik özelliklerinde önemli ölçüde artış

sağlarlar. Aynı zamanda sürünme direncini, kimyasal ve ısıl direnç ile boyutsal kararlılığı arttırırlar. (Rajak ve diğ., 2022). Saf KE ise; olağanüstü yüksek dayanım, sertlik, yüksek sıcaklık toleransı ile elektrik iletkenlik, iyi kimyasal direnç ve ısıl kararlılığa sahiptir. Mükemmel özelliklerinden dolayı CE ve KE'nin, kompozitlerde takviye malzemesi olarak kullanımları tercih edildiğinden, farklı endüstrilerde çok fazla uygulama alanları da bulunmaktadır. (Hassan ve diğ., 2020)

Poliamid 11 (PA11), hint yağından üretilen, ticari bir alifatik poliamid olan biyo-esaslı polimerdir (Martino ve diğ., 2014). PA11 biyobazlı ve biyouyumlu olmasına rağmen, biyolojik olarak parçalanamaz. Ancak bozunduğu zaman ekolojik etkiler açısından diğer petrol türevi poliamid ve polimerlere göre daha zararsızdır. Yaygın olarak kullanılan poliamidlerle karşılaştırıldığında PA11, mükemmel mekanik özellikleri, iyi biyouyumluluğu, düşük hidrofilikliği, iyi tuzlu su ve yağ direnci, mükemmel piezoelektrik ve kriyojenik özellikleri nedeniyle çok çeşitli alanlarda uygulaması bulunmaktadır. (Di Lorenzo ve diğ., 2019; Zhang ve diğ., 2006) Tüm bu özelliklerine rağmen PA11 biyolojik olarak parçalanamaz ve diğer petrol türevi ve biyo-esaslı plastik malzemelere göre nispeten daha pahalıdır. (Patel ve diğ., 2014)

PA11'in daha ucuz ve biyolojik olarak parçalanabilen polimerlerle karıştırılması, kullanım alanlarını artırabilir ve performans/maliyet oranlarını iyileştirebilir. Bu durumda PBS ile PA11'in harmanlanması uygun bir seçenek olarak karşımıza çıkmaktadır. PBS, PA11'e kıyasla daha yüksek modül ve esnekliğe sahip, daha ucuz, biyo-bazlı ve biyolojik olarak parçalanabilir bir biyopolimerdir (Di Lorenzo ve diğ., 2019; Sivanjineyulu ve diğ., 2018). Yenilenebilir kaynaklı olan, bütandiol ve süksinik asitin polimerizasyonu sonucu oluşan biyouyumlu PBS, mükemmel işleme yeteneklerine sahiptir (Lee ve Wang, 2006; Kim ve diğ., 2006). PA11-PBS karışımlarının hazırlanması ile maliyet düşerken, daha yüksek mekanik ve ısıl özelliklere sahip tamamen biyobazlı ve kısmen biyobozunur bir malzeme elde edilebilir.

Yüksek lisans tez çalışması kapsamındaki ana amaç: yenilebilir kaynaklardan elde edilen, biyobazlı ve kısmen biyobozunur polimer karışımlarının hazırlanması ve üretilen polimer matrisin özelliklerinin geliştirilmesi ile yeni kullanım alanlarının sağlanması için elyaf takviyeli polimer kompozit malzemelerin üretilmesidir. Bu yüksek lisans tez çalışması 2 ana bölümden oluşmaktadır.

İlk Bölüm: Biyo-uyumlu PA11 ile biyobazlı ve aynı zamanda biyobozunur olan PBS karışımları ekstrüzyon ve enjeksiyonla kalıplama yöntemi ile üretilmiştir. Üretimi yapılan karışımların; mekanik özelliklerini inceleyebilmek için Çekme Testi, akış ve viskoelastik özelliklerinin belirlenmesi için reolojik Analiz, ısıl özelliklerinin incelemesi için TGA ve DSC analizi, dinamik-mekanik özelliklerinin değerlendirilmesi için DMA, kimyasal yapı özelliklerin belirlenmesi için FTIR analizi ve yüzey özelliklerinin görüntülenmesi için SEM analizi yapılmıştır. PA11/PBS karışımlarının karakterizasyon test sonuçları değerlendirilerek, mekanik özellikleri en iyi olan 80PA11/20PBS polimer karışımı ile yüksek PBS içeriğinden dolayı biyobozunurluğun fazla olması için 60PA11/40PBS polimer karışımı ikinci bölüm için matris olarak seçilmiştir.

İkinci Bölüm: Bu bölümde ise literatür incelemesi sonucunda daha öncesinde çalışmamış olan, PA11/PBS polimer karışımının (ağırlıkça 80/20 veya 60/40) mekanik ve ısıl özelliklerinin daha da geliştirilmesi ve kullanım alanlarının artırılması için Cam Elyaf (CE) ve Karbon Elyaf (KE) takviyeli kompozitlerinin üretilmesi amaçlanmıştır. Karışımlar arasında sırasıyla en iyi mekanik özellik sergileyen 80/20 ve 60/40 bileşimindeki PA11/PBS karışımlarına, ağırlıkça farklı oranlarda (%5, 10, 15 ve 20) elyaf takviyesi yapılarak, polimer kompozitleri ekstrüzyon ve enjeksiyonla kalıplama yöntemi kullanılarak üretilmiştir. Elyaf takviyeli kompozitlere karakterizasyon testleri arasından çekme testi yapılmış ve sonuçlar incelenmiştir. Çekme testi sonuçlarına göre 60PA11/40PBS/CE ve 60PA11/40PBS/KE kompozitlerinin daha iyi mekanik özellikler sergilediği görülmüştür. Böylelikle tez çalışmasının 2. bölümünde 60/40 bileşimi; hem biyobozunurluğunun fazla olacağı düşünüldüğünden hem de elyaf takviyeli kompozitlerinin, 80/20 bileşimindeki elyaf takviyeli kompozitlere göre daha yüksek mekanik özellikler sergilemesinden dolayı polimer matris olarak seçilmiştir. Sonrasında kompozitler üretilmiş ve ilk bölümde uygulanan karakterizasyon testleri gerçekleştirilmiştir.

2. GENEL BİLGİLER

2.1. Polimer Karışımlar

Polimer karışımı, farklı fiziksel özelliklere sahip yeni bir malzeme oluşturmak için birlikte harmanlanmış iki veya daha fazla polimerin bir karışımıdır. Bir polimer karışımını hazırlarken amaçlanan bileşenlerin özelliklerini büyük ölçüde değiştirmek değildir. Karışımlar, ilgili birimlerin bileşimine ve viskoelastik özelliklerine bağlı olarak bir uyumlaştırıcı içerebilen ve fiziksel bir yöntemle harmanlanan iki veya daha fazla polimerden oluşurlar. Karışımın fiziksel özellikleri, her bir bileşenin oranına bağlı olarak ana polimerlerinkinden farklıdır. Karışımlardaki etkili özellik modifikasyonu, polimerlerin karışabilirliğine veya uyumluluğuna bağlıdır. (Toh ve diğ., 2021)

Polimer karışımları; karışabilen, karışmayan, uyumlu olan polimer karışımlar ve uyumlaştırılmış polimer karışımları olarak dört sınıfa ayrılırlar. Karışabilen (homojen) ve karışmayan (heterojen) karışımların iki ana tipi vardır. Karışabilir karışımlar, ilgili birimlere bağlı olan tek bir camsı geçiş sıcaklığı (T_g) gösterir ve tek fazlı bir yapı sergiler (Robeson, 2007). Karışabilen karışımlara örnek olarak poli(stiren)-poli(fenilen oksit) (PS–PPO) ve poli(stiren-akrilonitril)-poli(metil metakrilat) (SAN–PMMA) karışımı gösterilebilir. (Toh ve diğ., 2021)

Daha yaygın olan karışmayan (heterojen) karışımlar, büyük arayüz gerilimi nedeniyle faz ayrımına sahiptirler ve iki ya da daha fazla camsı geçiş sıcaklığı (T_g) sergilerler. Karışamaz polimer karışımlarının bileşenleri arasında zayıf yapışma görülür. Karışmayan karışımların bazı örnekleri, poli(propilen)–poli(stiren) (PP–PS) ve poli(propilen)–poli(etilen) (PP–PE)'dir. Genellikle birbiriyle karışmayan karışımların, performanslarını iyileştirmek için uyumlu hale getirilmesi gerekir. Uyumlulaştırıcılar, polimerler arasındaki ara yüzey yapışmasını arttırır, bu da karışımın mekanik özelliklerini geliştirir. (Toh ve diğ., 2021)

Karışamayan bir polimer karışımın özelliklerini genellikle polimer fazlarının arasındaki uyumluluk belirler (Jiang ve diğ., 1991). Polimer karışımlarının fazları aralarındaki ara yüzey gerilimi sıfıra yaklaştığında, karışım bileşenleri karışabilir hale gelirler. Bundan dolayı polimer karışımlar; karışabilir olmasını sağlayan ara yüzey gerilimi ile karakterize

edilirler. Aynı anlamda, fazlar arasında var olan güçlü etkileşimlerden dolayı polimer karışım doğrudan karışabilir hale gelir. Karışmayan bir polimer karışımına, ara yüzey ajanı olan uyumlaştırıcıların eklenmesi ile ara yüzey geriliminin azalması sağlanabilir. Ara yüzey ajanları genel olarak, karışım bileşenlerinin fazları arasında bulunan ara yüzey boyunca hizalanıp gerilimi azaltarak, karışımların uyumluluğunu arttırırlar. Böylelikle dağılan partikül boyutu küçülerek faz kararlılığı artar. Aynı zamanda mekanik özellikler de iyileşir. (Robeson, 2007)

2.2. Kompozit Malzemeler

Kompozit malzeme, genellikle kendisini oluşturan bileşenlerden farklı fiziksel ve kimyasal özelliklere sahip iki veya daha fazla bileşenin bir kombinasyonu olarak tanımlanır (Mazumdar, 2002). Başka bir deyişle kompozitler, malzemelerden birinin takviye fazı (lifler, levhalar veya parçacıklar) ve diğerinin matris fazı (polimer, metal veya seramik) olduğu iki veya daha fazla malzemenin kombinasyonlarıdır. Genel olarak yumuşak matris içinde güçlü ve sert bir takviyenin dağıtıldığı yapılardır. Takviye malzemeleri genellikle kompozitlerin yük taşıma kapasitesi ve dayanım özelliğinde rol alır. Matris ise plastik deformasyonda meydana gelebilecek çatlakların ilerlemesini engeller. (Saxena ve diğ., 2011)

Kompozit malzemelerin tarihi ilk çağlara kadar dayanmaktadır. İnsanlar kırılgan özelliğe sahip malzemelerin içerisine bitkisel/hayvansal lifler ekleyerek kırılganlık özelliğini ortadan kaldırmaya çalışmışlardır. Kerpicin dayanımını artırmak amacı ile üretim esnasında killi çamur içerisine sap, saman ve lifleri eklemiş ve dayanımı arttırdığını görmüşlerdir. İlk cam elyaf üretimi M.Ö. 1600 yıllarında eski Mısır'a kadar dayanmaktadır. II. Dünya Savaşı sırasında askeri alanlarda uygulanması için hafif, sağlam ve dayanımı yüksek ürünlerin keşfedilmesi ile kompozit malzemelerin çağı başlamıştır. 1960'lı yıllarda elyaf matrisli kompozitlerin kullanımı otomotiv parçalarında, sıvı tanklarında ve çatı levhaları gibi malzemelerin imalatında kullanılmıştır. Kompozit malzemelerin çok çeşitli türleri geliştirilmiştir ve bu ürünlerin günümüzde havacılık, enerji, gemicilik, otomotiv ve askeri sanayi gibi birçok sektörde uygulaması mevcuttur. (Zor, 2022)

Kompozit malzemeler üstün özelliklere sahip olduklarından çeşitli üstünlüklere sahiptirler ve bundan dolayı endüstride kullanımda çok fazla tercih edilirler. Kompozit malzemelerin sağladığı üstünlükleri arasında; yüksek mekanik özelliklere (çekme, darbe, eğilme) sahip olmaları, genleşme katsayıları az miktarda düşük olsa dahi rijitliklerinin yüksekliği ve yapılarının sağlam olmaları yer almaktadır. Bununla birlikte hafif olmaları, birçok kimyasala ve korozyona karşı yüksek direnç göstermeleri ve ısı dayanımları ile elektriksel özelliklerinin mükemmel olması da avantajları arasında yer almaktadır (Devaraju ve diğ., 2013). Kompozit malzemelerin kullanılan malzemeye göre üstünlüklerinin yanında bazı eksiklikleri de bulunmaktadır. Eksiklikleri arasında; üretilmeleri sırasında işlenme zorluklarının olması, kırılgan bir yapıya sahip olması ve aynı olan kompozit malzemeler için bile farklı dayanım özelliklerinin olması yer almaktadır (Raju ve diğ., 2012).

2.2.2. Kompozit Malzemelerin Sınıflandırılması

Kompozit malzemelerin genel bir şekilde sınıflandırılması yapılacak olursa; matris malzemesinin türüne göre ve takviye malzemesinin çeşidine göre iki şekilde sınıflandırılabilir. (Chung, 2010)

Kompozitler matris malzeme türüne göre; metal, seramik ve polimer olarak üç sınıfa ayrılmaktadır.

- Metal matrisli kompozitler: Bu kompozit türlerinin üretilmesinde, matris olarak kullanılan malzemeler metaller ve alaşımlarıdır. Özgül katsayılarının yüksek olması, aşınmaya karşı gösterdikleri direnç, yüksek dayanım ve sıcaklık dayanımının iyi olmasından dolayı otomotivde ve havacılıkta kullanımları çok fazladır (Xu ve Qu, 2015). Metal matrisli kompozitlerde en fazla tercih edilen matris malzemeleri arasında; Al, Mo, Mg, Ni, Ti alaşımları, Al/Si alaşımları, Cu/Mo alaşımları ve Zn alaşımları gibi birçok metal ve bunların alaşımları yer almaktadır. Bu matris malzemelerinin çok fazla tercih edilmesindeki etken, yüksek dayanıma, mükemmel aşınma direncine ve sünekliğe sahip olmalarıdır (Chung, 2010) Ayrıca metal matrisli kompozitlerle iyi bağ oluşturabilen takviye malzemeleri olarak; karbon, bor karbür (B_4C) ve silisyum karbürler (SiC) kullanılmaktadır. Bu takviye malzemeleri kompozit

malzemelere lifler şeklinde eklenerek, malzemenin çekme dayanımını ve elastik modülünü arttırabilirler. (Mazumdar, 2002)

- Seramik matrisli kompozitler: Seramik malzemeler yoğunluklarının az olması sebebiyle hafif malzemelerdir ve oksidasyona karşı yüksek direnç gösterdikleri için maksimum sıcaklıkta kullanılabilirler. Kırılgan bir yapıları olduğundan süneklikleri de azdır. Ayrıca rijit yapıdaki seramik malzemelerin toklukları düşük olduğundan genellikle liflerle takviye edilerek kullanılırlar. Bununla birlikte seramiklerin sağladıkları avantajlar arasında: elastik modülünün yüksekliği, elektriksel yalıtkınlıklarının iyi olması ve maksimum sıcaklıkta kullanılabilmeleri yer almaktadır. (Ha, 1991)
- Polimer matrisli kompozitler: Bu malzemelerin özellikleri arasında; hafiflik, iyi dayanım, yüksek ısıl kararlılık ile elektriksel özelliği, neme ve korozyona karşı iyi direnç dahil olmak üzere sinerjistik özelliklerinden dolayı çağdaş dünyada çok fazla tercih edilen malzemelerden biri olarak kabul edilir. Mevcut olan mükemmel özelliklerinden dolayı bu malzemeler; uçak bileşenlerinin ve uzay araçlarının, elektronik ürünlerin kaplamalarının ve spor malzemeleri gibi birçok ürünün üretiminde/imalatında yaygın olarak kullanılırlar. (Devaraju ve diğ., 2021)

Kompozit malzemeler bileşimlerinin şekline ve yapıda yerleştirilmesine göre; elyaflı, tabakalı, parçacıklı ve karma kompozitler olarak dört sınıfa ayrılırlar. (Hassani ve diğ.,

- Elyaf takviyeli kompozitler: Matris olarak genellikle reçinelerin kullanıldığı, takviye malzemesi olarak ise elyaf türlerinin kullanıldığı kompozit çeşididir. Matris bileşimi termoplastik ya da termoset olabilmektedir. Takviye edilen lifler ise; uzun, kısa kesilen lifler, dokuma kumaş gibi farklı çeşitlerdedirler. Çeşitli formdaki liflerin kompozit malzemedeki davranışı özelliklerin belirlenmesinde rol oynar. Polyesterlerin ucuz olması matris olarak kullanılmasında ilk sırada yer almasını sağlamaktadır. Lifler arasında kullanımı eski çağlara kadar dayanan cam elyaf, takviye elemanı olarak en çok tercih edilen elyaf türüdür. Elyaflı kompozitleri oluşturan bileşimlerin, moleküler yapıdaki boyutları farklıdır ve bu bileşim malzemelerini birbirinden ayırt etmede öncü ana ölçüt mekanik özellikleridir. (Vasiliev ve Morozov, 2001)

- Parçacık takviyeli kompozitler: Bu kompozitler, matrisin içerisinde bir malzemenin parçacıklı şekilde eklenmesi ile elde edilmektedirler. İzotrop yapıda olan parçacıklı kompozitlerin dayanımları parçacıkların rijitlik durumuna göre değişiklik göstermektedir. Parçaçıklar genellikle metal ve ametal malzemelerden oluşmaktadır. Yaygın bir şekilde kullanılan türü, parçacık olarak metallerin kullanıldığı kompozitlerdir. Metal parçacıkların kullanımdaki üstünlüğü, ısıl ve elektriksel iletkenliktir. Parçalıklı kompozitlerde matris ile parçacık malzemesi homojen bir karışım sergilemediği için, genellikle parçacıkların ilavesi ile kompozitlerin mekanik özellikleri düşmektedir. (Hassani ve diğ., 2022)
- Tabakalı kompozitler: Lamineli kompozitler olarakta adlandırılan bu kompozitler, birbirine yapıştırılan en az iki farklı malzemenin katmanından oluşurlar. Genellikle her bir tabakada matris ve matrise eklenen takviye malzemesi ya da liflerden oluşur. Tabakalı kompozitlerdeki katmanlar tek başına çok ince oldukları için yüksek mekanik özelliklere sahip olamazlar. Bundan dolayı laminasyon yöntemi ile tabakalar birleştirilerek yüksek mekanik özelliklere sahip malzemeler elde edilir. Lamine kompozitlere örnek olarak; bimetaller, laminasyonlu cam, kaplanmış metaller plastik bazlı laminatlar ve elyaflı laminatlar verilir. (Khan, 2019)
- Karma (Hibrit) kompozitler: Hibrit kompozitler terimi, gelişmiş mekanik özellikler gibi sinerjistik bir etki sağlamak için tek matriste güçlendirilmiş en az iki farklı tipte lif içeren bir kompoziti veya tek lifle güçlendirilmiş polimer karışımlarını ifade eder (Kalantari ve ark., 2004). Genel olarak liflerin her birinin var olan üstün özellikleri ile kompozit malzemenin özelliklerinin geliştirilmesi sağlanır. Bu kompozitler genellikle dengeli ısıl kararlılık, ağırlık/maliyet oranının azalması, dengeli güç ve sertlik, daha iyi yorulma direnci ile darbe direnci ve kırılma tokluğu sunmuştur. (Naheed ve Jawaid, 2017)

2.2.2.1. Polimer Matrisli Kompozit Malzemeler

Polimer matrisli kompozitler her zaman bilimsel, teknolojik toplulukların merakını uyandırmakta ve üstün mekanik nitelikleri, yani rijitlik ve yüksek özgül dayanımları sayesinde çok çeşitli mühendislik uygulamaları için en iyi seçenek olarak kabul edilmektedir. Ek olarak, bu malzemeler kullanışlı tasarım esnekliği ve diğer birçok malzemeye kıyasla nispeten daha iyi yorulma ve korozyon direnci sunar. Bu nedenle

bunlar, üstün mekanik özellikleri, ısıl dengesi, elektriksel iletkenlik, kimyasal kararlılık ve karşılaştırmalı imalat kolaylığı nedeniyle gelişmiş kompozit malzemeler olarak kabul edilmektedir. Sonuç olarak üreticiler, çeşitli endüstrilerde çok çeşitli uygulamalar için bu gelişmiş kompozitlere yönelmişlerdir. (Kangishwar ve diğ., 2022)

Polimer matrisli kompozitlerde matrisler kendi içinde iki ayrı şekilde sınıflandırılırlar. Bunlar gösterdikleri ısıl davranışa göre termoplastik ve termosetlerdir. (Singh ve diğ., 2020)

Termoplastikler, yarı kristal veya amorf halde bulunan doğrusal polimerlerdir. Kristallerin erime noktasının ötesinde veya camsı geçiş sıcaklığının ötesinde ısıtıldığında, termoplastikler serbest segmental hareket nedeniyle yapısını kaybeder, bu da daha esnek ve deforme olabilen bir yapıya yol açar, bu da basitçe ısıtma ve soğutma ile yeniden şekillendirme ve yeniden biçimlendirme olasılıkları ile sonuçlanır. (Kabir ve diğ., 2012)

Termosetler ise çapraz bağlı polimerlerdir ve kovalent kimyasal bağlar bozulmadığı sürece katı halde kalırlar. Petrol bazlı termoset polimerler; epoksi, polyester veya vinil ester reçineleri gibi oldukça yanıcıdır (Kabir ve diğ., 2012). Yaygın olarak kullanılan termosetler, elyaf bazlı kompozitler üretmek için epoksi, polyester, vinil ester ve fenol formaldehit içerir. (Naheed ve Jawaid., 2017). Termosetlerin görülen dezavantajları uygulamadaki kullanımlarını kısıtlamaktadır. Bu dezavantajlar arasında, kırılgan olmaları, kopmadaki uzama değerlerinin düşüklüğü ve uzun süren sertleşmeleri yer almaktadır. (Ding ve diğ., 2013)

Termoplastik polimerler sünek ve daha toktur, ancak termoset polimerlere kıyasla daha düşük sertlik ve dayanıma sahiptirler. Termoplastikler zayıf sürünme direncine sahiptir ve termosetlere göre solventlere karşı daha hassastır. (Naheed ve Jawaid., 2017)

2.2.2.2. Elyaf Matrisli Kompozit Malzemeler

Elyaf takviyeli kompozitler, bağlantılı oldukları matrislerine gömülü parçacıklardır. Bu kompozitlerin ilk amacı; daha yüksek elastik modül ile yüksek dayanıma sahip malzemelerin elde edilmesidir. Bununla birlikte, dayanımın yükselmesi, matristen liflere geçen uygulanan yük, lif-matris arasındaki ara yüzey bağı, bunların nispi yönlenmesi ve genel malzeme davranışlarını şemalandıran lifin doğasından etkilenir. Ayrıca liflerin

yönlenmesi, son uygulamalara bağlı olarak sürekli veya rastgele olabilir. Son yıllarda, kompozit teknolojisinin ortaya çıkışı, gelişmiş malzeme davranışları elde etmek için farklı üretim metodolojileri yoluyla farklı elyaf takviyeli kompozit sistemlerin geliştirilmesine yol açmıştır. (Prashanth ve diğ., 2017)

Elyaf takviyeli kompozitler askeri ve elektrik uygulamalarda ileri teknoloji ile yüksek kaliteli malzemeler olarak kullanım potansiyelleriyle bilinirler. Son yıllarda elyaf matrisli kompozit malzemelerin kullanımlarında çok fazla uygulama alanları vardır. Elyaf takviyeli malzemelerin ulaşım ve elektronik uygulamalarına ek olarak, bina ve inşaatların yapımında kullanılması için takviyeli plastikler üretilmiştir. Bu kompozitlerin ulaşımdaki başlıca uygulama alanlarından bazıları; otomotiv, havacılık, denizcilik ve diğer ilgili sektörlerdir. Enerji/elektronik sektöründe ise yüksek gerilim anahtarları, kriyostatlar, kuru transformatörler ve daha pek çok şeyin üretiminde kullanılmaktadır. Son zamanlarda, karbon elyaf takviyeli kompozitler roket nozulları gibi ileri teknik uygulamalar için de tercih edilmektedir. (Prashanth ve diğ., 2017)

Son zamanlarda kompozitlerde kullanılan lifler arasında en fazla tercih edilenler: kevlar (aramid) lifi, karbon lifi, cam lifi ve bor lifleridir. (Thomas ve diğ., 2016)

Kevlar'ın veya aromatik poliamid (aramid) ipliklerin oluşması para-fenilendiamin ve tereftaloil klorür kombinasyonu ile gerçekleşir. Aramid lifin yoğunluğu düşük, çekme dayanımı ve modülü yüksektir. Ayrıca ısıya dayanıklı organik bir liftir. Kevlar lifleri, maliyetli üretim süreci ve maliyetli özel ekipman nedeniyle oldukça pahalıdır. Kevlar, Kevlar 29, Kevlar 49 olmak üzere üç ana tipte bulunur. (Naheed ve Jawaid, 2017)

Karbon lifleri bütün takviye edici lifler arasında, en yüksek özgül modülü ve dayanımı sunmaktadır. Bununla birlikte karbon lifleri yüksek sıcaklıklarda dahi çekme mukavemetini koruma özelliğine sahiptir ve nemden bağımsızdır. Karbon lifler, cam ve diğer organik polimer liflere göre stres altında kolayca kırılmazlar. Ayrıca nispeten düşük ısıl genleşme katsayısı ile yüksek elektriksel ve ısıl iletkenlik özelliğine sahiptirler. Karbon liflerin bu karakteristik özellikleri; havacılık, elektronik ve otomobil sektörlerindeki uygulamalar için bu lifleri ideal kılmaktadır. (Prashanth ve diğ., 2017; Donnet ve diğ., 1998)

Cam lifi, termoset ve termoplastik matrisli malzemelerde yaygın olarak kullanılan lif çeşididir (Bhagat ve diğ., 2014). Cam lifler, Kevlar ve karbon liflerine kıyasla çok yönlü ve ucuz sentetik liflerdir. Farklı mineral oksitlerle birlikte yüksek oranda (% 50) silika içeriğine sahiptirler. Cam lifler; hafif, daha az kırılgan, daha az sert, son derece güçlü ve sağlam bir malzemedir. Bu özelliklerinden dolayı, kompozit endüstrisinde en fazla tercih edilen lif çeşididir. Cam lifi takviyeli polimer kompozitler, yüksek sertliğe gerek duyulmadığı zaman kullanılan malzemelerdir. (Naheed ve Jawaid, 2017)

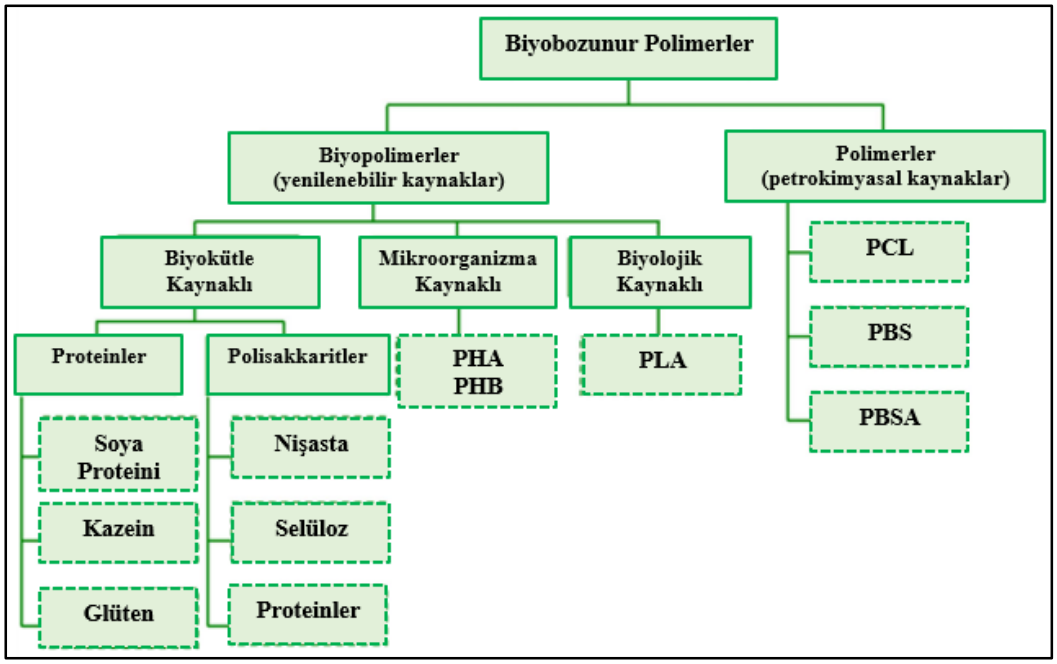
Bor lifleri 1959'da keşfedilmiş ve 1960'larda yüksek performanslı lifler olarak geliştirilmiştir. Kimyasal buhar biriktirme (Chemical vapor deposition-CVD) ile tek filamanlı reaktörlerde üretilen bor lifi, yüksek dayanım yüksek modül ve geniş çapın benzersiz bir kombinasyonunu sergiler. Borun yüksek sıcaklık kapasitesi, metal matrisli kompozitlerde kullanılmasını sağlamaktadır. Bor lifin kullanımının yaygınlaşmasının önündeki en büyük engellerden bir tanesi, diğer liflere göre de pahalı ve yüksek kırılganlığa sahip olmasıdır. (Thomas ve diğ., 2016)

2.3. Biyobozunur Polimerler

Mikrobiyal bozunmaya direnen plastik atıkların bertaraf edilmesindeki artan zorluklar nedeniyle ciddi çevresel sorunlar yaşanmaktadır. Petrol ve türevlerinden elde edilen polimer türlerinin karada veya kıyıda bertaraf edildikten sonra biyolojik olarak parçalanması son derece zordur ve bu nedenle değişen düzeylerde kirlilik (contamination) oluşturlar (Zhong ve diğ., 2020). Bu nedenle, araştırmacılar biyolojik olarak parçalanabilen, çevreyi kirletmeyen ve çevre dostu malzemeler üretmeye çalışmışlardır. Son zamanlarda, biyobozunur polimerler iyi biyo uyumluluk ve biyolojik olarak parçalanabilirlik özellikli, doğal ve sentetik kökenli olarak üretilmiştir. Biyolojik olarak parçalanabilen polimerler, toksik olmayan ve çevre dostu malzemelere dönüştüğü için büyük ilgi görmektedir. (Samir ve diğ., 2022)

Biyolojik olarak parçalanabilen polimerler Şekil 2.1'de gösterildiği gibi, elde edildikleri kaynak türüne ve belirtilen sentez süreçlerine göre farklı tiplerde sınıflandırılabilir. Bunlar doğrudan biyokütleden elde edilenler (proteinler ve polisakkaritler), biyokütleden elde edilen sentetik polimerler (polilaktik asit-PLA) veya petrokimyasal kaynaklı polimerler (polikaprolakton-PCL, polibütilen süksinat-PBS, polibütilen süksinat-ko-

adipat-PBSA) ile mikroorganizmalardan elde edilen polimerlerdir (polihidroksi alkanoat-PHA, polihidroksi bütirat-PHB). Biyopolimerler nişasta, selüloz, kitosan gibi çeşitli doğal kaynaklardan ve bitki-hayvan kaynaklı proteinlerden kaynaklanır. Bu doğal polimerler, yeşil özellikleri nedeniyle biyolojik olarak parçalanmayan, petrol bazlı ve sentetik polimerlerin yerini alabilecek ilgi çekici bir alternatiftir. (Zhong ve diğ., 2020)



Şekil 2.1. Biyobozunur polimerlerin sınıflandırılması (Zhong ve diğ., 2020)

Doğal kaynaklardan elde edilen biyobozunur polimerler; tüm organizmaların büyüme döngüleri sırasında doğada oluşan polimerlerdir ve bu nedenle doğal polimerler olarak da adlandırılırlar. Sentezleri genellikle, tipik olarak karmaşık metabolik süreçler yoluyla hücreler içinde üretilen aktif monomerlerin enzim katalizli, zincir büyüme polimerizasyon tepkimelerini içerirler (Shivam, 2016). Yenilenebilir kaynaklardan üretilen biyopolimerlerin üretimi için önemli kaynaklardan biri tarımsal atıklardır. Biyolojik olarak parçalanabilen bir polimer sentezinde tarımsal atığın hammadde olarak kullanılması hem biyobozunur polimerin üretim maliyetini hem de atık arıtma maliyetini azaltabilir. Tarımsal bitki atıklarından üretilen biyopolimerler: biyobozunurluk, biyo-işlevsellik, biyokararlılık ve biyouyumluluğa sahiptir. Biyomedikal uygulama alanlarında, Gıda paketlemesinde, elektrik elektronikte, araçlarda ve atık su arıtma gibi çeşitli uygulama alanlarında kullanılabilecek çok çeşitli mekanik ve kimyasal özelliklere sahiptirler. (Samir ve diğ., 2022)

Biyobozunma, ortamda bulunan mikroorganizmaların malzemeleri su, karbondioksit ve kompost gibi doğal maddelere dönüştürdüğü kimyasal bir süreç olarak açıklanabilir (Shivam ve diğ., 2016). Biyobozunur polimerler; bakteri ve mantar gibi mikroorganizmalara maruz kaldığında, fiziksel ve kimyasal özellikleri bozulan ve CO_2 (aerobik), H_2O (aerobik ve anaerobik süreçler) ile CH_4'e (anaerobik süreçler) dönüşüp biyolojik olarak tamamen bozunan polimerler olarak adlandırılabilirler (Babu ve diğ., 2013). Biyobozunur polimerler, hammaddelerin yenilenebilir olması, küresel ısınmaya yol açan karbondioksit emisyonlarının azaltılması ve biyolojik bozunma gibi çevresel faydalara sahiptir. Yenilenebilir kaynaklardan elde edilen polimerler; petrol kaynaklarının yetersiz olması, atıkların yakılmasında açığa çıkan karbondioksitin bir sonucu olarak plastik atıkların artması ve küresel ısınmanın oluşturduğu çevresel kaygılardan dolayı kullanımda tercih edilirler. (Karak, 2012)

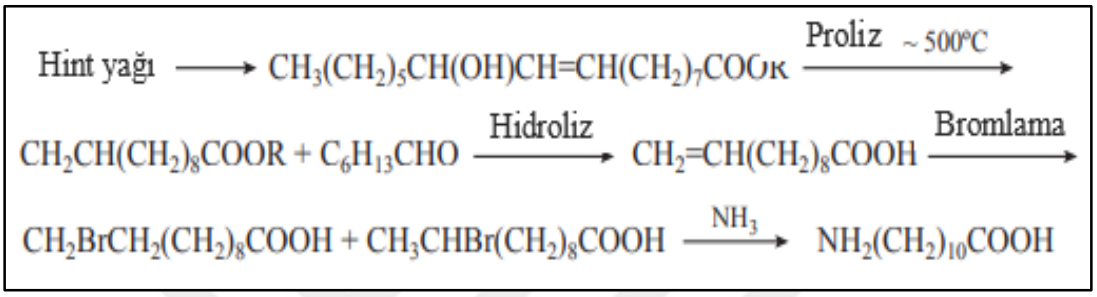
Biyoplastiklerin doğada kolayca bozunabileceği düşünülmektedir; ancak biyoplastiklerin tümü biyolojik olarak bozunamazlar (European Bioplastics, 2021). Biyolojik olarak bozunabilen biyopolimerlerin biyozunma sürecinde; sıcaklık, nem, toprak tipi ve topraktaki mikroorganizmalar önemli ana faktörlerdir. Biyolojik bozunma için en uygun koşulları ayarlamak uzun zaman alabilir (Bahl ve diğ., 2020). Ayrıca biyopolimerlerin bozunma süreçleri oldukça yavaştır. (Chen ve Patel, 2011)

2.4. Çalışmada Kullanılan Malzemeler

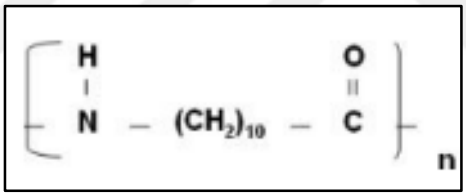
2.4.1. Poliamid 11 (PA 11)

Poliamid 11; yenilenebilir kaynaklı, yarı kristalin termoplastik biyobazlı olan ticari bir polimerdir. Günümüzde ticari olarak temin edilebilen biyo-bazlı poliamidlerin üretiminde hammadde olarak hintyağı kullanılmaktadır (Kuciel ve diğ., 2012). PA11'in üretilmesinde kullanılan monomer, hint yağının bir türevi olan 11-aminoundekanoik asittir (Heshmati, 2017; Herzog ve diğ., 2013). PA11'in elde edildiği bu amino asit için başlangıç noktası bitkisel ürün olan hint yağıdır. Hint yağı, uygun risinoleik asit esterini oluşturmak üzere, önce metanol veya etanol ile işleme tabi tutulur. Esterin yaklaşık 500 °C'de prolizi sonucu, heptil alkol, heptanoik asit ve heptaldehit gibi ürünlerle birlikte undesilenik asit esterinin oluşmasına yol açmaktadır. Daha sonra esterin hidrolizi ile undesilenik asit elde edilmektedir. Ortamdaki peroksit varlığında, asit ile HBr muamele

edilip, 10-izomer uzaklaştırılarak 11-aminoundekanoik asidin eldesi sağlanır. U-bromo türevi amonyak ile işlenerek, erime noktası 50 °C olan 11-aminoundekanoik asit elde edilir (Martino ve diğ., 2014). Şekil 2.2'de PA11'in üretilmesinde kullanılan 11-aminoundekanoik asit monomerinin elde edilme basamakları gösterilirken, Şekil 2.3'te ise PA11'in molekül yapısı verilmiştir. Poliamid 11; 11-aminoundekanoik asidin doğrudan polikondenzasyonu ile üretilmektedir. Tepkime, ikinci dereceden bir tepkime kinetiğini takip etmektedir. (Rulkens ve Koning, 2012)



Şekil 2.2. PA11'in üretiminde kullanılan 11–aminoundekanoik asitin eldesi (Martino ve diğ., 2014)



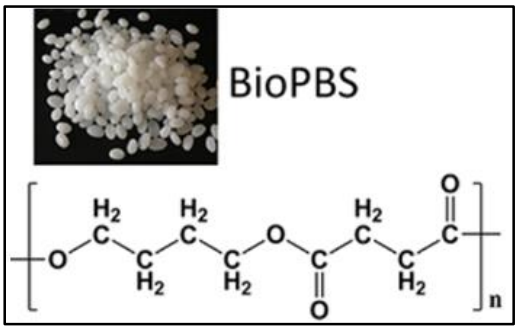
Şekil 2.3. PA11'in moleküler yapısı (Rulkens ve Koning, 2012)

Biyobazlı ve biyouyumlu olan PA11, mükemmel esnekliği (>%200), kabul edilebilir çekme dayanımı (25-45 MPa), olağanüstü boyutsal kararlılığı, yüksek darbe dayanımı (~7-12 kj/m^2) ve ısıl kararlılığı gibi olağanüstü özelliklere sahiptir. PA11 çözücülere, endüstriyel sıvılara, gazlara, yakıtlara ve yağlara karşı yüksek kimyasal dirence sahiptir. Üflemeli kalıplama, ekstrüzyon ve enjeksiyonla kalıplama yoluyla işlenebilmektedir (Heshmati, 2017; Patel ve diğ., 2014). PA11 omurgasında uzun hidrokarbon zincirlerinin bulunması nedeniyle PA 6 ve PA 66'nınkinden daha düşük nem tutma özelliğine sahiptir (Heshmati, 2017; Mukhopadhyay, 2009). Tüm bu özelliklerine rağmen, PA11 biyolojik olarak parçalanamaz ve diğer petrol türevi ve biyobazlı plastik malzemelere göre nispeten daha pahalıdır. (Renzi ve diğ., 2016; Patel ve diğ., 2014)

Yenilenebilir kaynaklardan üretilen PA11, biyobazlı ve biyouyumlu olmasına rağmen biyobozunur değildir. Ancak bozunduğunda çevreye vereceği zararlar bakımından, diğer petrol türevi poliamidlere ve polimerlere göre daha zararsızdır. Yaygın olarak kullanılan poliamidlerle karşılaştırıldığında PA11; biyo uyumluluğunun iyi olması, düşük hidrofilikliği, tuzlu su ve yağ direncinin yüksek olması ve mükemmel kriyojenik özellikleri nedeniyle çok çeşitli alanlarda uygulaması bulunmaktadır (Di Lorenzo ve diğ., 2019). Mükemmel piezoelektrik ve mekanik özelliklere sahip olan PA11, otomotiv sektöründen elektrik-elektronik uygulama alanlarına, gıda ambalajlarından denizcilikte uygulama alanlarına kadar çok çeşitli endüstriyel alanlarda kullanılan önemli bir ticari poliamiddir. Büyük ölçüde ısıl geçmişe bağlı olan, piezoelektrik ve ferroelektrik tepkilerle yakından ilişkili olan çoklu kristal biçimlerine de (polimorfizm) sahiptir. (Herzog ve diğ., 2013; Liu ve diğ., 2003)

2.4.2. Poli(bütilen süksinat) (PBS)

Poli(bütilen süksinat) (PBS); biyouyumlu ve biyolojik olarak parçalanabilen en önemli polimerlerden biridir. Ticari adı BİONELLE olan PBS, 1,4-bütandiol ve süksinik asidin polikondenzasyonu ile elde edilen, yarı kristalli alifatik termoplastik bir polyesterdir (Kim ve diğ., 2005; Flores ve diğ., 2009). PBS'nin kimyasal yapısı Şekil 2.4'te verilmiştir.



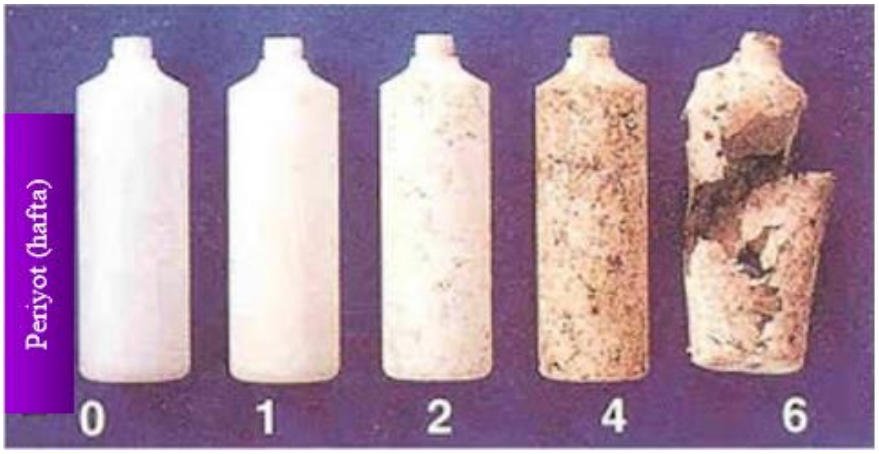
Şekil 2.4. PBS'nin moleküler yapısı (Gowman ve diğ., 2018)

PBS; iyi eriyik işlenebilirliğine, yüksek mekanik özelliklere ve yeniden işlenebilme kabiliyetine sahiptir. Ayrıca çevre dostu bir biyopolimer olup bozunduğunda çevreye zarar vermeyen ürünler oluşturmaktadır (Sivanjineyulu ve diğ., 2018; Rafiqah ve diğ., 2021). Çok çeşitli uygulamalarda kullanım potansiyeline sahiptir. PBS; tarımsal malç

filmleri veya gıda ambalajı filmleri, kaplama ve plastik levhalar için filmler üretmek üzere kullanılan biyobazlı plastiklerden biridir. (Hongsriphan ve diğ, 2021; Storz ve Vorlob, 2013)

Beyaz renkli olan termoplastik PBS, parlak bir görünüme sahiptir. Camsı geçiş sıcaklığı (T_g), - 45 °C derece ile -10 °C derece arasında düşük bir değere sahipken, erime noktası (T_m) 90 °C ile 120 °C derece arasındadır (Storz ve Vorlob, 2013). Ek olarak PBS; yüksek esnekliği, iyi ısıl ve kimyasal direncinden dolayı sentetik polimerlere bir alternatif olabilir. Sünekliği ve düşük erime noktası sayesinde de ekstrüzyon ve enjeksiyon kalıplama gibi geleneksel tekniklerle kolayca işlenebilmektedir (Yun ve diğ., 2016; Pivsa ve diğ., 2019). Diğer biyobozunur polimerlerle (PLA, PCL vs.) karşılaştırıldığında daha ucuzdur ve üretim maliyeti PA11'in üretim maliyetinin yarısı kadardır. (Kanemura ve diğ., 2012)

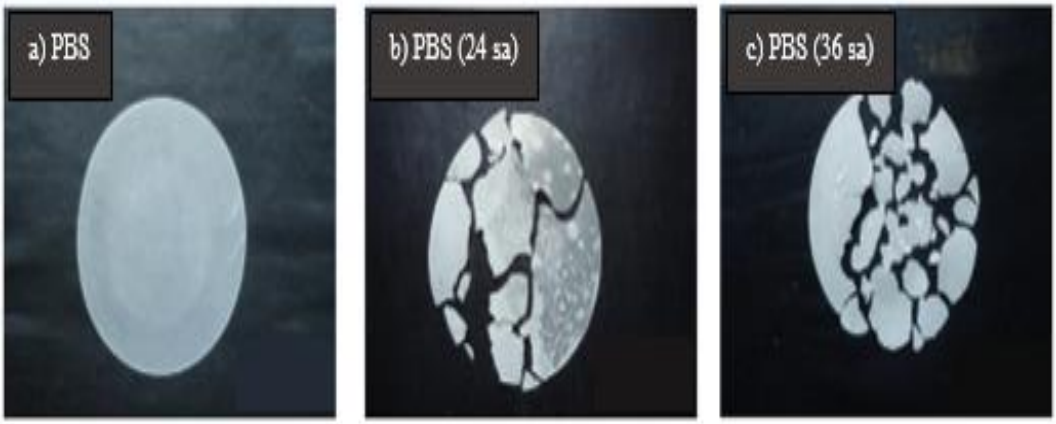
Belirli koşullar altında (toprak, ışık, ısı, su) doğal olarak ayrışan, tamamen biyolojik olarak bozunabilir bir makromoleküler polimer olan PBS; genellikle biyoplastik filmler, kutular, kozmetik şişeleri, elektronik parça ambalajları, plastik tabaklar ve tek kullanımlık tıbbi ürünlerin yapımında kullanılmaktadır (Ramirez Jr, 2009). Şekil 2.5'te PBS bazlı plastik şişenin aralıklı haftalardaki biyolojik bozunması gösterilmiştir.



Şekil 2.5. PBS'nin aralıklı haftalardaki bozunması (Ramirez Jr, 2009)

Biyobozunur termoplastiklere alternatif olarak tercih edilen PBS; biyomedikal, gıda, gübre ve atık kompostlama gibi endüstrilerde geniş uygulama alanlarına sahiptir. PBS'nin bozunması; nemli toprak, tatlı su, deniz suyu, aktif çamur ve kompost gibi doğal olan

çevresel ortamlarda gerçekleşir ve enzimatik veya hidrolitik yolla CO_2 ve H_2O dönüşürler. Bununla birlikte, PBS'nin bozunma hızı oldukça yavaştır. Yaklaşık olarak bozunma süreci birkaç hafta sürebilir ve doğal ortamlarda birikmesi muhtemeldir (Thirunavukarasu ve diğ., 2016). Şekil 2.6'da polimerik film olarak üretilen PBS'nin, farklı saat aralığındaki enzimatik (Cryptococcus sp'nin kısmen saflaştırılmış lipazı) bozunması gösterilmektedir.

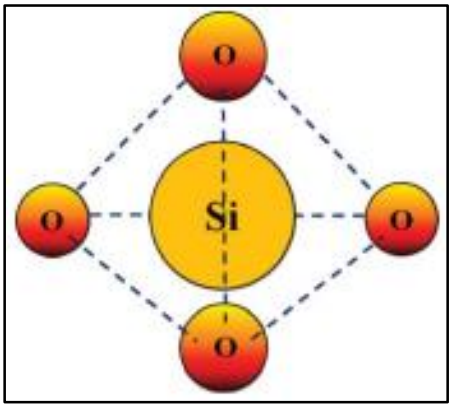


Şekil 2.6. PBS filminin enzimatik bozunması (Thirunavukarasu ve diğ., 2016)

2.4.3. Cam Elyaf

Cam elyaf (CE), hızla büyümekte olan elyaf takviyeli polimer kompozit sektörü uygulamalarında fazlaca kullanılan en yaygın takviye malzemeleri arasında yer almaktadır. Günümüzde CE ürünleri, son derece cazip olan performans-fiyat oranı sebebiyle, kompozit endüstrisinde kullanılan elyaf takviyelerinin % 95'inden fazlasını oluşturmaktadır. Kompozit takviye olarak nispeten düşük teknolojili imajlarına rağmen, cam liflerin üretimi, malzeme bilimi araştırma ve geliştirme alanındaki en son teknolojiye meydan okuyan gereksinimlerle çok karmaşık bir teknolojiye dönüşmüştür. (Thomason, 2019)

İlk takviye liflerinden biri olan CE'lerin ham madde kaynağı neredeyse sınırsızdır ve kolayca eriyiklerden üretilebilirler. Ham maddelerinden bazıları alümina, silika, bor oksit ve kalsiyum oksittir. CE'ler kısa menzilli ağ yapısına sahip, kristal olmayan bir malzemedir (Şekil 2.7). Son derece ince liflerden oluşurlar (Park ve Seo, 2011). İstenilen performans ve kullanım alanlarına göre tasarlanabilirler. (Cevahir, 2017; Markovicova ve diğ., 2015)



Şekil 2.7. Cam elyafın kimyasal yapısı (Park ve Seo, 2011)

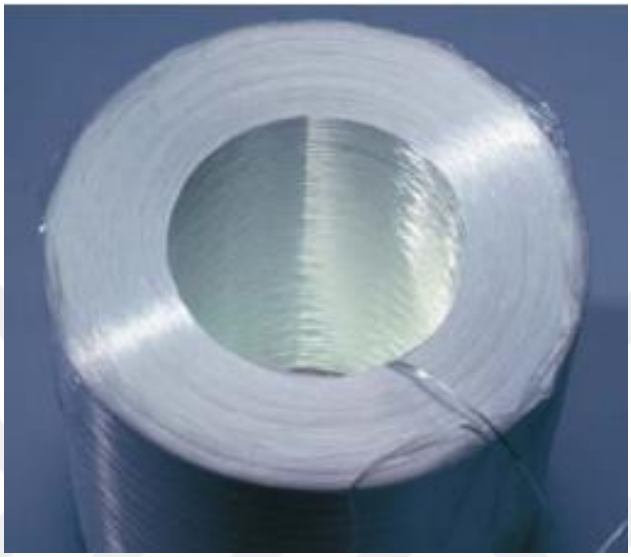
CE üretiminde, hammaddeler harmanlanır ve eritilmek üzere fırına aktarılır. Eriyik hale gelen cam bir kanaldan geçerken yavaşça soğur ve elyaf haline gelmeden önce daha fazla şartlandırılabileceği çoklu ön ocaklara gider. Her ön ocağın birden fazla şekillendirme pozisyonu vardır. CE, burçtan çıktıktan sonra hızla soğutulur, toplanır ve boyutları kaplanır. Daha sonrasında yüksek dayanımlı ve sürekli elyaf elde edilmesi için bir makaraya sarılma işlemi yapılır. (Stickel ve diğ., 2012)

CE'lerin üretilmesinde kullanılan birçok cam tipi vardır. Mevcut çok sayıda cam elyaf türü olmasına rağmen, gerilme dayanımı açısından en önemlileri Tablo 2.1'de listelenmiştir.

Tablo 2.1. Cam elyaf çeşitleri (Stickel ve diğ., 2012)

Cam Tipi	**Tanımı**
E	Elektrik uygulamaları için geliştirilmiş alümino-borosilikat cam ailesi olup cam liflerde yaygın olarak kullanılır.
E-CR	Korozyona dayanıklı E-cam; Mekanik özellikler iyidir ve maliyeti çok azdır.
R	E ve S arasında bir performansa sahip yüksek dayanımlı cam.
S	Magnezyum, alüminyum ve silikon oksitlerinden oluşan bir cam ailesi S-cam; yüksek dayanım ve modüle sahip, iyi ısıl ve korozyon performansı için geliştirilmiştir.

Cam liflerin farklı şekil ve formları vardır. Türlerine göre; kesikli elyaf, kıyılmış elyaf, sürekli fitiller, kumaşlar ve dokunmamış hasırlar olmak üzere çok çeşitli formları mevcuttur. Her iki formda da elyaf çekme işlemine kadar imalat süreci aynı yapılmaktadır (Zengin, 2020; Stickel ve diğ., 2012). Şekil 2.8'de CE türlerinden sürekli fitil cam elyafın görünümü örnek olarak verilmiştir.



Şekil 2.8. Sürekli fitil cam elyaf görünümü (Stickel ve diğ., 2012)

CE'ler silis kumu, kireçtaşı, borik asit ve içerdiği diğer bileşenlerin yaklaşık olarak 1200 °C'nin üzerinde bir sıcaklıkta eritilmesiyle üretilir. Elde edilen bileşime metalin bazı oksitleri eklenebilir. CE hafif, ucuz, yüksek dayanımlı ve çok dayanıklı bir malzemedir. CE, karbon elyafa (KE, carbon fiber-CF) göre daha düşük dayanıma sahiptir ve CF'lerden daha ucuzdur. CE'ler takviye malzemesi olarak kullanıldığında, malzemelerin mekanik özelliklerinin önemli ölçüde iyileşmesine yardımcı olurlar (Rajak ve diğ., 2022). Çekme dayanımı değerlerini, modülü, sürünme direncini, kimyasal ve ısıl direnç ile boyutsal kararlılığı arttırırlar. Tüm bu özelliklerinden dolayı CE'ler, kompozitlerde takviye malzemesi olarak kullanımda tercih edildiğinden, farklı endüstrilerde de çok fazla uygulama alanı mevcuttur. CE'nin en fazla kullanım alanı otomotiv endüstrisidir. Burada sağladığı avantaj; metal parçalara göre daha hafiflik ve yakıt verimliliğidir (Zengin, 2020). Şekil 2.9'da CE'nin çeşitli sektörlerde uygulama alanları gösterilmektedir.



Şekil 2.9. CE'nin çeşitli sektörlerdeki uygulama alanları (Rajak ve diğ., 2022)

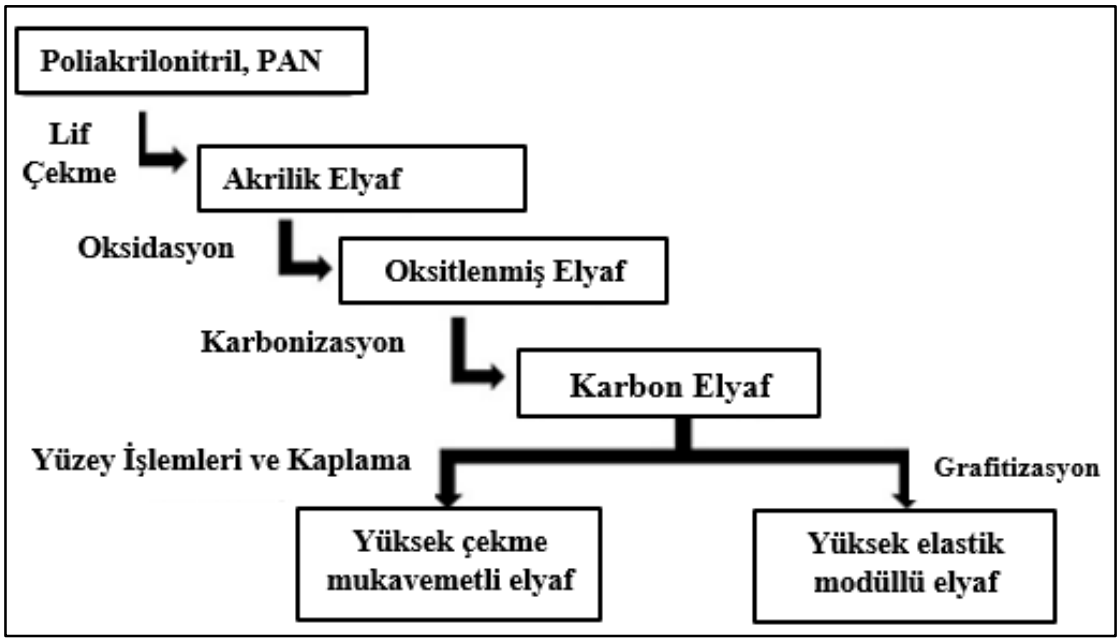
2.4.4. Karbon Elyaf

Karbon lifler (KE), içeriğinde en az %92 oranında karbon bulunan, 5-10 µm aralığında bir çapa sahip, ince lifli bir şekli olan ve yapısal olarak karbonlu atomlardan oluşan malzemelerdir. Kristal düzlem lif ekseni boyunca karbon atomları neredeyse paralel olacak şekilde birbirine bağlanmışlardır. Kristallerin bu paralel şekilde dizilimi, lifi diğer liflerden olağanüstü derecede daha güçlü kılmaktadır. 1960'lı yıllardan itibaren ticari olarak kullanımı başlayan KE'ler, günümüzde bilim ve teknoloji alanında halen en önemli endüstriyel malzemeler olarak yer almaktadır. (Das ve diğ., 2019; Hassan ve diğ., 2020)

Poliakrilonitril (PAN), rayon ve zift; KE üretiminde kullanılan ana öncüler arasında yer almaktadır. Rayon içerikli KE'lerin ilk üretimi 1964'te başlamıştır. Yüksek maliyete sahip olduğundan dolayı ilerleyen zamanlarda kullanımı azalmıştır. Zift içerikli karbon lifler, yüksek çekme modülü ve eksenel ısıl iletkenliği ile benzersiz özelliklere sahip

olduğu için KE üretiminde kullanılmaktadır. Fakat günümüz piyasasında, KE üretimindeki organik ana öncülerin yaklaşık olarak %96'sı PAN içeriklidir. Organik ana öncül olan PAN, daha yüksek çekme dayanımı değerine ve elastik modülüne sahiptir. (Newcomb, 2016)

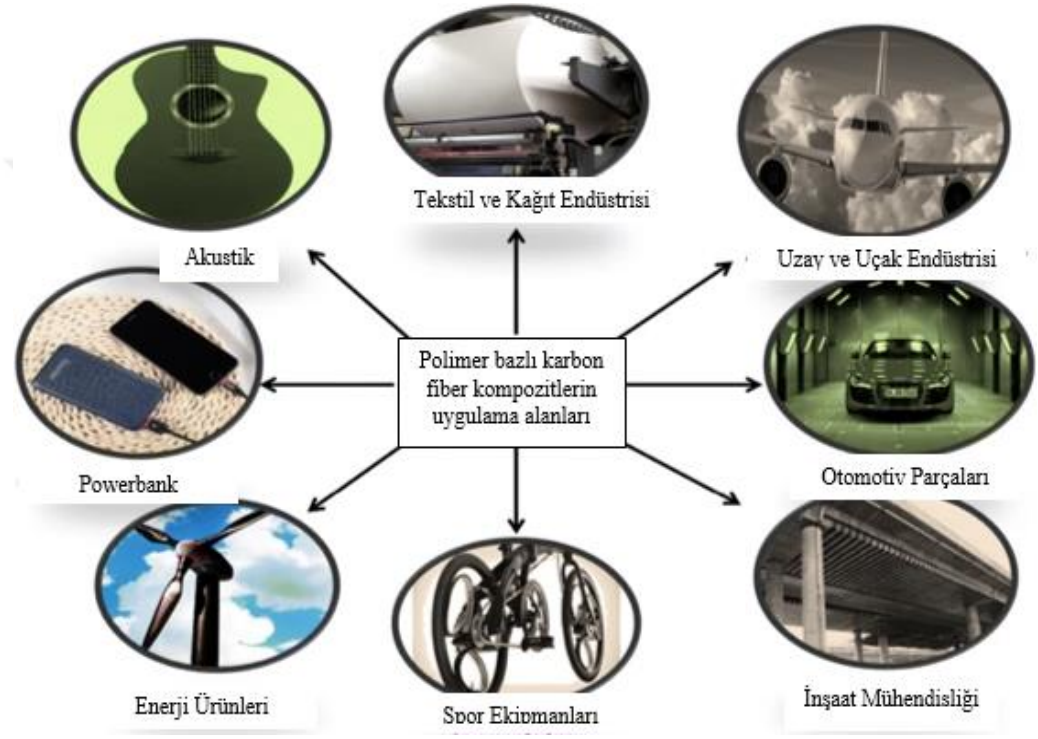
Genel olarak, PAN içerikli KE'lerin üretimi üç basamakta gerçekleşmektedir. İlk olarak polimerizasyon ve liflerin eldesi daha sonra oksidasyon ve karbonizasyon ve son olarak grafitizasyon işlemidir (Tanzi ve diğ., 2019). Şekil 2.10'da PAN içerikli KE'lerin üretim akış aşamaları gösterilmiştir.



Şekil 2.10. PAN bazlı KE üretiminin akış şeması (Tanzi ve diğ., 2019)

KE'nin üretiminde ilk olarak akrilonitrilin polimerizasyonu ile organik öncü olan PAN elde edilir. Daha sonrasında PAN'ın lifli bir forma dönüşümü eriyik, kuru ya da ıslak çekme yöntemi ile gerçekleştirilir. Bir sonraki oksidasyon aşamasında ısıl işlem (<300°C) uygulanarak lifli yapının kimyasal yapısı değiştirilir. Böylece elyafın sıcaklık dayanımının arttırılması sağlanır. Karbonizasyon işlemi ile inert bir gaz varlığında çok yüksek sıcaklıklara ısıtılarak (1500 °C'ye kadar) karbon dışı bütün atomlar uzaklaştırılır ve böylelikle KE elde edilmiş olur. İstenilen elyaf özelliklerine göre yüzey kaplama işlemi yapılır. (Tanzi ve diğ., 2019; Hassan ve diğ., 2020; Lee ve diğ., 2014)

Saf KE; olağanüstü yüksek dayanım, sertlik, yüksek sıcaklık toleransı, iyi kimyasal direnç ve ısıl kararlılığa sahiptir. Ayrıca yüksek elektriksel iletkenlik, ısıl iletkenlik ve düşük ısıl genleşme katsayısı gibi özellikleri ile de dikkat çekmektedir (Yang ve diğ., 2016). KE'ler, yüksek verimliliklerinden dolayı polimerler için takviye malzemesi olarak kullanılırlar. (Kausar, 2019). Sahip olduğu bütün bu üstün özelliklerinden dolayı endüstride çok fazla uygulama alanı mevcuttur (Hassan ve diğ., 2020). KE'nin endüstride yaygın olarak kullanıldığı alanlar Şekil 2.11'de gösterilmiştir.

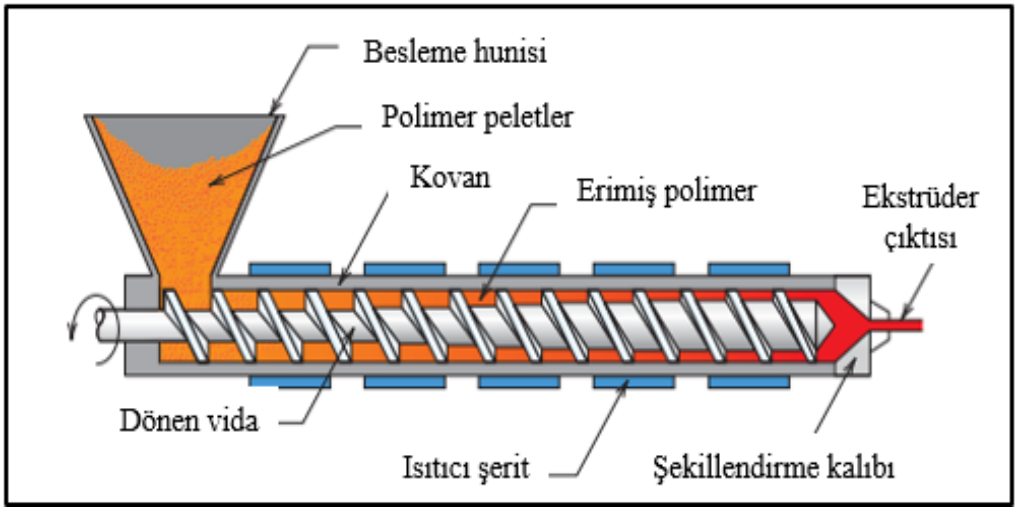


Şekil 2.11. KE takviyeli polimer kompozitlerin kullanım alanları (Das ve diğ., 2020)

2.5. Çalışmada Kullanılan Kompozit Malzemelerin Üretim Teknikleri

2.5.1. Ekstrüzyon İşlemi

Ekstrüzyon, basınç altında eritilmiş polimerin bir başlıktan akışa zorlanarak şekillendirilmesi işlemidir. Ekstrüzyon işlemi Şekil 2.12'de genel görünümü verilen ekstrüder cihazı kullanılarak yapılmaktadır. Ekstrüderler plastik, metal ve gıda işleme endüstrilerinde yaygın olarak kullanılan cihazlardır ve ekstrüzyon işlemlerinde kullanılırlar. Ekstrüzyonda kullanılan ekstrüder cihazı: besleme hunisi, ısıtıcıların ve vidaların yer aldığı bir kovan kısmından oluşmaktadır.



Şekil 2.12. Ekstrüder cihazının şematik gösterimi (Callister ve diğ., 2018)

Genellikle ekstrüder cihazlarında kullanım amaçlarına göre, ekstrüderin kovan kısmında tek vida ya da çift vida bulunmaktadır. Tek vidalı ekstrüder, en yaygın ekstrüder türüdür ve nispeten düşük yatırım maliyeti sunmaktadır ve polimer işlemede kullanılırlar. Çift vidalı ekstrüderler, katkı maddeleri ve dolgu maddeleri ile polimerler karışımlarını hazırlamak için kullanılmaktadır ve bu ekstüderlerden daha yüksek verim elde edilir. Endüstriyel uygulamalarda en çok tercih edilen ekstrüder tipi çift vidalı ekstrüderlerdir. (Marko ve diğ., 2020)

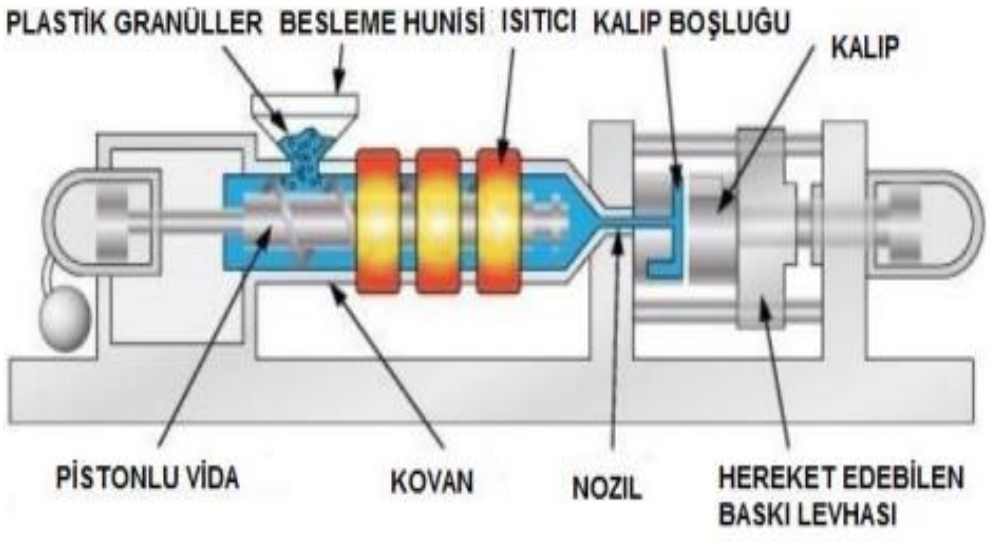
Bir ekstrüzyon kalıbının amacı, polimer eriyiği akış kanalında homojen olarak dağıtmaktır. Böylece malzeme kalıptan düzgün bir hız ve minimum basınç düşüşü ile çıkar. Hem tek vidalı hem de çift vidalı ekstrüzyonda, polimer akışında eriyik viskozitesini değiştirebilecek veya reçine bozulmasına yol açabilecek sıcak veya soğuk noktaları önlemek için kalıp yeterli ve düzgün ısıtılmalıdır. (Marko ve diğ., 2020)

Ekstrüzyon işleminde, malzemenin akış süreci dört basamaktan oluşur: ekstrüderin beslenmesi, eriyik malzemenin taşınması, kalıp içinden akış ve kalıptan çıkış ile sonraki işlemdir. Malzeme işleme sırasında eriyik haldeki malzeme; kesme kuvveti, basınç, soğutma hızı, şekillendirme ve kalma süresi ile şekillendirilebilir (Marko ve diğ., 2020; Wilczynski ve White, 2001). Ekstrüzyonda teorik olarak, belirli bir sıcaklık ve karıştırma hızında malzemeler ekstrüder cihazının besleme hunisinden beslenir. İstenilen süre kadar karıştırma işleminden sonra, belirli bir basınçta malzeme kalıba doğru aktarılır. Kalıptan çıkan malzeme, kalıbın şekline göre şekillendirilerek soğutulur.

2.5.2. Enjeksiyonla Kalıplama

Enjeksiyon kalıplama, eriyik hale gelen termoplastik malzemelerin yüksek basınç uygulanarak istenilen şekilde kalıplanması ile elde edilmesi yöntemidir. Tüm plastiklere uygulanabilen bir işlem olmakla beraber plastik enjeksiyonla kalıplamada da en çok tercih edilen yöntemdir (Kayı, 2006). Her malzemenin enjeksiyon sıcaklığı, enjeksiyon basıncı, akış hızı, kalıp sıcaklığı, püskürtme sıcaklığı, soğutma hızı ve döngü süresi gibi karmaşık bir dizi parametresinin belirlenmesi gereklidir. (Kale ve diğ., 2021)

Enjeksiyonla kalıplama cihazının bölümleri Şekil 2.13'ten de görüldüğü gibidir. Cihaz malzemelerin beslendiği bir besleme hunisi, ısıtıcının ve vidanın bulunduğu bir kovan ve kalıp ile hareket eden baskı levhasının bulunduğu sıkıştırma kısmından oluşmaktadır. Kalıplamada, toz ya da granül halinde olan malzemeler besleme hunisinden beslenerek ısıtılır. Daha sonra eriyik hale gelen malzeme karışımı basınç uygulanarak pistonlu vidalar aracılığı ile kalıba itilerek kalıp doldurulur. Kalıbın şeklini alan ürün soğutulur ve kalıp açılarak şekillendirilen ürün kalıptan çıkartılır. (Koppens, 1991)



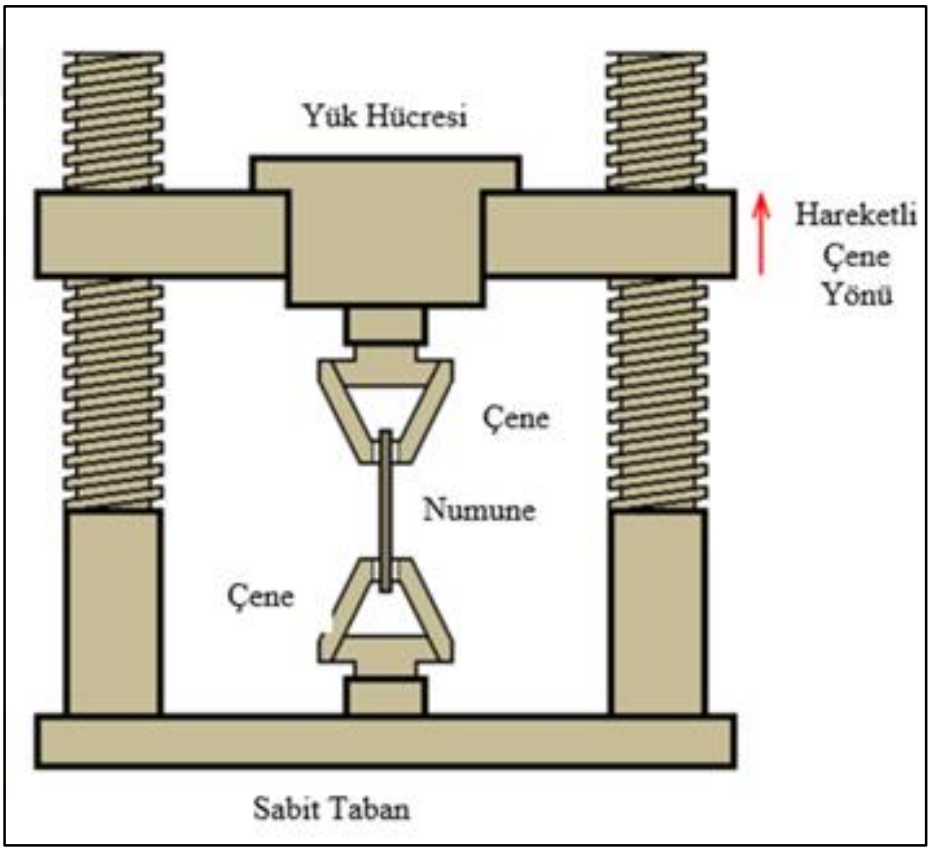
Şekil 2.13. Enjeksiyonla kalıplama cihazının bölümleri (Kodal, 2014)

Enjeksiyon kalıplama cihazını etkileyen parametreler: beslenen malzeme miktarı, pistona uygulanan basınç ve pistonun hızı, ısıtıcı ile meme ucunun sıcaklığı, kalıbın sıcaklığı, kalıp kapanma ile açık kalma süresi ve kalıbın kenetlenme kuvveti şeklinde sıralanabilir. (Koppens, 1991)

2.6. Çalışmada Kullanılan Karakterizasyon Testleri

2.6.1. Çekme Testi

Çekme testi, malzemelerin mekanik özelliklerinin belirlenmesinde ve mekanik davranışları hakkında bilgi edinmek amacıyla yapılmaktadır. Malzeme; belirli bir hız ve sabit sıcaklıkta tek yönlü germe yükü altında kopuncaya kadar çekildiğinde malzemenin çeşitli mekanik davranışları hakkında birçok bilgi edinilebilir. (Davis, 2004). Çekme testleri genellikle evrensel test cihazları kullanılarak gerçekleştirilmektedir. Şekil 2.14'te tipik bir çekme cihazının bileşenleri gösterilmiştir.



Şekil 2.14. Çekme testi cihazının bileşenleri (Sy, 2015)

Çekme testi cihazının temel bileşenleri; deney numunesinin bağlandığı ve aşağı-yukarı doğru hareket edebilen alt-üst olmak üzere iki adet çene, çenelerden biri sabit iken diğerinin hareket edebilmesi için kuvvet verilen ve bu büyüklüğü ölçebilen ünitelerden oluşmaktadır. (Sy, 2015)

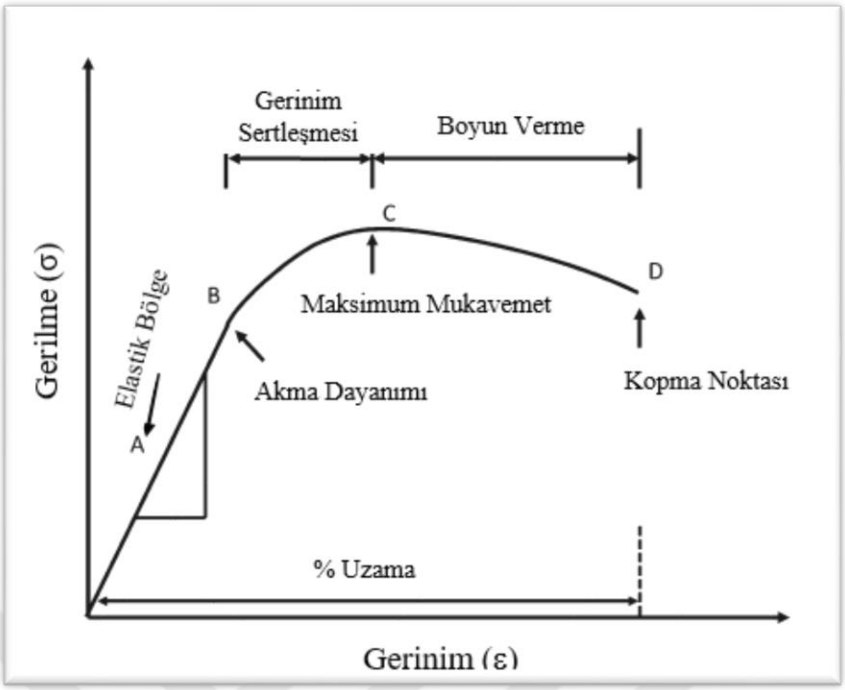
Şekil 2.15’te çekme testinde kullanılan numune tipleri ile test sonrasında malzemede meydana gelen kopma aşamaları gösterilmektedir.



Şekil 2.15. Çekme testinde kullanılan numune tipleri ile numunede meydana gelen kopma aşamaları (URL-1)

Çekme testi yapılacak cihaza öncesinde bir kuvvet ve sabit bir hız (mm/dk) tanımlanır. Sonrasında, boyutları belli olan numune iki tarafından da test cihazının alt-üst çenesine sıkıştırılır. Cihaza tanımlı olan değişken kuvvet numuneye uygulanır ve çene yukarı veya aşağı yönde hareket ederek numuneyi çeker ya da sıkıştırır. Çekme kuvvetine maruz kalan numune önce uzama davranışı gösterir. Maksimum yük uygulandığında numune uzaya bileceği kadar uzar ve artık bu yüke dayanamayıp bir noktadan sonra kopar. Çekme testinden elde edilen ana sonuç, mühendislik gerilim ve uzaması arasındaki ilişkiyi sağlayan bir gerilim-gerinim eğrisidir. (Farhat H., 2021)

Bu eğrilerden malzemenin elastik modülü ve çekme dayanımı (kopmada ve akmada) hakkında bilgi edinilir. Elastik modülü, gerilme-gerinim eğrisinin elastik bölgedeki eğiminden bulunmaktadır. Eğrinin altındaki alan malzemenin kopmadan önce absorbe ettiği maksimum enerjiyi yani dayanıklılığını (tokluk) göstermektedir. Çekme testi eğrisinden aynı zamanda, çekme gerilimi, yüzde kopma uzaması, maksimum yükteki kopma uzaması ve malzemenin sünekliği hakkında da bilgi edinilebilir. (Saba ve diğ, 2019)



Şekil 2.16. Çekme test sonucu elde edilen gerilme – gerinim eğrisi (Lim ve Hoag, 2013)

Gerilme- gerinim eğrisinden (Şekil 2.16) görüldüğü üzere, başlangıç kısmından akma dayanımı kısmına kadar olan yer elastik bölge olarak adlandırılmaktadır. Elastik bölgede, numuneye bir kuvvet uygulandığında herhangi bir kalıcı deformasyon meydana gelmez. Numuneye uygulanan kuvvet ortadan kaldırıldığı zaman, numune eski haline geri döner. Gerilim miktarı arttıkça elastik bölgeden plastik bölgeye geçiş olur ve burada numunede kalıcı olan plastik deformasyon meydana gelir. Numuneye yüklenildikçe malzeme akma dayanımı gösterir. Bu noktadaki deformasyon miktarı çok fazla olduğundan numune gerinim sertleşmesine uğrayarak maksimum dayanıma ulaşır. Daha sonrasında numunenin kesit alanında daralmalar başladığından boyun verdiği görülür. Fazla miktarda yük alabilecek hale gelen numunenin kesit alanında daralma olduğundan taşıyabileceği yük miktarı azalır ve numune dayanamayıp kopar. (Lim ve Hoag, 2013)

2.6.2. Reoloji Analizi

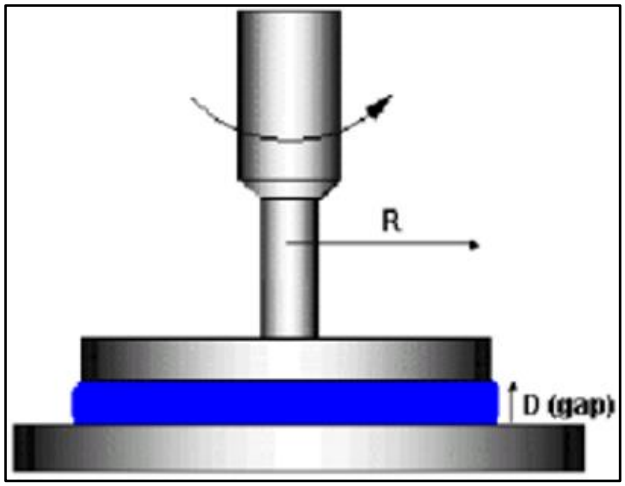
Reoloji, malzemenin akışını ve deformasyonunu inceleyen bilim dalı olarak tanımlanabilir. Moleküler ağırlığı düşük olan sıvılar için reoloji, viskozite ölçümünü içermektedir. Bu tür sıvılarda viskozite, sıcaklığa ve hidrostatik basınca bağlıdır. Yüksek moleküler ağırlıklı sıvıların reolojisi ise saf ya da katkılıyken, polimerik sıvılar için ideal

olmayan bir davranış gösterdiğinden karmaşıktır. Polimerik sıvılar, kompleks kayma viskozite davranışına sahip olmalarının yanında, kaymada eşit olmayan normal gerilmeler ve uzamada belirgin bir çekme viskozitesi gibi elastik özellikler göstermektedirler (Gupta, 2000). Genel olarak viskozite, polimer moleküler zincirlerinin hareketi sırasında iç sürtünmeyi yenmesi için gereken enerjiyi ifade etmektedir. Moleküller arası güçlü etkileşimler, moleküler çapraz bağlanma ve moleküler karışma gibi bazı faktörler viskoziteyi yükseltebilir. Polimer kompozitler eriyikler, bir kuvvete maruz kaldığında, üretilen deformasyon elastik ve viskoz deformasyon olarak iki kısma ayrılabilir. Depo modül, stres kaldırıldığında tamamen tersinir elastik deformasyon ile ilgiliyken, kayıp modül ise, uygulanan stres kaldırıldığında eski haline dönemeyen viskoz deformasyona bağlıdır. (Song ve diğ., 2016)

Polimer reolojisinin anlaşılması; malzeme, doğru bir tasarım ve işleme seçiminin yanı sıra verimli bir üretim için gereklidir. Malzemelerin reoloji özelliklerini birkaç faktör etkilemektedir: (1) moleküler yapısı, zincir dallanması ve konfigürasyonu gibi, ortalama molekül ağırlığı ve moleküler ağırlık dağılımı; (2) sıcaklık, basınç, deformasyon hızı gibi süreç parametreleri; (3) dolgu maddeleri ile diğer katkı maddelerinin eklenmesi (Magalhães da Silva ve diğ., 2016). Ek olarak, deformasyon hızının sabit olduğu durumlarda bile, gerilmelerin zamana bağlı olduğu görülmüştür.

Reoloji polimerler ve polimer kompozitleri için çok fazla önemlidir. Bunun sebebi; malzemelerin işlenip ve üretilmesinde akış yer aldığından polimerlerin işlenmesinde stres seviyesini belirlemektedir. Polimerlerin üretilebilmesi için süreç tasarlamasında mekanik özellikler dikkate alınmaktadır. Polimerin mekanik davranışı, reolojik davranıştan etkilendiğinden dolayı bu polimer reolojisini incelemede önemli bir nedendir. (Gupta, 2000)

Rotasyonel reometre, reoloji araştırmalarında en sık kullanılan reometredir. Bu reometreler, viskozimetre temel alınarak geliştirilmiştir. Temel olarak, bir dönme reometresi, gerilim, gerinim, gerilim hızı, modül ve viskoziteye dönüştürülen ve kaydedilen torku, açısal hızı ve açısal yer değiştirmeyi kontrol eder veya ölçer (Wang ve diğ., 2019). Paralel plaka sistemli dönen bir reometrenin genel yapısı ve iki plaka arasına yerleştirilen örneğin görünümü Şekil 2.17'de gösterilmektedir.



Şekil 2.17. Reometre cihazında iki plaka arasına yerleştirilen numunenin gösterimi (Mukhopadhyay ve Jang, 2009)

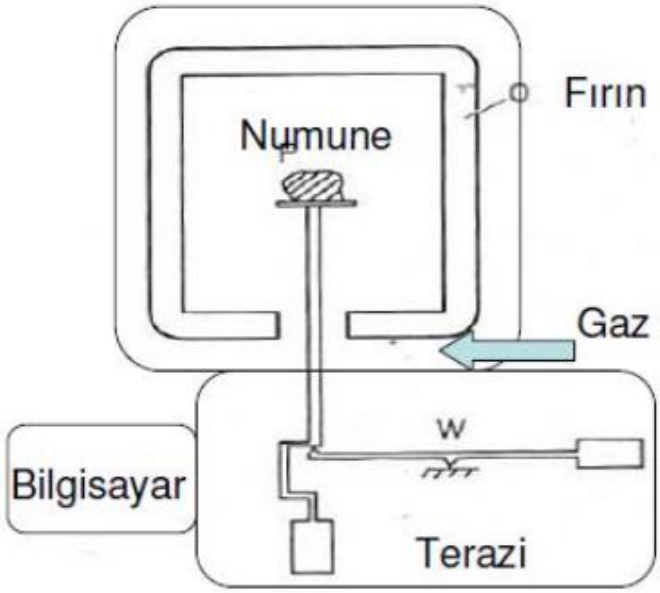
Bu tür bir reometre, değiştirilebilir ölçüm geometrisine sahiptir. Ayrıca salınım modunda bir numunenin viskoelastik özelliklerini doğru bir şekilde ölçebilir. Reometre analiz yapılmadan önce, biri sabit diğeri hareketli olan iki adet plakadan sabit olana numune yerleştirilir. Motor, tork uygulayarak hareketli plakayı dönmeye zorlar. Numune, dönme veya salınım modunu takip eder (Wang ve diğ., 2019). Numunenin kayma gerilimi ve gerinimi, üst plaka salınırken ölçülür. (Mukhopadhyay ve Jang, 2009)

2.6.3. Termogravimetrik Analiz (TGA)

Termogravimetrik analiz (TGA), kontrollü bir atmosfer ortamında ve kontrollü artan sıcaklıkla birlikte malzemenin kütlesinde meydana gelecek değişimi sıcaklığa ve/veya zamana bağlı olarak ölçen bir tekniktir. Analiz sonucunda kütlenin sıcaklığa karşı çizildiği grafiğe termogram denilmektedir. Nicel veya nitel analizlerde kullanılmaktadır. TGA cihazı ile bir malzemenin bozunma davranışı, kimyasal kinetiği ve saflık derecesi incelenebilmektedir. (Menczel ve Prime, 2009)

Numunelerin ağırlık artışı/kaybı farklı faktörlere karşılık gelmektedir. Genel olarak, ağırlık artışı adsorpsiyon ya da oksidasyon olarak adlandırılırken, ağırlık kaybı ise ayrışma, desorpsiyon, dehidrasyon veya buharlaşma ile ilişkilendirilebilir (Ng ve diğ., 2002). Bir malzemenin dehidrasyonu sırasındaki kütle değişimini, zamana ya da sıcaklığa bağlı olarak gözlemek mümkündür. Ağırlık değişimi yüksek sıcaklıklarda fiziksel veya kimyasal bağların kopması sonucu olmaktadır.

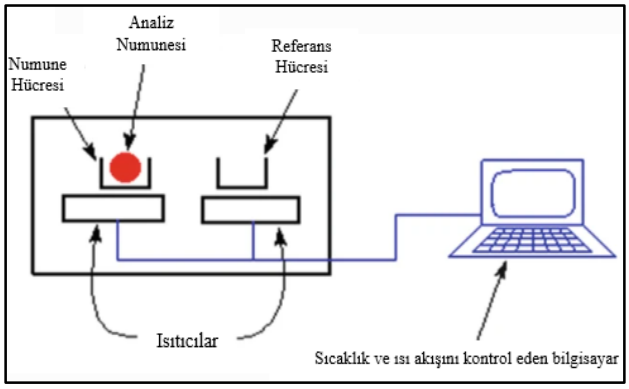
TGA cihazı; inert atmosfer ortamı sağlayacak gaz kontrol ünitesi, veri işlemcisi olan bir bilgisayar, kontrolör ısı dengesi ile bir fırın ve içindeki numune tavasına bağlı hassas bir mikro teraziden oluşur. Terazi numuneyi kapalı fırın içerisinde tartar. Hava veya oksijen gibi oksitleyici bir atmosfer, organik malzemeleri yakıp, metalleri oksitlediğinden gaz olarak genellikle argon, helyum ve nitrojen gazı tercih edilir (Saadatkhah ve diğ., 2019). TGA cihazının temelini oluşturan unsurları gösteren şematik diyagram Şekil 2.18'de verilmiştir. Termogravimetrik analizörler (TGA) numune kütlesini, süresini ve sıcaklığını izler ve kaydeder. Sıcaklık programı ısıtma, soğutma, izotermal bekletme veya bunların bir kombinasyonunu içerebilir.



Şekil 2.18. TGA cihazının çalışma prensibini gösteren şematik diyagram (URL-2)

2.6.4. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC)

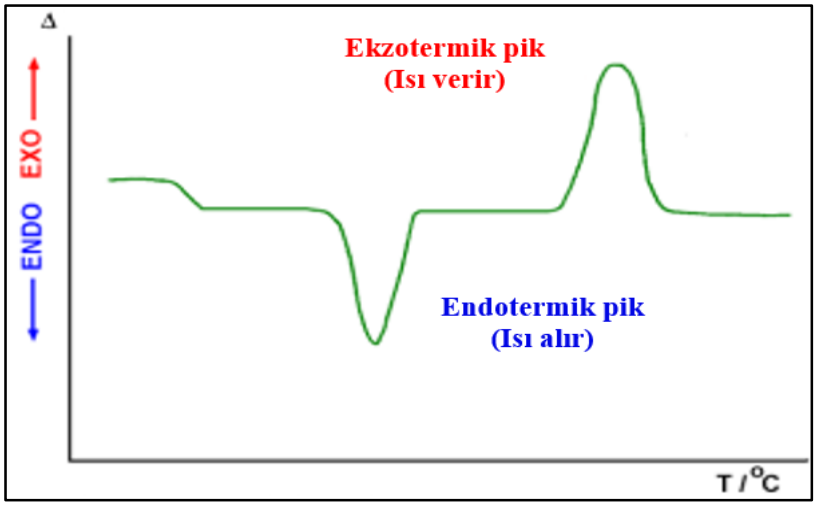
Diferansiyel taramalı kalorimetrideki (DSC) ısıl analiz tekniğidir. Sıcaklığın bir fonksiyonu olarak, numune ve referansın kontrollü bir sıcaklık artışına tabi tutulması ile bu iki malzeme arasındaki ısı akışı farkının ölçülmesini içermektedir. Bir kimyasal tepkime sırasında salınan veya emilen ısı miktarını ölçmektedir (Gill ve diğ. 2010). Deney sırasında numunenin ve referansın sıcaklığı aynı tutulur. Aynı zamanda DSC tekniği, özellikle ekzotermik, endotermik ve ısı kapasitesi açısından sıcaklıktaki değişimin niteliksel ve niceliksel olarak belirlenmesi için kullanılır (Haines ve diğ., 1998). DSC cihazının ana bileşenleri Şekil 2.19'da gösterilmektedir.



Şekil 2.19. DSC cihazının genel şemasının görünümü (Akash ve Rehman, 2020)

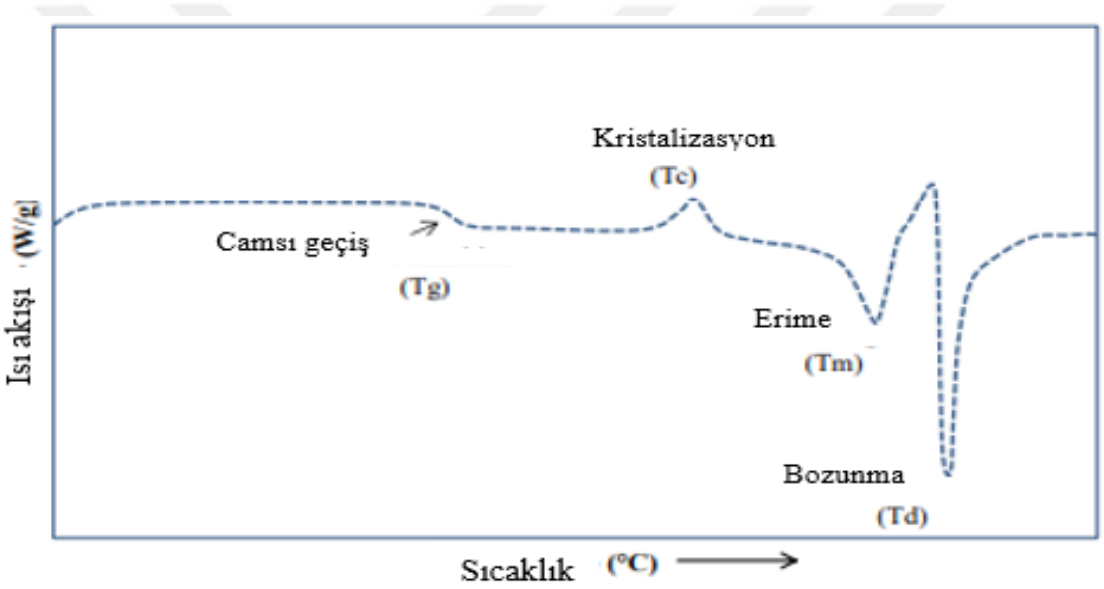
DSC'de numune ve referans için kullanılmak iki adet hücre bulunmaktadır. Numune ve referans kapları; alüminyum, platin ve nikel gibi malzemelerin inert veya işlenmiş metallerden yapılmaktadır. Numune kabına analizi yapılacak örnek konularak, referans kabı ise boş bir şekilde ayrı ayrı hücrelere yerleştirilir. Her hücrede ısıtıcıları kontrol eden ve hücreleri belirli bir oranda ısıtan, aynı zamanda bir bilgisayara bağlı olan ısıtıcılar bulunur. Bilgisayar, tüm deney boyunca sabit bir ısıtma hızını düzenlemek ve verileri kayıt etmek için kullanılır. (Akash ve Rehman, 2020)

Analiz sonucunda elde edilen DSC termogramlarından, önemli ısıl geçişler, yani cam geçiş sıcaklığı (T_g), kristallenme sıcaklığı (T_c) ve erime sıcaklığı (T_m) belirlenir. Aynı zamanda entalpideki değişimlerde gözlemlenmektedir. Gözlemlenen ısıl geçişler, malzemelerin özellerini belirlemede kullanılabilir (Leyva-Porrras ve diğ., 2019). DSC termogramının tipik bir örneği Şekil 2.20'de verilmiştir.



Şekil 2.20. DSC'den elde edilen tipik bir termogram (Kodre ve diğ., 2014)

DSC de sıcaklığın fonksiyonu olarak örnek ve referans maddeye verilen ısı enerjisi farkı ölçülür. DSC'de numuneye uygulanan sıcaklık doğrusal olarak artırılır ve referans malzemenin sıcaklığı ile numunenin sıcaklığı arasındaki fark, numune sıcaklığının fonksiyonu olarak kaydedilir. Numune, kristallenme veya kimyasal tepkime gibi ekzotermik bir işlemden geçtiğinde, numunenin sıcaklığı referansın sıcaklığından fazla olur ve bu da ΔT için daha negatif bir değerle sonuçlanır. Eğer kristal olan bir malzeme de erir ya da hidrasyon sularının kaybı gibi endotermik bir işlemden geçerse, numunenin sıcaklığı referans malzemenin sıcaklığından az olur ve bu da ΔT için pozitif bir değerle sonuçlanır (Akash ve Rehman, 2020). Şekil 2.21'de DSC'de meydana gelen ısıl geçişlerin gösterildiği termogram verilmiştir.



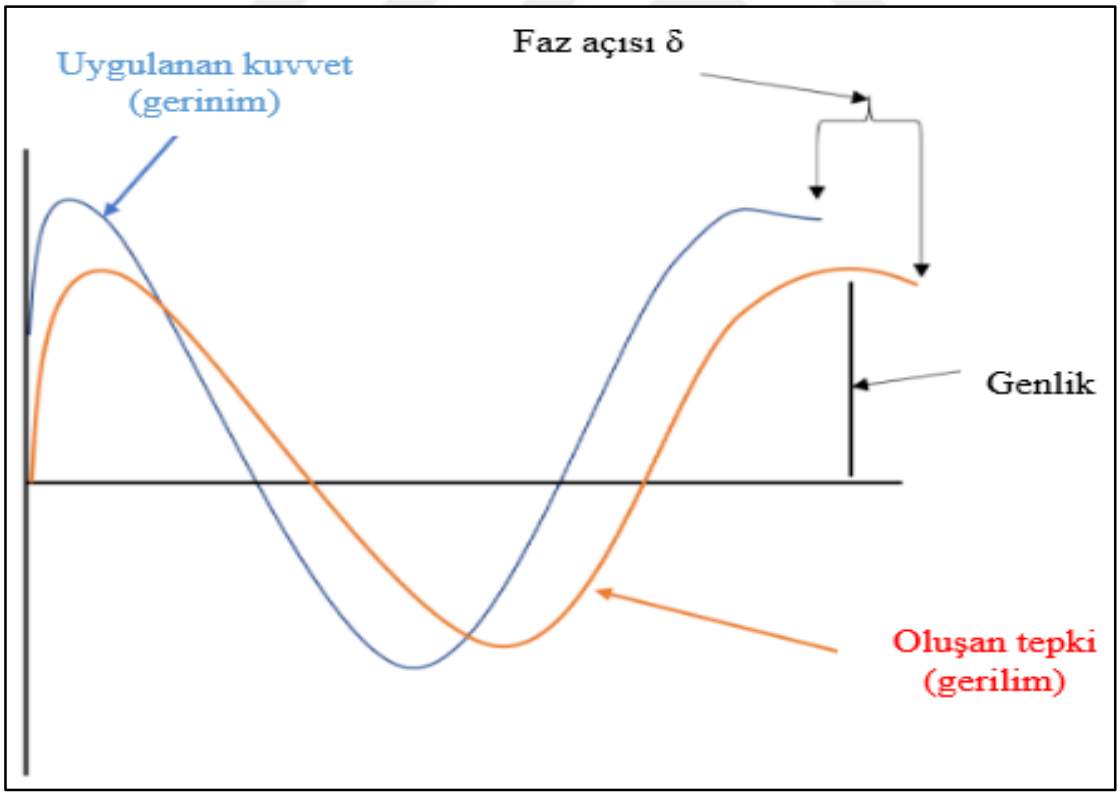
Şekil 2.21. DSC'nin ısıl geçişlerini gösteren termogram (Leyva-Porras ve diğ., 2019)

Genel olarak, birinci dereceden geçişler iyi tanımlanmış pikler olarak gözlenirken, ikinci dereceden geçişler ısı akış eğrisindeki değişimlerdir. T_g, eğrinin eğiminde hafif bir değişiklik olarak gözlenir. Sıcaklık arttıkça, malzeme yeterli enerjiyi kazanır ve mikro yapı, Tc'de ekzotermik bir tepe gözlemleyerek yeniden düzenlenir. Daha yüksek bir sıcaklıkta, sistem o kadar fazla enerji kazanmıştır ki, moleküller arasındaki mesafe, molekülleri bir arada tutmak için gerekli olan moleküller arası etkileşimleri kıracak kadar büyüktür. Buda sistem viskozitesini düşürür ve Tm'de malzeme erir. Daha yüksek sıcaklıklarda daha fazla enerjinin eklenmesi ile bozunma sıcaklığında (Td) gözlenen oksidatif ayrışma ve bozunma gerçekleşir. (Leyva-Porras ve diğ., 2019)

2.6.5. Dinamik Mekanik Analiz (DMA)

DMA, numunenelerin, özellikle de polimerlerin viskoelastik özelliklerinin karakterizasyonu için yaygın olarak kullanılmaktadır. Ayrıca viskoelastik yapı ile polimerik malzemelerin özellikleri arasındaki ilişkiyi tanımlayabilir (Bashir, 2021). Viskoelastik davranış, "bir malzemede viskoz (sıvı benzeri) ve elastik (katı benzeri) özelliklerin aynı anda bulunması" olarak tanımlanabilir. (Barnes ve diğ., 1996)

DMA, numuneye belirli bir sıcaklık ve frekansta salınım kuvvetinin uygulandığı ve malzemenin bu deformasyona karşılık tepkisinin ölçüldüğü bir test yöntemidir (De Nardo ve Farè, 2017). DMA'da bu sinüzoidal olarak yapılır. Uygulanan kuvvete gerinim (σ), numunedeki deformasyona ise gerilim (γ) denir. Polimerler gibi viskoelastik malzemelere uygulanan salınım kuvvetine tepkisinin büyüklüğü (deformasyonun genliği) bir faz açısı δ kadar kayabilir (Bashir, 2021). DMA analizinde bir numuneye uygulanan gerinim ile numunenin gerinime karşılık verdiği tepki Şekil 2.22'de gösterilmiştir.



Şekil 2.22. Bir numuneye uygulanan gerinim ile numunede meydana gelen gerilim eğrileri (Bashir, 2021)

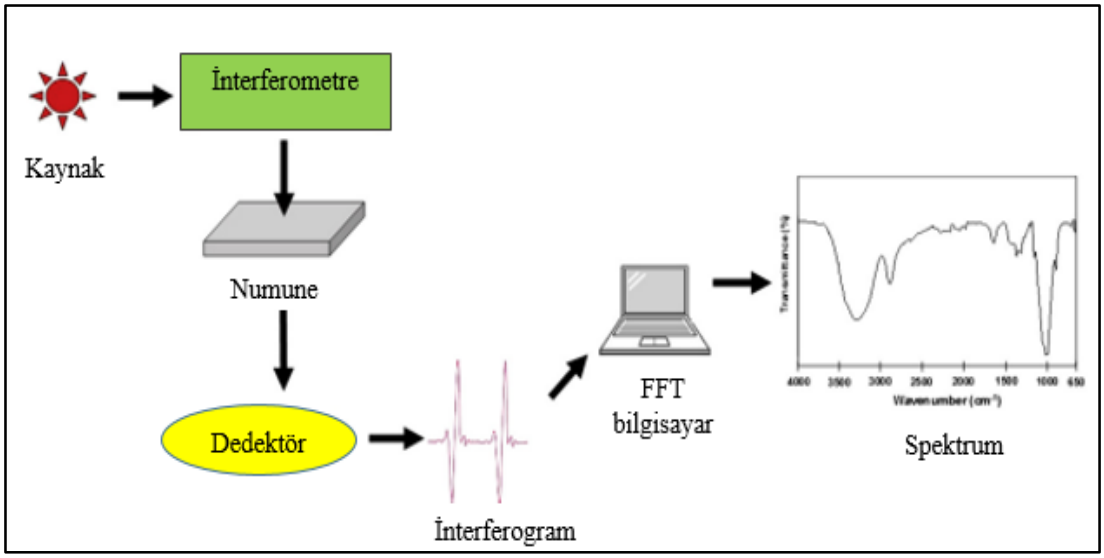
Hassas ölçümlerin yapıldığı DMA cihazında, malzemeye uygulanan kuvvet sonrası numunede üretilen sönümleme ölçülür ve bunlar elastik depo modülü (E'), kayıp modülü (E″) ile tan delta olarak elde edilir. E', numunenin enerji depolama veya geri döndürme yeteneğini gösterirken, E" numunenin enerji kaybetme ya da dağıtma kabiliyetini ifade eder. E″ ve E' arasındaki orana sönümleme denmektedir ve genellikle tan δ (δ = E″/E') olarak temsil edilir. Depo modülü, (E'), numunenin elastik davranışının, kayıp modül (E") viskoz davranışın ve tan delta ise numunenin enerji dağılımının bir ölçüsüdür. (Bashir, 2021; Menard., 2008). Aynı zamanda DMA, polimerlerin ana ısıl geçişleri (örneğin, camsı geçiş sıcaklığı) ve diğer analitik yöntemlerle (diferansiyel tarama kalorimetrisi (DSC)) kolayca tespit edilemeyen ikincil veya üçüncül geçişler hakkında da bilgi sağlamaktadır. (De Nardo ve Farè, 2017)

2.6.6. Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektropisi (FTIR)

FTIR; katı, sıvı ve çözelti haldeki malzemelerin yapılarındaki fonksiyonel gruplarını, iki bileşiğin aynı olup olmadığını, yapıda var olan bağların durumunu ve bağlanma yerlerinin belirlenmesi için yaygın olarak kullanılan bir analiz tekniğidir. Dalga boylarının ölçülmesine dayanan FTIR spektroskopisinin uygulaması kolay, hızlı ve hassastır. Harici kalibrasyon gerektirmeyen hassas bir ölçüm yöntemi sağlar. (Doğan ve diğ., 2007)

Organik ya da inorganik olan bileşikleri karakterize etmek için Kızılötesi (IR) spektroskopi kullanılmaktadır. Kızılötesi spektrumları, molekülü oluşturan atomların aralarındaki bağlar titreşmesi ile frekansların oluşması ve bunun sonucu absorpsiyon pikinin elde edilmesine dayanır. Bu pikler, malzemenin özellikleri hakkında bilgi verir. (Lin ve Wang., 2012)

Şekil 2.23'te basit bir FTIR spektrofotometresinin ana bileşenleri şematik olarak gösterilmiştir. Cihaz, parlak bir siyah cisim kaynağından yayılan bir IR ışınımı üretir. Ardından ışın, spektral kodlamanın gerçekleştiği interferometreye geçer ve bu vasıta ile numune yüzeyine ışın aktarılmış olur. Numune, interferogramdan gelen numunenin karakteristik özelliklerindeki belirli enerji frekanslarını emer. Daha sonra, detektör eş zamanlı olarak tüm frekanslar için zamana karşı enerji cinsinden özel interferogram sinyalini ölçer. Bu sinyalleri de bilgisayara aktararak spektrumları elde eder. (Mohamed ve diğ., 2017)

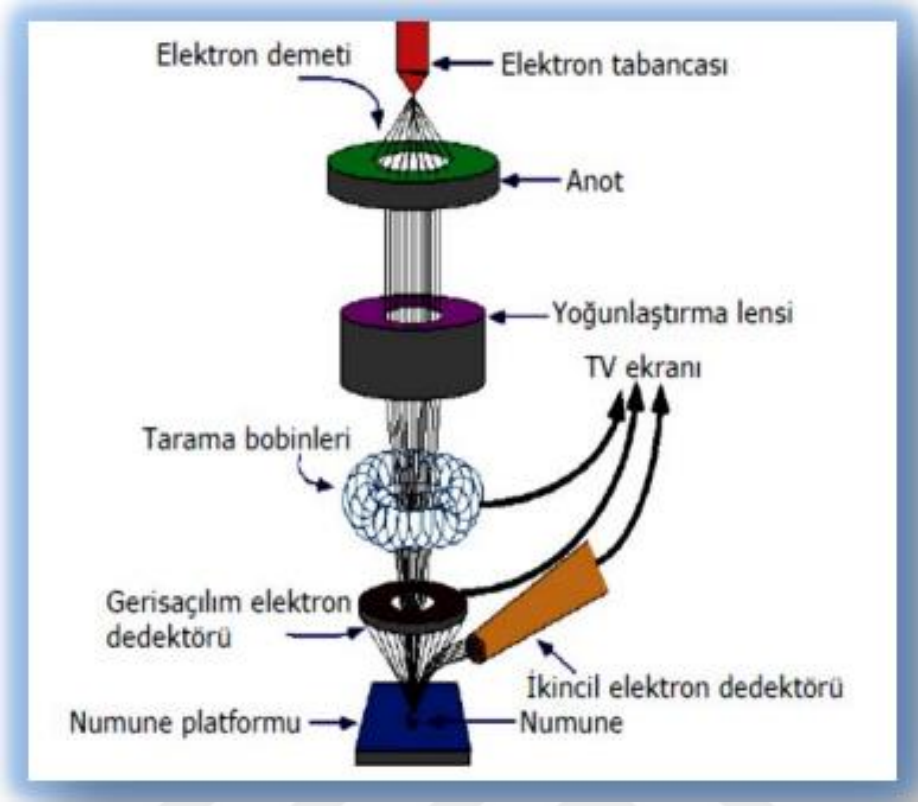


Şekil 2. 23. Fourier dönüşümü kızılötesi spektrometredeki temel prensip (Mohamed ve diğ. 2017)

2.6.7. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

SEM, malzemenin mikro yapısını ve morfolojilerini görüntülemek amaçlı yaygın olarak kullanılan yöntemlerden biridir. Şekil 2.24'te SEM cihazı bileşenleri gösterilmektedir. SEM cihazında malzemeye düşük enerjili bir elektron ışını yayılır ve böylelikle malzemenin yüzeyi taranır. Işın malzemeye ulaşıp malzemeye girdiğinde, numune yüzeyinden veya yakınından fotonların ve elektronların emisyonuna yol açan birkaç farklı etkileşim meydana gelir (Omidi ve diğ., 2017; Sampath Kumar, 2013). Bir görüntü oluşturmak için, elektron-numune etkileşimlerinden üretilen alıcı sinyaller, kullanılan SEM moduna bağlı olarak farklı dedektör tipleri ile algılanır. Bu sinyaller aracılığı ile yüksek çözünürlükte görüntüler elde edilir.

Yörüngelerinden atılmış ya da enerjisi azalmış olan elektron demetleri numune yüzeyine doğru hareket ederek yüzeyde toplanırlar. Bu elektron demetlerine ikincil elektronlar denmektedir. İkincil elektronların dış yörüngeden iç yörüngeye hareketi sayesinde elementel analiz gerçekleştirilir ve yüksek çözünürlükte görüntüler elde edilir. Numune yüzeyinin görüntülenmesi için numunenin iletken olması gereklidir ve iletken olmayan malzemelerin yüzeyi altın, gümüş, paladyum, karbon vb. elektron yansıtıcılar ile kaplama yapılması gerekmektedir. (Croft, 2006)



Şekil 2.24. SEM cihazı bileşenleri (Taşkın, 2014)

SEM cihazında yer alan bileşenler aşağıda belirtilmiştir;

- Kolonun üstünde bulunan ve elektron yayan elektron tabancası.
- Yüksek çözünürlüklü görüntüler oluşturmak için yüksek çaplı bir elektron ışını yapan firkete tungsten tabancası.
- Numune üzerinde küçük bir konsantre elektron noktası oluşturmak için elektron demetini odaklayan ve şekillendiren elektromanyetik mercekler ve delikler.
- Elektronların hava tarafından dağılmadan veya emilmeden hareket etmesine izin veren yüksek vakumlu bir ortam. (Omidi ve diğ., 2017)

3. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

3.1. PA11/PBS Karışımları İle İlgili Yapılan Çalışmalar

Bu bölümde yüksek lisans tez çalışması kapsamına yönelik yapılmış olan akademik çalışmalar araştırılmış ve özet olarak verilmiştir. İlk bölümde; mekanik özelliklerin iyileştirilmesi ve kullanım alanlarının artırılması için, ekstrüzyon ve enjeksiyonlu kalıplama yöntemi ile biyobazlı ve biyobozunur olan PA11 ve PBS polimerlerin karıştırılması üzerine yapılan çalışmalar araştırılıp özetlenmiştir.

Moriyoma ve arkadaşları yaptıkları çalışmada, PA11'in elastik modülünde bir düşüş olmadan PBS ekleneyerek darbe dayanımının geliştirilmesini amaçlamışlardır. PA11'e %10-75 oranında PBS eklenerek biyobazlı ve kısmen biyobozunur PA11/PBS karışımını eriyik harmanlama yöntemi ile hazırlamışlardır. Polimer karışımlarının darbe dayanımı, eğilme modülü değerleri, DSC ile ısıl özellikleri ve SEM ile morfolojik özellikleri belirlenmiştir. PA11'in darbe dayanımı (çentikli) değerinin, %10-30 oranında PBS eklendiğinde arttığı görülmüştür. PA11/PBS polimer karışımının ağırlıkça 80/20 olduğu durumda modül değerinde herhangi bir düşüş olmamış ve PA11'den 2-3 kat daha yüksek darbe dayanımına ulaşılmıştır. Ayrıca saf PBS'nin darbe dayanımı değerinin de PA11 ile karıştırılması sonucu kademeli olarak arttığı sonucuna varılmıştır. (Moriyoma ve diğ., 2016).

Di Lorenzo ve arkadaşları çalışmalarında, ana bileşeni biyobazlı PA11 olan, PA11/PBS polimer karışımlarının hazırlanmasını ve karakterizasyonunu ele almışlardır. Farklı kompozisyon aralığındaki karışımların analizleri sonucunda %40 PBS içeriğine kadar, iki polimerinde iki ayrı camsı geçiş sıcaklığı sergilediklerini ve PA11 ile PBS polimerinin karışamaz özellikte olduklarını raporlamışlardır. Buna rağmen yine de fazlar arasında bir miktar ara yüzey etkileşimi gözlendiği bildirilmiştir. Çekme testi sonuçları; karışımlarda PBS miktarındaki artış ile çekme dayanımında, young modülünde ve uzama değerlerinde az miktarda bir düşüş, kopma dayanımında ise belirgin bir düşüş olduğunu göstermiştir. PA11 ve PBS polimerinin tamamen sünek davranış gösterdiği bildirilmiştir. Elde edilen malzemenin çevre dostu olması ve maliyetinin azaltılması ile avantajlı bir malzeme olduğu raporlanmıştır. (Di Lorenzo ve diğ., 2019).

Hongsriphan ve arkadaşlarının yapmış olduğu çalışmada amaç; zincir uzatma tepkimesi yoluyla fazlar arasındaki ara yüzey etkileşimini geliştirmek için, PA11 ve PBS'nin uyumlaştırılmasıdır. Uyumlaştırıcı olarak ise epoksi bazlı bir zincir genişletici olan Joncryl kullanılmıştır. Morfolojik analiz yapılarak, zincir uzatıcının eklenmesiyle karışımlarda daha iyi kimyasal uyumluluk sağlandığı görülmüştür. Karışımlarda PA11 oranının artması young modülünü arttırırken, Joncryl eklendiğinde karışımların sertliği düşmüştür. Ağırlıkça %30'dan fazla PA11 içeren karışımların darbe dayanımı, gerilme dayanımı ve kopma uzamasının Joncryl'in eklenmesi ile arttığı bildirilmiştir. PBS'nin kristalizasyon sıcaklığı, PA11'in çekirdeklendirici etkisi ve artan PA11 içeriği ile arttığı gözlenmiştir. Karışımın ısıl bozunma sıcaklığı, zincir uzama tepkimesinin meydana geldiğini doğrulayarak daha yüksek sıcaklıklara kaydığı raporlanmıştır. (Hongsriphan ve diğ., 2021)

3.2. Elyaf Takviyeli PA11 ve PBS İle İlgili Yapılan Çalışmalar

Yüksek lisans tez çalışmasının 2. bölümünde, mekanik ve ısıl özelliklerin daha da iyileştirilmesi için farklı oranlarda cam elyaf (CE) ve karbon elyaf (KE) takviye malzemesi kullanılarak, PA11/PBS kompozitlerinin üretilmesi ve özelliklerin incelenmesi amaçlanmıştır. Literatür araştırmalarına göre, farklı oranlarda PA11/PBS/CE ve PA11/PBS/KE kompozitlerinin ekstrüzyon ve enjeksiyonla kalıplama yöntemi ile üretimi yapılan ve özellikleri incelenen mevcut bir çalışma bulunmamıştır. Bu sebeple literatürden, PA11 ve PBS'nin tek tek matris olarak kullanıldığı, CE ve KE ile takviye edildiği çalışmalar ayrı ayrı incelenerek aşağıda sunulmuştur.

Liang ve arkadaşları, ağırlıkça %5, 10, 15 ve 20 oranlarında KE takviyeli PBS kompozitlerini ekstrüzyon ve enjeksiyonlu kalıplama yöntemi ile hazırlamışlar ve özelliklerini değerlendirmişlerdir. PBS'nin uzama değeri KE ilavesi ile önemli ölçüde düşerken çekme dayanımının yaklaşık 25 MPa'dan 65 MPa'a yükseldiği görülmüştür. Bu artıştan, PBS matrisi ile KE arasında uygun bir ara yüzey etkileşimi olduğu sonucuna varılmıştır. PBS matrisine fazla oranda (%15-20) KE eklendiğinde, KE'nin dağılımı düzensiz hale gelmiş ve aglomerasyon olasılığı artarak mekanik özelliklerde düşme meydana gelmiştir. PBS/KE kompozitlerinin kristalizasyon tepe sıcaklığı PBS'den daha yüksektir ve kompozitlerdeki KE oranının artmasıyla daha da arttığı görülmüştür. KE heterojen çekirdeklendirici etkisine rağmen, kompozitlerde %10 ve üzeri oranda KE

içeriğinin PBS'nin zincir hareketliliğini kısıtlayarak kristallenme davranışını etkilediği sonucu bildirilmiştir. (Liang ve diğ., 2015)

Li ve Qu tarafından, farklı miktarlarda KE takviyeli PBS/KE kompozitleri hazırlanmış ve mekanik özellikler üzerinde etkisi incelenmiştir. Kompozitlerdeki lif içeriği ağırlıkça %2 olduğunda, modülü, çekme dayanımı ve darbe dayanımı maksimum değerine ulaşmıştır. KE oranı arttıkça kompozitlerde lif topaklaşması ve çatlak başlangıcı meydana gelerek mekanik özelliklerin düşmesine sebep olmuştur. Aynı zamanda elyafın düşük sünekliği PBS'yi kısıtlamış ve bu da darbe dayanımı azaltmıştır. Çalışmada, %2 KE miktarının enuygun değer olduğu gözlemlenmiştir. (Li ve Qu, 2014)

Ghani ve arkadaşları, farklı katman konfigürasyonlarına sahip, jüt/cam elyaf takviyeli PBS hibrit kompozitlerini üretmişlerdir. Mekanik analizi sonuçlarından, artan CE oranıyla birlikte hibrit kompozitlerinin çekme dayanımının ve modülünün önemli ölçüde arttığını fark etmişlerdir. Aynı zamanda PBS/CE kompoziti, eğilme deformasyonuna direnmek için en yüksek strese ve modüle sahiptir. PBS matrisindeki CE içeriği arttıkça, kompozitin başlangıç ve maksimum bozunma sıcaklığı ile hibrit kompozitlerin ısıl kararlılığında bir artış olmuştur. Morfolojik görüntülerde, hibrit konfigürasyonlar içerisindeki uzayan elyafın kopması/kırılması görülmüştür. Ghani ve diğ., 2022)

Gao ve arkadaşları çalışmasında, bozunabilir, PLA/PBS karışımının sertleşmesi ve ısıya dayanıklı bir modifikasyonunu geliştirmek amaçlı, CE/Silikon dioksit hibrit dolgu maddesi kullanarak hazırladıkları kompozitlerin mekanik ve ısıl özelliklerini incelemiştir. Mekanik testlerin sonucunda; CE'nin üstün özelliklerinden dolayı hem çekme dayanımı hem de elastik modülü değerlerini yükselttiği bulunmuştur. DSC sonuçları incelendiğinde; matris kompozitinin kristalinite değeri CE eklenince %18'e kadar arttığı fark edilmiştir. Bu durum, CE ilavesinin belirli bir çekirdeklenme etkisine sahip olduğunu ve kompozitlerin kristalliğini artırdığını göstermektedir. Aynı zamanda ısı direncinin de yüksek olduğu sonucuna varılır. Vicat yumuşama testinden de en yüksek değerin PLA/PBS/CE kompozitine ait olduğu bulunmuştur. (Gao ve diğ., 2022)

Koo ve arkadaşları çalışmalarında, karbon nanofil (CNF) ve çok duvarlı karbon nanotüp (MWCNT) takviyeli poliamid 11 (PA11/CNF ve PA11/MWCNT) kompozitlerini ekstrüzyon ve enjeksiyon kalıplama yöntemi ile ayrı ayrı üretmişlerdir. Kompozitlere; ağırlıkça %1, 3, 5 ve 7 oranında CNF ve MWCNT eklenmiştir. Elde edilen sonuçlardan 95PA11/5CNF ve 93PA11/7MWCNT kompozitlerinin matris yüzeyinde iyi bir dağılım sergilediklerini bulmuşlardır. TGA analiz sonuçlarından, PA11/MWCNT kompozitine eklenen MWCNT miktarının artmasıyla, başlangıç sıcaklıkları ile %10 ve %50'deki kütle kaybı sıcaklıklarının daha yüksek sıcaklıklara artış eğilimi gözlemlenmiştir. Artan CNF miktarı, PA11'in ısıl kararlılığını biraz artmıştır. (Koo ve diğ., 2010)

Kausar yapmış olduğu çalışmasında genel olarak poliamid/KE kompozitlerinin özelliklerini etkileyen faktörleri aktarmıştır. Bunlar; elyafın miktarı ve uzunluğu, elyaf oryantasyonu, matrisin viskozitesi, elyaf ile matris etkileşimi, elyaf-matris yapışması ve üretim süreci koşullarıdır. Ayrıca kompozitlerinin; hafiflik, yüksek mekanik özellikler, elektriksel iletkenlik, iyi ısıl kararlılık ve kimyasal dirençten dolayı spor, havacılık, otomobil ve inşaat endüstri uygulamalarında yaygın olarak kullanıldığını belirtmiştir. (Kausar, 2019)

Magniez ve arkadaşları, biyobazlı PA11'e geri kazanılmış kısa KE ekleyerek mikro kompozit malzeme üretmişlerdir. KE'nin kompozit malzemelerdeki mekanik, termo-mekanik ve sürünme özellikleri üzerindeki etkisini incelemişlerdir. PA11'e %0.5, 1 ve 2 oranlarında KE eklemesi yapılmıştır. Ağırlıkça %2 oranında kısa KE eklenmesinde, kompozitin eğilme modülü ve dayanımında maksimum artış olurken, PA11'in daha da sertleştiğini ve %1 KE eklemesine kadar kopma uzamasının arttığını bildirmişlerdir. Aynı zamanda kompozitlerin depo modülü de arttırmıştır. SEM görüntülerinden PA11/KE arasında kuvvetli ara yüzey etkileşimleri ile iyi bir dağılım olduğu görülmüştür. Genel olarak, işlem sırasında elyaf boyunun korunması ile (kırılmaması) performansının daha yüksek olacağını raporlamışlardır. (Magniez ve diğ., 2014)

Chaichanawong ve arkadaşları, nemin CE takviyeli PA kompozitlerin mekanik özellikleri üzerindeki etkisini araştırmışlardır. Çalışmada farklı ağırlık yüzdelerinde (%10, 20 ve 30) kısa CE/poliamid kompozitleri hazırlandmıştır. Nemin kompozitlerdeki etkisi; çekme testi, eğilme testi ve mikro yapısı ile incelenmiştir. Emilen nem içeriği, PA/CE kompozitlerinin daldırma süresi ile doğru orantılı olarak artmış ve daldırmadan yaklaşık

50 gün sonra doygunluğa ulaşmıştır. Nem absorpsiyonun başlangıç aşamasında, tüm numunelerin mekanik özellikleri önemli derecede azalmış daha sonra sabit olarak kaldığı gözlemlenmiştir. Ayrıca tüm numunelerin sünekliği (% uzama) başlangıç aşamasında değişmemiştir. Mikro yapı analizine bakıldığında, nem absorpsiyonundan sonra PA/CE kompozitlerinin gevrekten sünek özelliklere geçişinin, mekanik özelliklerindeki değişikliklere atfedilebileceğini raporlamışlardır. (Chaichanawong ve diğ., 2016)

Durmaz ve Aytac'ın yaptıkları çalışmada, kısmen biyobazlı ve kısmen biyolojik olarak parçalanabilen poliamid 11/poli(laktik asit) (PA11/PLA) (60/40 wt./wt.) karışımını hazırlamış ve özelliklerini incelemişlerdir. PA11/PLA karışımlarına ağırlıkça %10,20,30 oranlarında KE eklenmiştir. Sonuçlar, matristeki ortalama lif uzunluğunun KE'nin kalma süresi arttıkça azaldığını göstermiştir. Morfolojik analiz, matris ve KE arasında iyi bir ara yüzey etkileşimi olduğunu, bu etkileşimin bir sonucu olarak ise çekme dayanımı, elastik modül ve PA11/PLA harmanının sıcaklığa bağlı depo modülünün, KE ilavesiyle arttığını göstermiştir. PA11/PLA/KE kompozitlerinin kompleks viskoziteleri ve modülü matristen daha yüksektir, bu da KE'nin PA11/PLA matrisinin erime dayanımını ve sertliğini arttırdığını göstermektedir. (Durmaz ve Aytac, 2022)

Kuciel ve arkadaşları raporladıkları çalışmalarında, %10 ile 20 oranında CE, KE ve keten elyaf takviyeli PA11 biyo-bazlı kompozitleri üretmişlerdir. Kompozitlerin şartlandırılmış hallerinde ve suyla ıslatıldıktan sonraki (30 gün) gerilme özellikleri (gerilme dayanımı, elastik modülü ve kopma uzaması) tartışılmıştır. Mekanik analizi sonuçları değerlendirildiğinde, lifler arasında en yüksek çekme dayanımı ve elastik modülü ile en düşük uzama değerini PA11/KE biyo-bazlı kompozit sergilemiştir. KE ile takviye edilmiş kompozitler, büyük bir sertliğe, çok iyi statik ve yeterli yorulma dayanımına sahiptir. (Kuciel ve diğ., 2012)

4. MALZEME VE YÖNTEM

Bu bölümde, tez çalışması kapsamında kullanılan malzemeler ve bu malzemelerin özellikleri, hazırlanan karışımların ve kompozitlerin üretim yöntemleri ile formülasyonları, son olarak da hazırlanan karışım ve kompozitlerin özelliklerinin incelenmesi için kullanılan karakterizasyon yöntemleri verilmiştir.

4.1. Malzemeler

Bu tez çalışması kapsamında matris olarak kullanılan polimerlerden poliamid 11 Rilsan-BESNO P40 TL ticari adıyla Arkema firmasından, Poli (bütilen süksinat) BioPBS™ FZ71 PM ticari adıyla BIOCHEM firmasından temin edilmiştir. Takviye malzemesi olarak kullanılan malzemelerden karbon elyaf Aksaca ticari adıyla Dowaksa (Türkiye) firmasından, cam elyaf ise PA2(D) ticari adıyla Şişecam firmasından temin edilmiştir.

Yüksek lisans tez çalışması kapsamında kullanılan tüm malzemeler ve özelliklerini gösteren çizelge Tablo 4.1'de verilmiştir.

Tablo 4.1. Deneysel çalışmada kullanılan malzemeler

Malzeme	Ticari adı	Firma	Özellikler
PA11	Rilsan-BESNO P40 TL	ARKEMA	Pelet Yoğunluk: 1.04 g/ cm^3 Erime sıcaklığı: 181°C Enjeksiyona uygun
PBS	BioPBS™ FZ71 PM	BIOCHEM CO.	Pelet Yoğunluk: 1.26 g/ cm^3 Erime sıcaklığı 115°C Enjeksiyona uygun
Cam Elyaf	PA2(D)	ŞİŞECAM	Cam tipi: E Elyaf çapı: 11µ Elyaf boyu: 4.5 mm Reçine Uyumu: poliamid
Karbon Elyaf	AKSACA	DOWAKSA	Elyaf çapı: 7 µ Elyaf boyu: 6 mm

4.2. Yöntem

Yüksek lisans tez çalışması kapsamında deneysel çalışmalar iki bölümde gerçekleştirilmiştir. İlk bölümde PA11/PBS polimer karışımları hazırlanmıştır. İkinci bölümde ise CE ve KE takviyeli PA11/PBS kompozitlerinin üretimleri yapılmıştır.

4.2.1. PA11/PBS Polimer Karışımlarının Üretilmesi

Bu bölümde saf PA11, saf PBS ve PA11/PBS karışımlarının üretimi yapılmıştır. Üretim aşamasına geçilmeden önce saf polimerler, nemin giderilmesi için, 80 ℃ sıcaklıkta ve vakumlu etüv içerisinde 12 saat boyunca kurumaya bırakılmıştır. Karışımların üretimleri Şekil 4.1'de gösterilen laboratuvar ölçeğindeki DSM Explore markalı çift vidalı ekstrüder cihazında gerçekleştirilmiştir. Polimer karışımların üretimi eriyik harmanlama yöntemi kullanılarak, malzemelerin ekstrüder kovanına manuel olarak beslenmesi ile yapılmıştır. Eriyik harmanlama süreç parametreleri ön deneme çalışmaları sonucu; 210 ℃ eriyik sıcaklığı, 75 rpm vida dönme hızı ile alıkonma süresi 3 dakika olarak belirlenmiştir. Polimerlerin karıştırılması esnasında, ekstrüder cihazında bulunan kanatçık ve kovan arasındaki boşlukta yüksek sıcaklık artışından dolayı termo-oksidatif bozunma meydana gelebilmektedir (Altun ve Ulcay, 2003). Bu bozunmanın önlenebilmesi için kovan kısmına sürekli olarak argon gazı beslemesi yapılmıştır.



Şekil 4.1. Çift vidalı ekstrüder cihazı

Karıştırma işleminin sonucunda ekstrüder cihazından eriyik bir halde çıkan polimer karışımı, DSM Xplore markalı plastik enjeksiyon kalıplama cihazının (Şekil 4.2) 210 ℃'deki tabanca haznesine aktarılmıştır. Eriyik haldeki karışım, 25 ℃ sıcaklıktaki kalıba 12 bar basınç ile kalıplanmıştır.



Şekil 4.2. Plastik enjeksiyon cihazı (Öner, 2019)

Plastik enjeksiyon kalıplama makinesinde Şekil 4.3'te gösterilen kalıp kullanılmıştır. Tez çalışmasında gerçekleştirilen tüm analizler, bu kalıptan elde edilen numuneler ile gerçekleştirilmiştir.



Şekil 4.3. Plastik enjeksiyon makinesinde kullanılan kalıp

Yüksek lisans tez çalışması kapsamında, ilk bölümde üretilen bütün polimer karışımları Tablo 4.2'de verilen polimer bileşimlerine göre üretilmiştir. Bütün karışımların mekanik özellikleri incelenmiş ve en iyi özellik gösteren iki bileşim (80/20 ve 60/40 PA11/PBS) ile elyaf takviyeli kompozit üretimi çalışmalarına devam edilmiştir.

Tablo 4.2. Üretilen karışımların % bileşimleri

Numune Kodu	PA11	PBS
PA11	100	100
80/20	80	20
60/40	60	40
40/60	40	60
20/80	20	80
PBS	0	100

4.2.2. PA11/PBS/CE ve PA11/PBS/KE Kompozitlerinin Üretilmesi

Yüksek lisans tez çalışmasının ikinci bölümünde ilk olarak CE takviyeli PA11/PBS kompozit malzemelerinin üretimi gerçekleştirilmiştir. Üretim öncesinde bütün malzemelerin neminin giderilmesi için vakumlu etüv içerisinde 80 ℃ sıcaklıkta 12 saat kurumaya bırakılmıştır. Polimer karışımlarına ağırlıkça %5, 10, 15 ve 20 oranında CE eklenmiştir. Ekstrüzyon işleminde süreç parametreleri; 210 ℃ eriyik sıcaklığı, 75 rpm vida dönme hızı ve 3 dakika alıkonma süresi olarak belirlenmiştir. Polimer karışımı ekstrüdere beslenerek 2.15 dakika boyunca karıştırma yapılmış ardından CE eklenerek 45 saniye daha karıştırılmıştır. Karıştırma sonucu elde edilen eriyik kompozit malzeme, birinci bölümde uygulanan enjeksiyon kalıplama proses parametreleri kullanılarak kalıplanmıştır.

CE takviyeli kompozitler üretildikten sonra ise KE takviyeli PA11/PBS kompozitlerinin üretimi yapılmıştır. Ekstrüzyon işlemi öncesinde üretimde kullanılacak polimer malzemelerin ve KE'nin nemlerini yok etmek için ikinci bölümdeki parametreler uygulanarak malzemeler kurutulmuştur. Ekstrüzyon ve enjeksiyon kalıplama proses parametreleri ikinci bölümdeki parametreler ile aynı olup dört farklı yükleme oranında (%5, 10, 15 ve 20) KE eklenmiştir.

Kompozitlerin üretimi; iki farklı bileşimde seçilen polimer karışımına (80PA11/20PBS ve 60PA11/40PBS) ayrı ayrı CE ve KE eklenmesi ile gerçekleştirilmiştir. Üretimi yapılan kompozit malzemelerin mekanik özellikleri incelenmiş ve en iyi özelliği gösteren elyaf takviyeli 60PA11/40PBS kompozitleri olmuştur. 60/40 bileşiminin elyaf takviyeli kompozitleri, 80/20 bileşimindeki elyaf takviyeli kompozitlere göre daha yüksek değerde mekanik özellik sergilediğinden ve 60/40 bileşiminin biyobozunurluğunun daha fazla olacağı düşünüldüğünden dolayı yüksek lisans tez çalışmasında 60/40 PA11/PBS matris olarak seçilmiş ve çalışmalara devam edilmiştir. Üretilmiş olan kompozitlerin bileşimleri Tablo 4.3'te gösterilmiştir.

Tablo 4.3. Hazırlanan kompozit numunelerinin bileşimleri

NUMUNE KODU	BİLEŞEN	PA11 (% wt)	PBS (% wt)	CE (% wt)	KE (% wt)
60/40	PA11/PBS	60	40	-	-
5 CE	PA11/PBS/5CE	57	38	5	-
10 CE	PA11/PBS/10CE	54	36	10	-
15 CE	PA11/PBS/15CE	51	34	15	-
20 CE	PA11/PBS/20CE	48	32	20	-
5 KE	PA11/PBS/5KE	57	38	-	5
10 KE	PA11/PBS/10KE	54	36	-	10
15 KE	PA11/PBS/15KE	51	34	-	15
20 KE	PA11/PBS/20KE	48	32	-	20

4.3. Karakterizasyon Yöntemleri

4.3.1. Çekme Testi

Tez çalışması kapsamında örneklerin mekanik özelliklerini değerlendirmek için Instron marka Evrensel çekme testi cihazı (Şekil 4.4) kullanılarak çekme testleri yapılmıştır. Testler ISO 527 standardına uygun olacak şekilde, 5 mm/dk çekme hızı ile oda sıcaklığında yapılmış ve her bileşim için 5'er tane numune test edilmiştir. Elde edilen sonuçlardan numunelerin ortalama değerleri alınmış; mak. çekme dayanımı, mak. Yükde % uzama ve modül değerleri raporlanmıştır.



Şekil 4.4. Çekme testi için kullanılan cihaz

4.3.2. Reoloji Analizi

Bu tez çalışmasında üretilen numunelerin reoloji analizleri, Anton Paar MCR 102 marka ve paralel plaka geometrisine sahip olan reometre cihazı (Şekil 4.5) kullanılarak incelenmiştir. Dinamik frekans tarama ölçümleri; 210 ºC sabit sıcaklıkta, %1 gerilim genliğinde ve 0,1 – 628 rad/s frekans aralığında gerçekleştirilmiştir. Deney aşamasında ısıl bozunmanın önlenmesi için reometre cihazının fırını azot gazı ile sürekli olarak temizlenmiştir. Yapılan ölçümler ile numunelerin kompleks viskoziteleri, kayıp modülleri ve depo modülleri değerlendirilmiştir.



Şekil 4.5. Reometre cihazı

4.3.3. Termogravimetrik Analiz (TGA)

Termogravimetrik yöntem genellikle, malzeme yapısında zaman ya da sıcaklığın bir fonksiyonu olarak değişen kütle kaybı veya kazanımları hakkında bilgi almak için kullanılır (Ayık, 2021). Üretilen deney numunelerinin ısıl bozunma sıcaklıklarını incelemek ve 600 °C'deki yanma sonucu elde edilen % kalıntı miktarlarını belirlemek için Mettler Toledo TGA 1 cihazı (Şekil 4.6) kullanılmıştır. Numunelerin TGA analizi, azot gazı varlığında, 10°C/dk ısıtma hızı ile 25 °C'den – 600 °C'ye kadar ısıtılarak gerçekleştirilmiştir. Analiz sonucunda elde edilen TGA eğrisinden numunelerin %5 ve %50 bozunma sıcaklığı ile maksimum bozunma sıcaklıkları tespit edilmiştir.



Şekil 4.6. TGA cihazı

4.3.4. Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC)

Üretilen numunelerin ısıl özelliklerini değerlendirmek için azot atmosferi altında Mettler Toledo DSC 1 (Şekil 4.7) cihazı kullanılarak diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC) ölçümleri yapılmıştır. Testler 25 °C'den 210 °C'ye, 10 °C/dk ısıtma ve soğutma hızı ile çift basamaklı ısıtma olarak gerçekleştirilmiş ve elde edilen sonuçlar incelenmiştir.



Şekil 4.7. DSC analiz cihazı

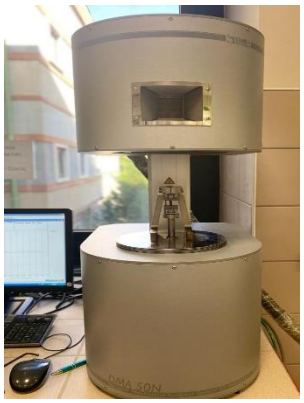
DSC ölçümleri sonucunda elde edilen termogramlardan numunelerin erime sıcaklıklarına (T_m), kristalizasyon sıcaklıklarına (T_c) ve entalpi değerlerine (ΔH) ulaşılırken, cihaz verilerinden % kristalinite (% X_c) değerleri hesaplanmıştır. Numunelerin % kristalinite değerleri aşağıda gösterilen Denklem (4.1)'e göre hesaplanmıştır:

$$X_c(\%) = \frac{\Delta H_m - \Delta H_{cc}}{\Delta H_m^* \omega} \quad (4.1)$$

Verilen bu denklemde; X_c değeri yüzde kristaliniteyi, ΔH_m değeri polimerin erime entalpisini, ΔH_{cc} değeri ölçülen soğuk kristalizasyon entalpisini, ω değeri polimer matristeki referans polimerin yüzdece ağırlığını, son olarak ise ΔH_m^* değeri %100 kristalin halde olan PA11 ve PBS polimerlerinin erime entalpilerini göstermektedir. Literatür verilerinden tez kapsamında kullanılan PA11 için ΔH_m^* değeri 206 J/g, PBS için ise 220 J/g olarak alınmıştır. (Fernandez ve diğ., 2001; Rashmi ve diğ., 2016)

4.3.5. Dinamik Mekanik Analiz (DMA)

DMA, saf veya katkılı polimerlerin dinamik veya döngüsel kuvvetlere maruz kalarak viskoelastik davranışını karakterize etmektedir. (Kaygınok, 2022). Bu tez çalışmasında Şekil 4.8'de gösterilen Metravib DMA50 cihazı kullanılarak 25 °C'den 80 °'ye kadar, 5 °C/dk ısıtma hızında ve 1 Hz frekansta analizler yapılmıştır. Laboratuvar bünyesindeki DMA cihazında eksi (-) sıcaklık derecelerine kadar analiz yapılamamıştır. Ayrıca DSC analizinden de T_g değerleri görülememiştir. Üretilen polimer karışımları ve kompozitler arasından belirlenen 5 adet numunenin; (Saf PA11, saf PBS, 60PA11/40PBS, 60PA11/40PBS/10CE ve 60PA11/40PBS/10KE) T_g değerini inceleyebilmek için DMA analizleri hizmet alımı kapsamında, ODTÜ merkez laboratuvarında yapılmıştır.



Şekil 4.8. DMA testinde kullanılan cihazın görünümü

4.3.6. Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR)

Numunelerin kimyasal yapısında meydana gelen değişiklerin incelenebilmesi ve takviye malzemelerinin etkisinin net bir şekilde görülebilmesi için FTIR analizleri Şekil 4.9'da gösterilen Perkin Elmer Spectrum 100 model cihazda gerçekleştirilmiştir. Ölçümlerde 650-4000 cm^{-1} arasında dalga boyu taranması ile FTIR spektrumları elde edilmiştir.



Şekil 4.9. FTIR cihazı

4.3.7. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

Örneklerin yüzey morfolojileri SEM analizi ile incelenebilmektedir. Hizmet alımı kapsamında belirlenen örneklerin SEM analizleri, ODTÜ merkez laboratuvarına ait, yüksek çözünürlüklü Quanta 400F Field Emission SEM cihazı kullanılarak yapılmıştır. Çekme testinin sonucunda oluşan kopma yüzeyleri test öncesinde altın ve paladyum ile kaplanmıştır. Daha sonra kırılmış olan yüzeylerden SEM görüntüleri alınmıştır.

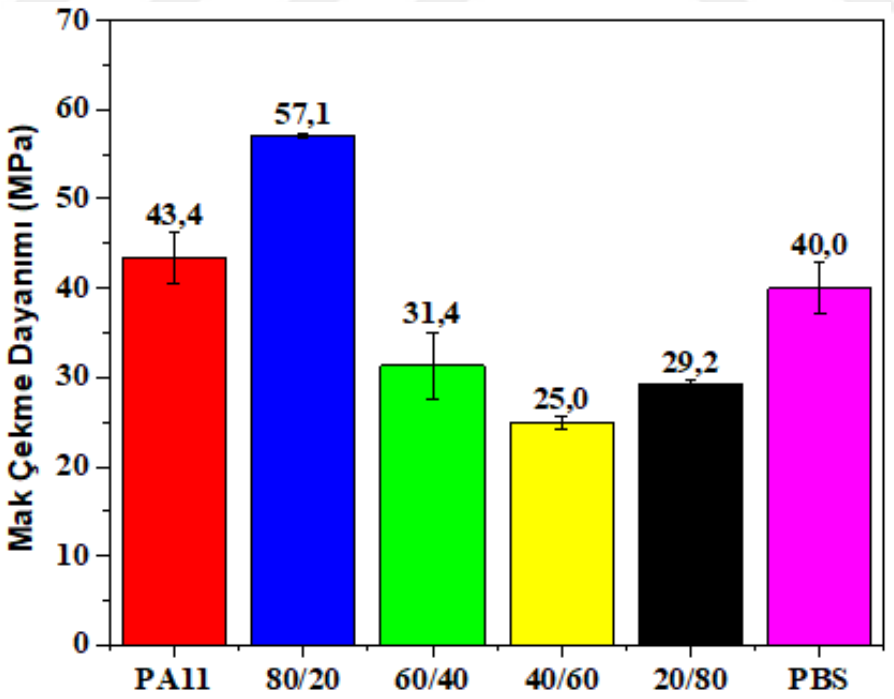
5. BULGULAR VE TARTIŞMA

5.1. PA11/PBS Polimer Karışımlarının Karakterizasyon Sonuçları

5.1.1. Çekme Testi Sonuçları

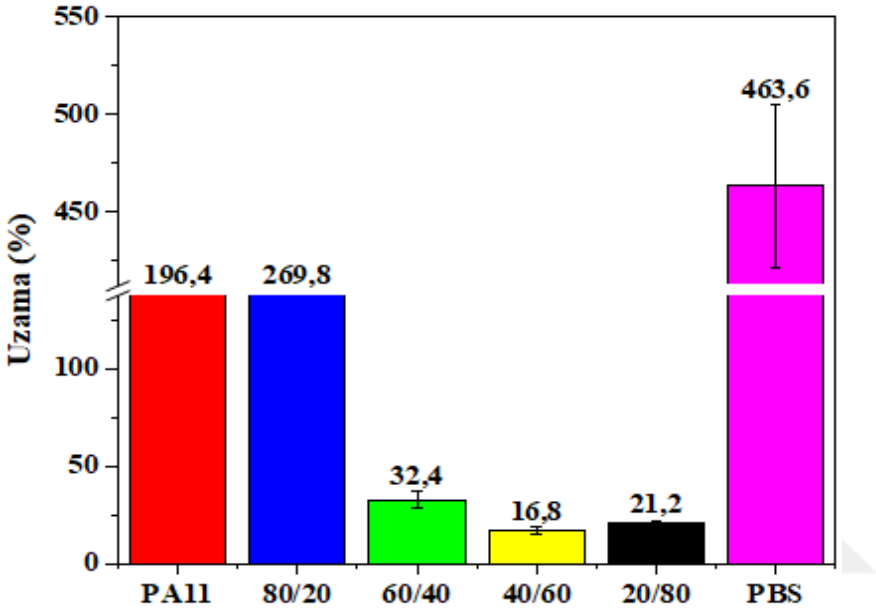
PA11, PBS ve polimer karışımlarının mekanik özelliklerinin incelenmesi için çekme testleri yapılmıştır. Şekil 5.1'de elde edilen maksimum çekme dayanımı (MPa) sonuçları, Şekil 5.2'de maksimum dayanımdaki uzama (%) sonuçları ve Şekil 5.3'te modül değerleri grafik şeklinde sunulmuştur.

Saf polimerlerin mak. çekme dayanımı sonuçlarına bakıldığında; PA11 43.4 MPa, PBS ise 40 MPa'lık bir çekme dayanımı sergilemiştir. Karıştırma sonucunda PA11 ve PBS'nin çekme dayanımları sırasıyla %32 ve %43 artmıştır. PA11/PBS polimer karışımları genellikle saf polimerlerin çekme dayanımları arasında bir değer gösterirken, 80/20 PA11/PBS polimer karışımı 57.1 MPa ile en yüksek çekme dayanımı değerini sergilemiştir. Bu artış, 80/20 PA11/PBS polimer karışımının uyumlu bir morfoloji sergilediğini düşündürmektedir.

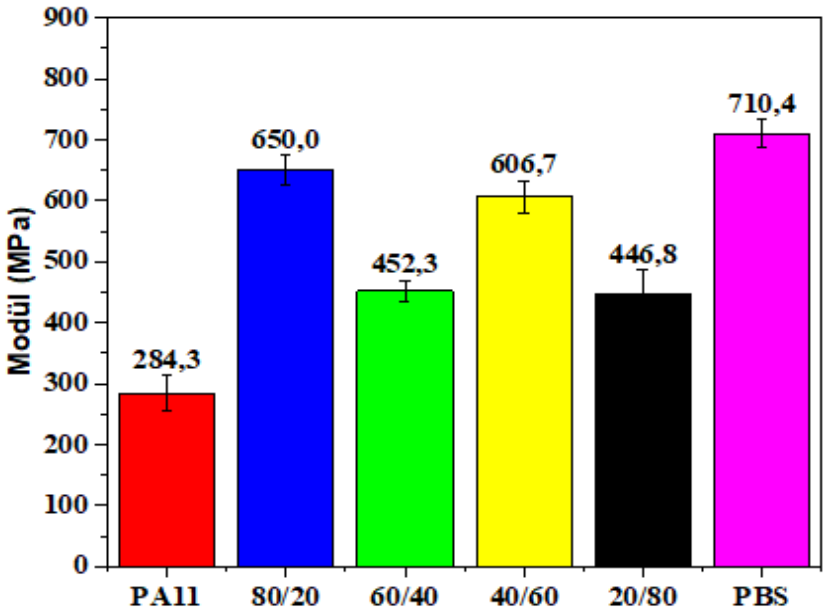


Şekil 5.1. Saf PA11, saf PBS ve PA11/PBS karışımlarının mak. çekme dayanımı değerleri

Şekil 5.2'de verilen mak. dayanımdaki uzama (%) değerlerinden görüleceği üzere; saf PBS en yüksek uzama değerini vererek, mükemmel esnekliği ile sünek bir yapı sergilemiştir. Saf PA11'in uzama değeri %196.4, PBS'nin ise %463'tür. Karışımlar arasında en yüksek uzama değerini %269.8 ile 80/20 PA11/PBS karışımı gösterirken, %40 ve üzeri oranda PBS içeren karışımların uzama değerlerinde düşüş meydana gelmiştir.



Şekil 5.2. Saf PA11, saf PBS ve PA11/PBS karışımlarının uzama değerleri



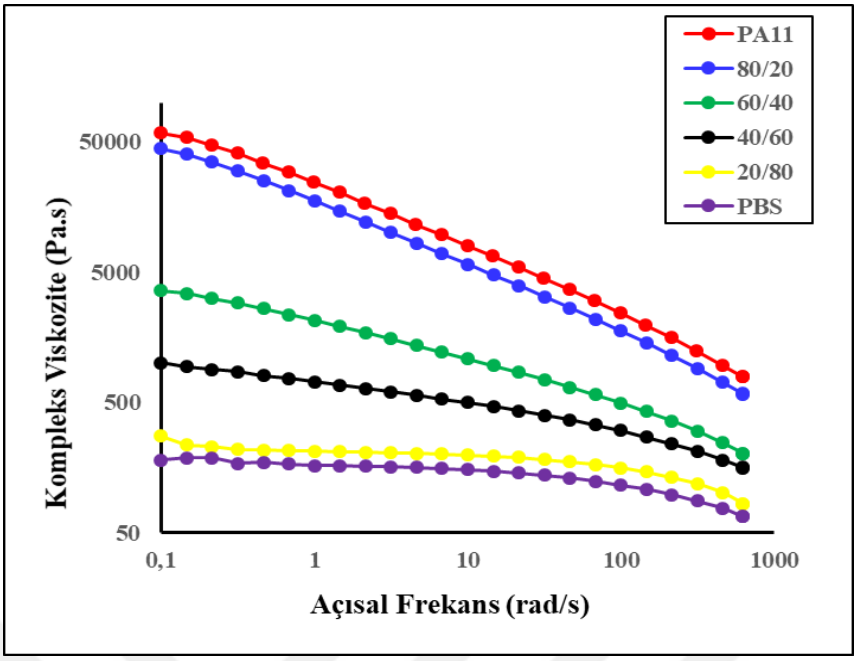
Şekil 5.3. Saf PA11, saf PBS ve PA11/PBS karışımlarının modül değerleri

Şekil 5.3'te Saf PA11, saf PBS ve PA11/PBS karışımlarının modül değerleri verilmiştir. Modül grafiği incelendiğinde, en düşük modül değerini 284.3 MPa ile PA11 ve en yüksek modül değerini 710.4 MPa ile PBS'nin sergilediği görülmektedir. Karışımların modül değerleri genellikle PA11/PBS polimer karışımları arasında yer alırken, 80/20 PA11/PBS polimer karışımının 650 MPa değeri ile en yüksek değer gözlemlenmiştir.

Tüm çekme testi verileri değerlendirildiğinde, 80/20 bileşiminde hazırlanan PA11/PBS karışımının kendi kendine uyumluluk davranışı sergilediği düşünülmektedir. En iyi mekanik özellikler sırasıyla 80/20 ve 60/40 bileşiminde hazırlanan karışımlarda görülmüştür. Yüksek lisans tez çalışmasında matris belirlemede ana ölçüt yüksek mekanik özellikler ve biyobozunurluk derecesidir. Bundan dolayı sonraki aşamalar için; 80/20 PA11/PBS karışımı en yüksek mekanik özellik sergilediğinden, 60/40 PA11/PBS karışımı ise hem mekanik özelliğinin iyi olması hem de biyobozunurluğunun 80/20'ye göre daha fazla olacağı düşünüldüğünden dolayı elyaf takviyeli kompozit örnekleri için matris olarak belirlenmişlerdir.

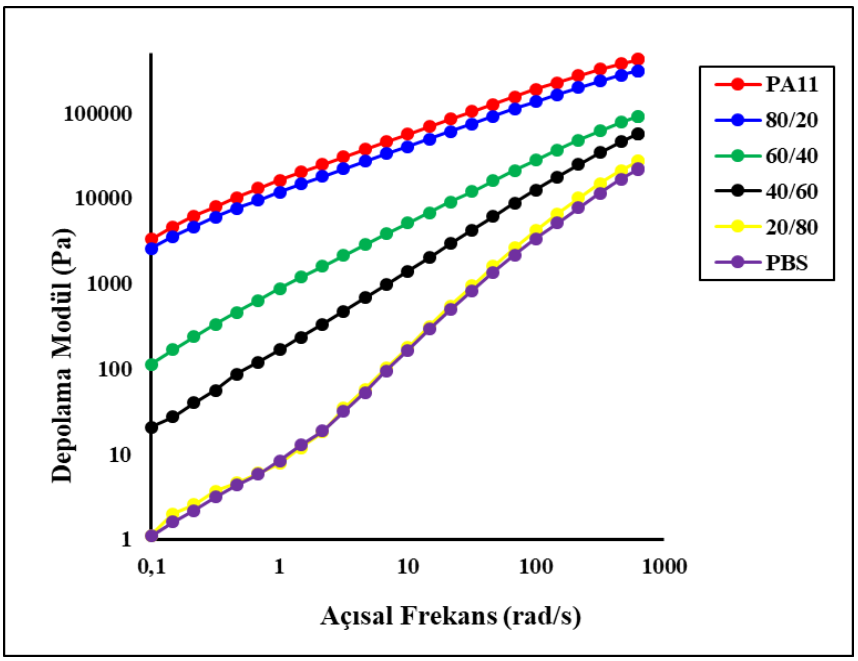
5.1.2. Reoloji Analiz Sonuçları

Üretimi yapılan Saf PA11, saf PBS ve farklı oranlardaki bütün karışımların eriyik haldeki özelliklerinin değerlendirilmesi için reolojik testleri yapılmıştır. Şekil 5.4'te açısal frekansa karşın kompleks viskozite grafiği gösterilmiştir. Grafik incelendiğinde; en yüksek viskozite değeri saf PA11'de görülürken, en düşük viskozite değeri de saf PBS'de görülmüştür. PA11'in kompleks viskozitesi tüm frekanslarda PBS'ye göre daha yüksektir; bu, amid grupları arasındaki güçlü hidrojen bağlarından kaynaklanmaktadır (Walha ve diğ., 2016). PBS yaklaşık 100 rad/s'ye kadar Newtonian davranış sergilerken, bu frekans değerinden sonra kayma incelmesi sergilemiştir. Tüm numunelerin kompleks viskozitelerinin artan açısal frekans ile azaldığı görülmüştür. Saf PA11 ve yüksek oranda PA11 içeren polimer karışımların, kompleks viskozite değerleri açısal frekansın artması ile düşüş göstermiştir. Bu durum polimerlerin klasik kayma incelmesi davranışıdır. PA11/PBS polimer karışımlarındaki PBS miktarının artması ile Newtonian davranışa geçilmiştir. PA11/PBS karışımları genellikle saf polimerlerin viskoziteleri arasında bir değer gösterirken, en yüksek kompleks viskozite değerini 80/20 PA11/PBS karışımı sergilemiştir.

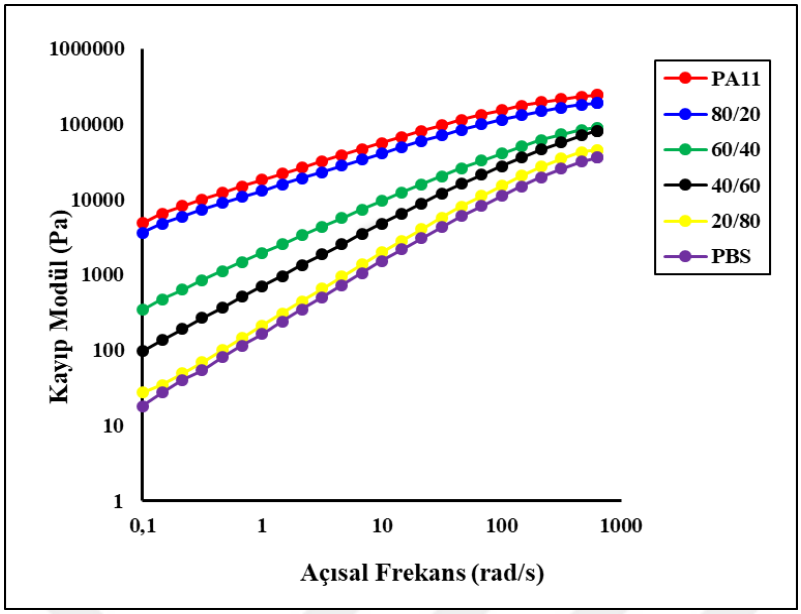


Şekil 5.4. Saf PA11, saf PBS ve PA11/PBS karışımlarının kompleks viskozite değerleri

Şekil 5.5'te PA11/PBS karışımlarının 210 °C'deki; açısal frekansa karşı depo modülü (E') grafiği, Şekil 5.6'da ise PA11/PBS karışımlarının açısal frekansa karşı kayıp modül (E") grafiği gösterilmiştir.



Şekil 5.5. Saf PA11, saf PBS ve PA11/PBS karışımlarının depo modülünün açısal frekansa karşı değişimi

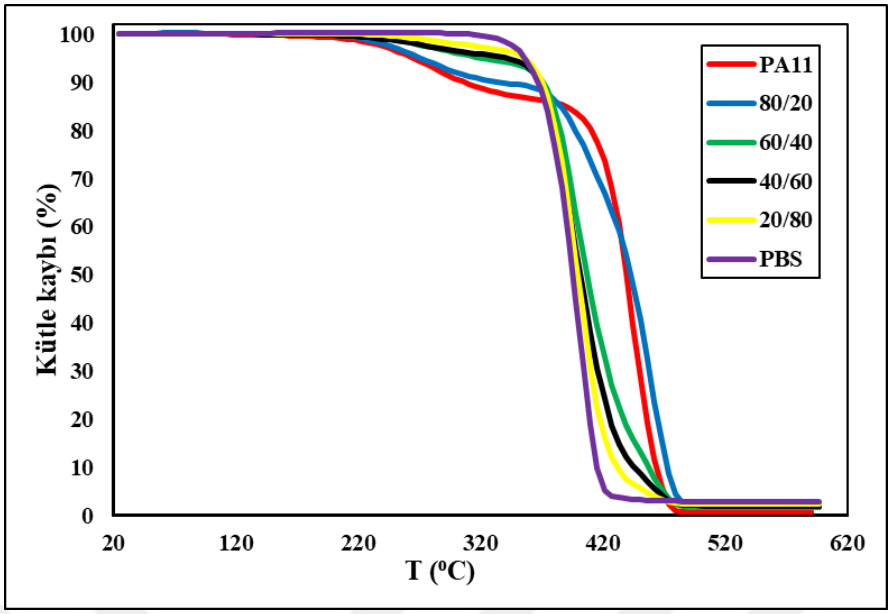


Şekil 5.6. Saf PA11, saf PBS ve PA11/PBS karışımlarının kayıp modülünün açısal frekansa karşı değişimi

Şekil 5.5. ve Şekil 5.6. birlikte incelendiğinde; açısal frekansın artması ile PA11/PBS polimer karışımlarının hem depo modülünde hem de kayıp modülünde bir artış görülmüştür. Aynı zamanda polimer karışımlarında PA11 miktarı arttıkça da depo ve kayıp modülü değerleri artmıştır. Depo modülünde ve kayıp modülde en yüksek değeri PA11, en düşük değeri PBS sergilerken karışımların modülleri saf polimerler arasında yer almıştır. Genel olarak PA11'in PBS'nin eriyik viskozitesini ve esnekliğini geliştirdiğini söyleyebiliriz.

5.1.3. Termogravimetrik Analiz (TGA) Sonuçları

Saf polimerlerin ve karışımların ısıl bozunma davranışları TGA ile incelenmiştir. Analiz sonucunda elde edilen TGA eğrisi Şekil 5.7'de verilmiştir. Isıl bozunma sıcaklıkları ile 600 °C'deki kalıntı miktar verileri ise Tablo 5.1'de gösterilmiştir. PA11 iki basamaklı bir bozunma sergilemiştir. Bu bozunmalardan ilk basamağın; yapısında bulunan plastikleşticiden, ikinci basamağın ise ana PA11 zincirlerinin bozunmasından kaynaklanmıştır. Saf PBS yaklaşık olarak 355 °C'de başlayan tek basamaklı ısıl bozunma sergilemiştir. (Chrissafis ve diğ., 2005; Mallardo ve diğ., 2016) 600 °C sıcaklıkta PA11'in kalıntı miktarı % 0.82, PBS'nin kalıntı miktarı ise % 2.94 olarak görülmüştür.



Şekil 5.7. Saf PA11, saf PBS ve PA11/PBS karışımlarının ısıl bozunma eğrisi

Tablo 5.1 incelendiğinde, karışımların %80 oranında PBS içeriğine kadar tüm bileşenlerin bozunmalarını gösteren üç aşama sergilediği görülmektedir. Üç basamaklı bozunma; T_{mak-1}; plastikleştiriciden, T_{mak-2}; PBS'den ve T_{mak-3}; PA11'den dolayı gerçekleşmiştir. PA11'in ağırlıkça %5'lik ($T_{d,5}$) ısıl bozunma sıcaklığının PBS ilavesi ile kademeli olarak arttığı görülmüştür. Ayrıca 600 °C'de tüm numunelerin kalıntı miktarlarının birbirine çok yakın değerler olduğu sonuçlardan görülmektedir. PA11 ile karıştırılan PBS miktarı arttıkça kalıntı miktarı da artmıştır. Karışımlar arasındaki 20PA11/80PBS polimer karışımı, %2.33 değeri ile maksimum kalıntı miktarı sergilemiştir. PBS'nin ısıl kararlılığı bozunma sıcaklıklarından da anlaşıldığı gibi ($T_{d,50}$ ve T_{mak-1}), karışımlardaki PA11 miktarının artması ile artmıştır.

Tablo 5.1. PA11/PBS polimer karışımlarının TGA analiz verileri

Numune Kodu	$T_{d,5}$ (°C)	$T_{d,50}$ (°C)	T_{mak-1} (°C)	T_{mak-2} (°C)	T_{mak-3} (°C)	Kalıntı Miktarı (600 °C) (%)
PA11	270.7	445.0	278.7	449.8	-	0.82
80/20	286.7	449.4	295.0	391.1	463.7	1.09
60/40	322.5	406.6	276.6	398.6	456.5	1.82
40/60	341.2	401.6	259.0	399.1	458.2	1.96
20/80	355.9	399.9	-	401.2	458.2	2.33
PBS	355.9	395.7	400.7	-	-	2.94

5.1.4. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Analiz Sonuçları

Saf PA11, saf PBS ve karışımlarının ısıl özelliklerinin incelenmesi için DSC ölçümleri yapılmıştır. Analiz sonucunda cihazdan alınan verilerden; erime sıcaklıkları (T_m), kristalizasyon sıcaklıkları (T_c) ve entalpi değerleri (ΔH) belirlenmiş ve denklik 4.1'e göre kristalinite değerleri (%Xc) hesaplanmıştır. DSC eğrileri eklerde yer alan Şekil A.1'de, egrilerden elde edilen ısıl veriler ise Tablo 5.2'de verilmiştir.

PA11 182 °C'de, PBS 115.9 °C'de erime sıcaklığı (T_m) gösterirken, karışımlar ise, bu iki sıcaklık değeri arasında homojen erimeyi temsil edecek tek bir erime sıcaklığı (T_m) değeri sergilememiştir. Karışımlarda iki ayrı erime ve kristallenme olayı meydana gelmiştir. Bu durum PA11 ve PBS'nin karışamaz polimerler olduğunu göstermektedir (Di Lorenzo ve diğ., 2019). Saf PBS ve karışımların soğuk kristalizasyon sıcaklıkları ikinci ısıtma adımından alınmıştır. PBS 102.3 °C'de soğuk kristalizasyon sıcaklığı sergilemiştir ve PA11 ile karıştırılması sonucunda soğuk kristalizasyon değerinde (T_{cc}'de) belirgin bir değişim görülmemiştir. PBS'nin 66 °C olan kristalizasyon sıcaklığı (T_c), PA11 ile karıştırılması sonucu artmıştır. Bu durum, PA11'in çekirdeklendirici ajan etkisinden dolayı gerçekleşmiştir (Hongsriphan ve diğ., 2021). Saf PA11 soğutma basamağında 147.6 °C'de hızlı kristallenmeye işaret eden keskin ve dar bir kristalizasyon pikine sahiptir. Bu sıcaklıkta PA11'in yapısındaki N-H bağlarının hızlı bir şekilde hidrojen bağları oluşturduğunu ve kristalizasyon için uygun hale geldiğini bildirilmiştir. (Feichao ve diğ., 2020)

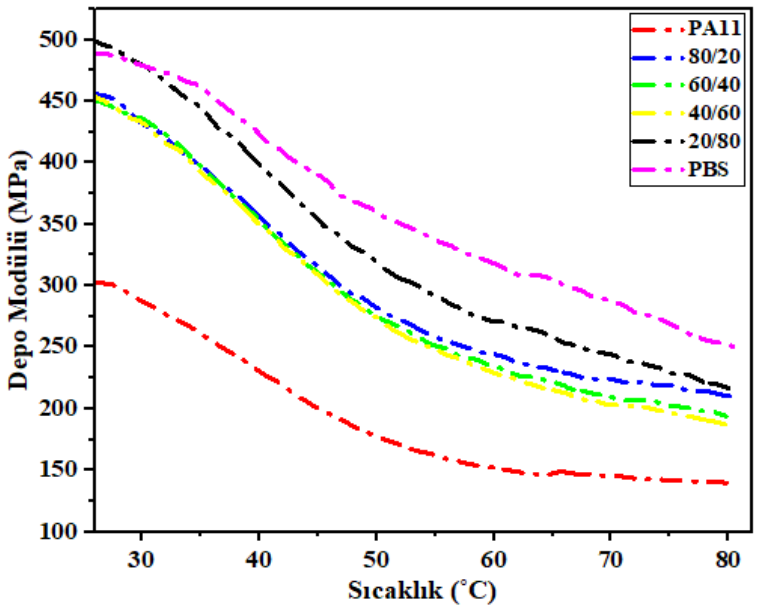
Tablo 5.2. PA11/PBS polimer karışımlarının DSC analiz verileri

Numune Kodu	**T_{cc} (°C)**	**ΔH_{cc} (J/g)**	**T_{m1} (°C) PBS**	**T_{m2} (°C) PA11**	**ΔH_{m1} (J/g) PBS**	**ΔH_{m2} (J/g) PA11**	**T_{c1} (°C) PBS**	**T_{c2} (°C) PA11**	**$X_{c(PA11)}$ (%)**	**$X_{c(PBS)}$ (%)**
PA11	-	-	-	182	-	33.3	-	147.6	16.2	-
80-20	-	-	111.3	184.5	10	24.6	147.9	-	15.0	22.7
60-40	101.4	1.59	112.4	185.1	25.7	14.9	151.8	70.3	10.7	27.4
40-60	102.2	1.45	112.7	185.5	29.9	10.4	153.9	72.1	10.9	21.5
20-80	104.2	4.83	114.3	188.2	38.8	6.54	154.3	72.4	4.2	19.3
PBS	102.3	8.99	115.9	-	57.8	-	66.4	-	-	22.2

5.1.5. Dinamik Mekanik Analiz Sonuçları

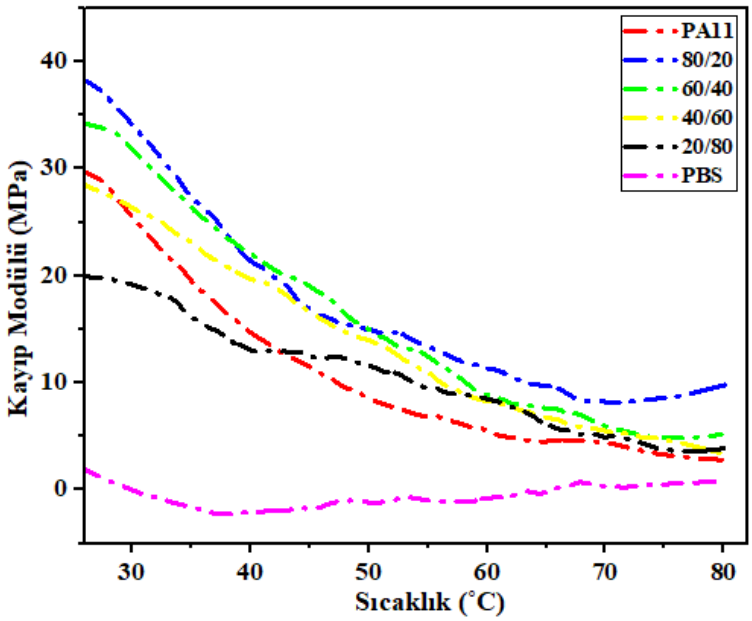
Saf PA11, saf PBS ve PA11/PBS karışımlarının dinamik mekanik analiz testleri yapılarak, viskoelastik davranışları incelenmiştir. Saf polimerlerin ve karışımların sıcaklığa karşı elde edilen depo modül (E') ve kayıp modül (E'') grafikleri sırasıyla Şekil 5.8 ve Şekil 5.9'da verilmiştir.

Depolama modülü (E'), malzemenin enerji depolama kabiliyeti ve sertliği hakkında bilgi veren elastik tepkisi ile ilgilidir. DMA analizinde uygulanan sıcaklık aralığında saf polimerlerde ve karışımlarda T_g değeri görülmediğinden dolayı Şekil 5.8'de verilen grafikten, malzemelerin camsı bölgedeki sergiledikleri davranışlardan ve depo modül değerleri hakkında bilgi edinilmemiştir. Camsı geçiş sıcaklığının üzerinde, Saf PA11 302 MPa depo modülü değerine sahip iken, saf PBS'nin modül değeri ise 500 MPa'dır. Karışımlar ise saf polimerlerin depo modülü arasında değerler sergilemiştir. Sıcaklık arttıkça saf PA11'in depo modülünün düşmesi, amorf fazına karşılık gelen polimer moleküllerinin hareketliliğinin yüksek olmasından kaynaklanmaktadır (Oliver-Ortega ve diğ., 2017). Saf PA11'e %60 oranında PBS eklendiğinde depo modül keskin bir artış olmuştur. Bu sonuç, malzemenin deformasyon karşısında daha fazla enerji depolayabildiğini göstermektedir. Grafikten de görüldüğü gibi, kauçuğumsu bölgede saf polimerlerin ve karışımların depo modül değerleri sıcaklık arttıkça azalmıştır.



Şekil 5.8. Saf PA11, saf PBS ve PA11/PBS karışımlarının depo modülü eğrisi

DMA analizinden elde edilen kayıp modül grafiği, malzemelerin kayıp enerjileri ve sıcaklıkla değişen viskoz özellikleri hakkında bilgi sağlamaktadır. Şekil 5.9'da gösterilen kayıp modül eğrilerinden T_g değerleri görülmemiştir. Saf PBS en düşük kayıp modül değerini sergilerken, saf PA11 30 MPa'lık bir değer göstermiştir. Grafikten de görüldüğü gibi en yüksek kayıp modül değeri 80/20 karışımında görülmüştür. Karışımların kayıp modül değerleri genellikle karışımlardaki artan PA11 miktarı ile yükselmiştir.



Şekil 5.9. Saf PA11, saf PBS ve PA11/PBS karışımlarının kayıp modülü eğrisi

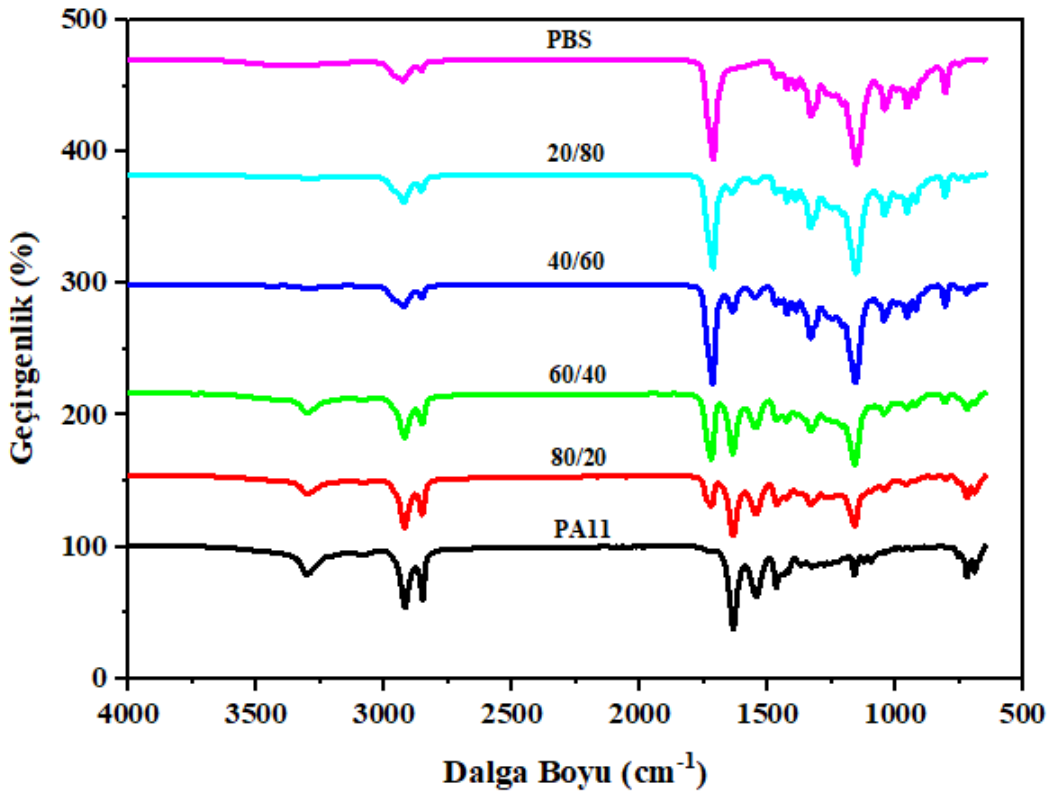
5.1.6. FTIR Analiz Sonuçları

Tez çalışması kapsamında kullanılan saf PA11, saf PBS ve karışımlarının kimyasal yapıları hakkında bilgi edinmek amacı ile FTIR analizi yapılmıştır. Analiz sonucu elde edilen FTIR spektrumları Şekil 5.10'da verilmiştir.

Saf PBS için karakteristik pikler; 3437 cm^{-1} (PBS uç gruplarının O-H gerilmesi), 2934 cm^{-1}, 2855 cm^{-1} (C-H gerilmesi), 1715 cm^{-1} (C=O gerilmesi) de görülmüştür (Then ve diğ., 2015; Hongsriphan ve diğ., 2021). PBS'nin ana zincirlerindeki -CH_2- gruplarının asimetrik gerilme piki 2855 cm^{-1} dalga boyunda görülürken, buna karşılık gelen simetrik gerilme piki ise 1330 cm^{-1} dalga boyunda gözlemlenmiştir. (Phua ve diğ., 2011)

1159 cm^{-1}'deki pik PBS'nin ester bağlarındaki –C–O–C– grubunun gerilmesinden kaynaklanırken, 1042 cm^{-1}'deki pik, –O–C–C– gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır. 801 cm^{-1}'de görülen absorpsiyon bandı, PBS'nin karboksilik asit gruplarındaki –C–OH eğilme titreşimine karşılık gelir. (De Matos Costa ve diğ., 2020)

Saf PA11'e ait FTIR spektrumuna bakıldığında; 3305 cm^{-1} dalga boyundaki pik N-H gerilmesini gösterirken, 2925 ve 2852 cm^{-1}'deki pikler de sırasıyla CH_2'nin asimetrik ve simetrik gerilmelerini göstermektedir (Hongsriphan ve diğ., 2021; Bahrami ve diğ., 2021). PA11'in karakteristik piklerinden olan 1636 cm^{-1}'deki pik C=O gerilmesine, 1543 cm^{-1} dalga boyundaki ise N-H bükülmesine atfedilebilir. Ayrıca 1636 cm^{-1} ile 1543 cm^{-1}' deki pikler sırasıyla PA11'in karakteristik amid I ve amid II gerilmelerini göstermektedir (Di Lorenzo ve diğ., 2019). 1471 cm^{-1} dalga boyundaki pik, CH_2 titreşiminden, 716 cm^{-1} ve 689 cm^{-1} dalga boylarındaki pikler ise C-H gerilmelerinden kaynaklanmaktadır. (Bahrami ve diğ., 2021)



Şekil 5.10. Saf PA11, saf PBS ve PA11/PBS karışımlarının FTIR spektrumları grafiği

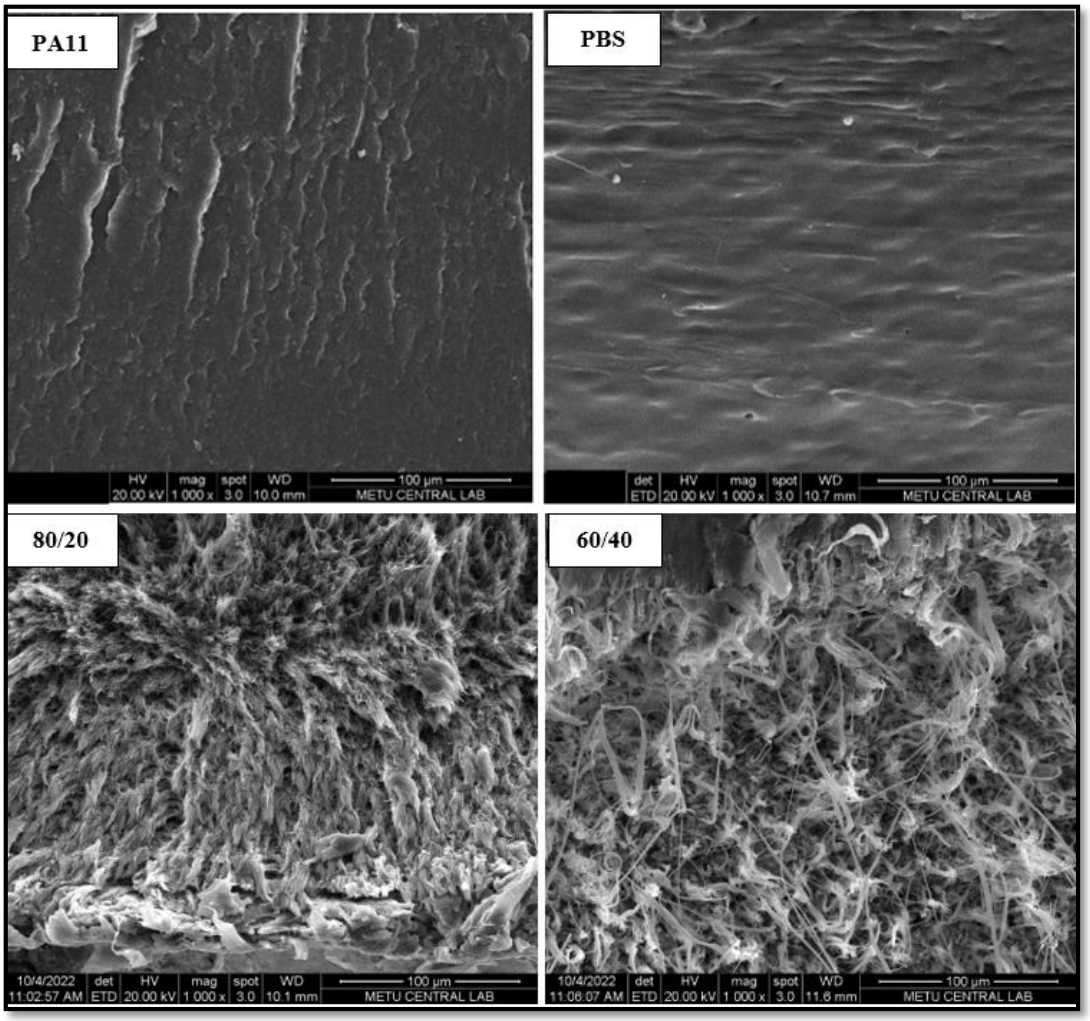
PA11/PBS karışımlarının FTIR spektrumları incelendiğinde; saf PBS'nin 1715 cm^{-1}' deki C=O gerilme titreşiminin, karışımlardaki PBS miktarının azalması ile şiddetinin azaldığı görülmüştür. Ayrıca, matrise ağırlıkça %60 ve üzeri PA11 eklendiğinde, PA11'in C=O gerilmesinin 4-5 cm^{-1} sola doğru kaydığı fark edilmiştir. Karışımlardaki PA11'e ait N-H gerilme titreşiminin ve amid I-II gerilmesinin artan PBS oranıyla genliklerinin azaldığı gözlemlenmiş ve hatta 20/80 polimer karışımında N-H gerilmesi görülmemiştir. Aynı zamanda karışımlarda PA11 oranının azalması ile PA11'e ait olan metilenin asimetrik ve simetrik gerilmelerini gösteren keskin piklerin şiddetinin azaldığı fark edilmiştir. Elde edilen sonuçlardan; PA11'in $–CH_2$- grupları ile PBS'nin C=O grupları arasında etkileşimlerin olduğu söylenebilir.

5.1.7. SEM Analiz Sonuçları

Saf polimerler ile PA11/PBS polimer karışımlarının faz yapısı ve morfolojisi hakkında bilgi edinmek amacı ile numunelerin kırılma yüzeylerinden SEM analizi yapılmıştır. Farklı büyütmelerde elde edilen yüksek çözünürlüklü SEM mikrografları Şekil 5.11-5.12'de verilmiştir.

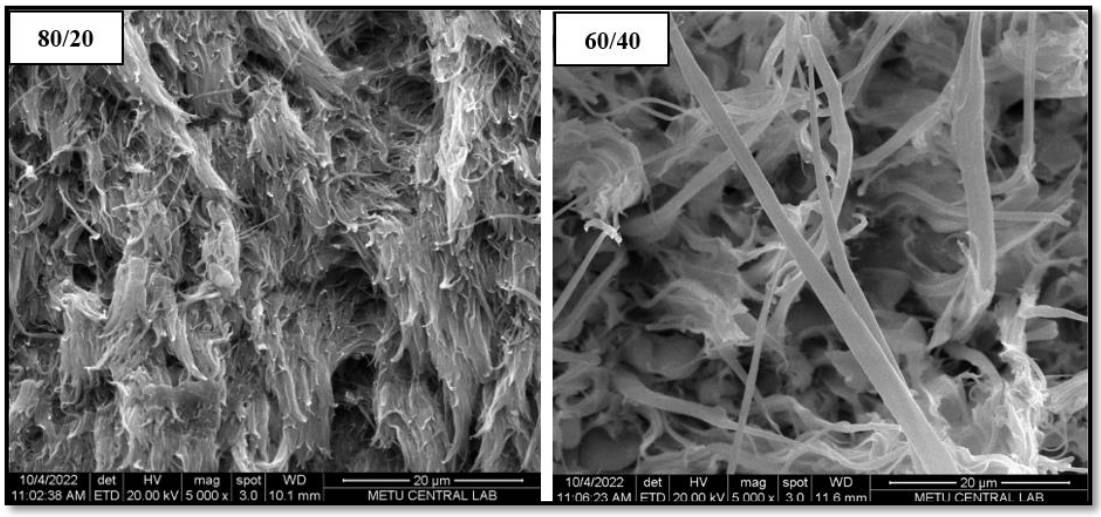
Saf polimerlerin görüntüleri incelendiğinde; pürüzsüz ve kriyojenik olarak kırılmış yüzeye sahip oldukları görülmektedir (Di Lorenzo ve diğ., 2019; De Matos Costa ve diğ., 2020). Saf PBS'nin kendi yapısı sert olduğu için yüzeyde bazı dalgalı yapılar görülmüştür.

PA11/PBS polimer karışımlarının görüntülerine bakıldığında; Polimer karışımları içerisindeki PBS bileşeninin matriste homojen bir dağılım sergilediği görülmektedir. Polimer karışımlarının bileşenleri arasında herhangi bir faz ayrımı olmamıştır. Karışımların iç içe ve dalgalı bir yapıya sahip olması, karışımın açıkça birlikte-sürekli morfoloji sergilediğini göstermektedir. 60PA11/40PBS polimer karışımına bakıldığında ise kriyojenik kırılma işleminde, PBS liflerinin matristen sünek bir halde bir miktar çıktığı görülmektedir. Bu durumda, PBS miktarının artmasıyla karışım bileşenlerinin uyumsuz hale geldiği söylenebilir. Mekanik özelliklerinde, PBS'nin artması ile düşüş göstermesi bu durumu destekleyebilir.

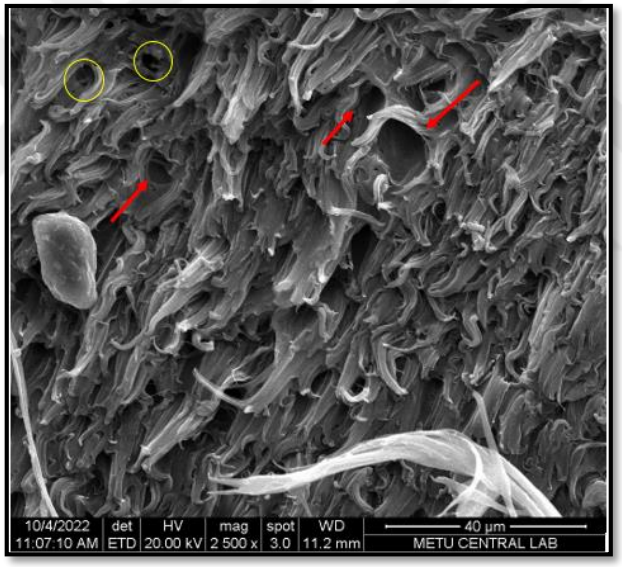


Şekil 5.11. Saf PA11, saf PBS ve PA11/PBS polimer karışımlarının SEM mikrografları (x1000-100 µm)

80PA11/20PBS ve 60PA11/40PBS polimer karışımlarının x5000 büyütmedeki yakın görüntüleri Şekil 5.12'de gösterilmektedir. Morfolojik yüzeylerin yakından incelenmesinde; kriyojenik olarak kırılmış yüzeyde dağılan PBS ile PA11 matris bileşeni arasında küçük liflerin varlığı ortaya çıkmıştır. PBS lifleri iki fazı birleştiren, ancak bazı boşluklar bırakan küçük lifler yoluyla PA 11'e bağlanmış gibi görünmektedir. Bu tür lifler, analiz edilen farklı bileşimdeki harmanların hepsinde gözlenir (Di Lorenzo ve diğ., 2019). Şekil 5.13'te görüldüğü gibi, 60/40 polimer karışımının x2500 oranındaki büyütmesindeki boşluklar yer almaktadır.



Şekil 5.12. 80PA11/20PBS ve 60PA11/40PBS karışımlarının SEM mikrografları (x5000-20 µm)



Şekil 5.13. 60PA11/40PBS karışımının boşluklu yapısını gösteren SEM mikrografı (x2500-40 µm)

Bileşenlerin farklı sıcaklıklarda kristalleşme/hacim büzülmesi: PA 11 ve PBS'nin farklı ısıl büzülmesinden dolayı matristeki stres veya eriyik soğutma hızı gradyanları ile karışımlar kalıntı ve stres bıraktığından, kırılma esnasında bu boşluklar ve lifler oluşabilir (Di Lorenzo ve diğ., 2019; Wu, 1990). Yüzeyde oluşan lifler, PA11 ile PBS makromolekülleri arasındaki etkileşimden kaynaklanıyor olabilir. (Chen ve diğ., 2019)

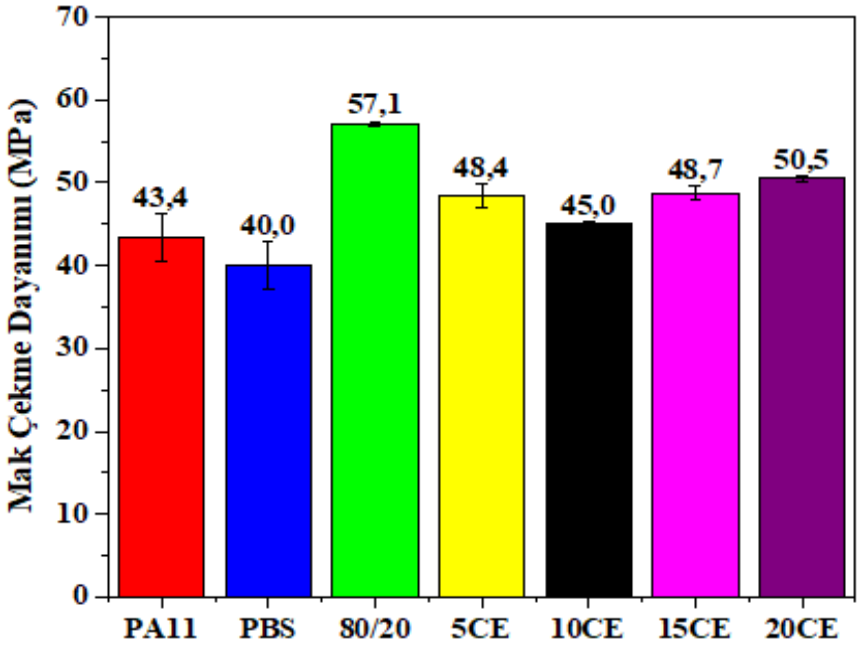
5.2. PA11/PBS/CE ve PA11/PBS/KE Kompozitlerinin Karakterizasyon Sonuçları

5.2.1. Çekme Testi Sonuçları

5.2.1.1. 80PA11/20PBS/CE ve 80PA11/20PBS/KE Kompozitlerinin Çekme Testi Sonuçları

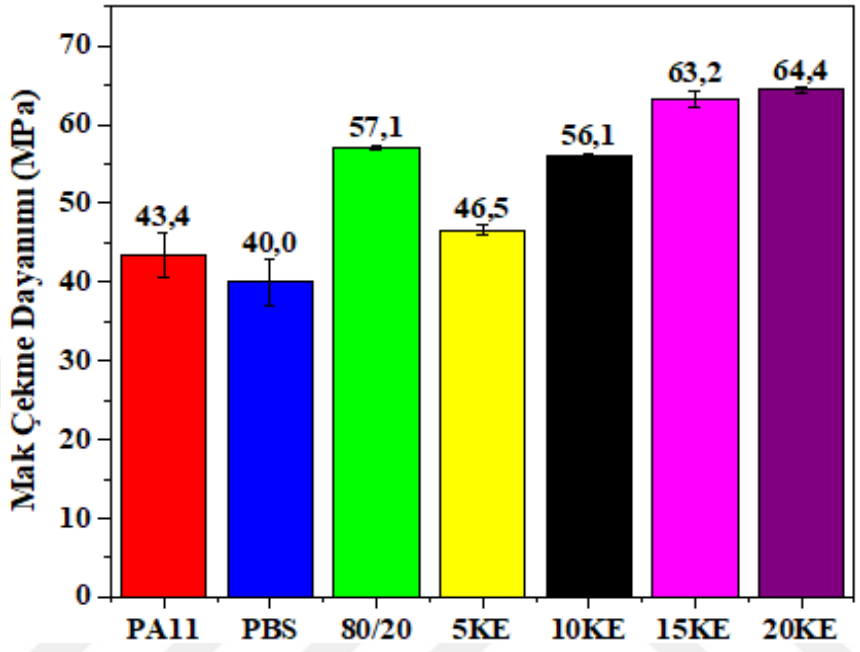
CE ve KE'nin 80PA11/20PBS karışımına ayrı ayrı takviye edilmesi ile üretilen kompozitlerin mekanik özelliklerine, elyaf takviye etkisinin incelenmesi için çekme testleri yapılmıştır. Analizi yapılan 80PA11/20PBS/CE ve 80PA11/20PBS/KE kompozitlerinin maksimum çekme dayanımı (MPa) grafikleri sırasıyla Şekil 5.14 ve Şekil 5.15'te gösterilmiştir. Çekme dayanımı sonuçları genel olarak incelendiğinde; karışıma CE eklemesinde karışımın mak. çekme dayanımının düştüğü, %10 ve üzeri KE ekelenmesinde ise bir miktar arttığı görülmektedir.

PA11/PBS/CE kompozitlerinde artan CE miktarıyla beraber mak. çekme dayanımı kademeli olarak azalmıştır. Mak. çekme dayanımı değeri 57.1 MPa olan PA11/PBS karışımına %5 oranında CE eklendiğinde bu değerde %15'lik bir düşüş olurken, %20 oranında CE eklendiğinde ise %11.5'lik bir düşüş olmaktadır. Bu düşüşler CE takviyeli kompozitler için beklenmedik sonuçlardır.



Şekil 5.14. 80PA11/20PBS/CE kompozitlerinin mak. çekme dayanımı grafiği

Şekil 5.12'den de görüldüğü gibi polimer karışımının mak. çekme dayanımında artan KE oranıyla birlikte azalmalar görülmüştür. PA11/PBS karışımına %5 KE ilavesinde mak. çekme dayanımı %18.5'lik bir düşüş sergilerken, %20 KE ilavesinde de %12.7'lik bir artış göstermiştir.



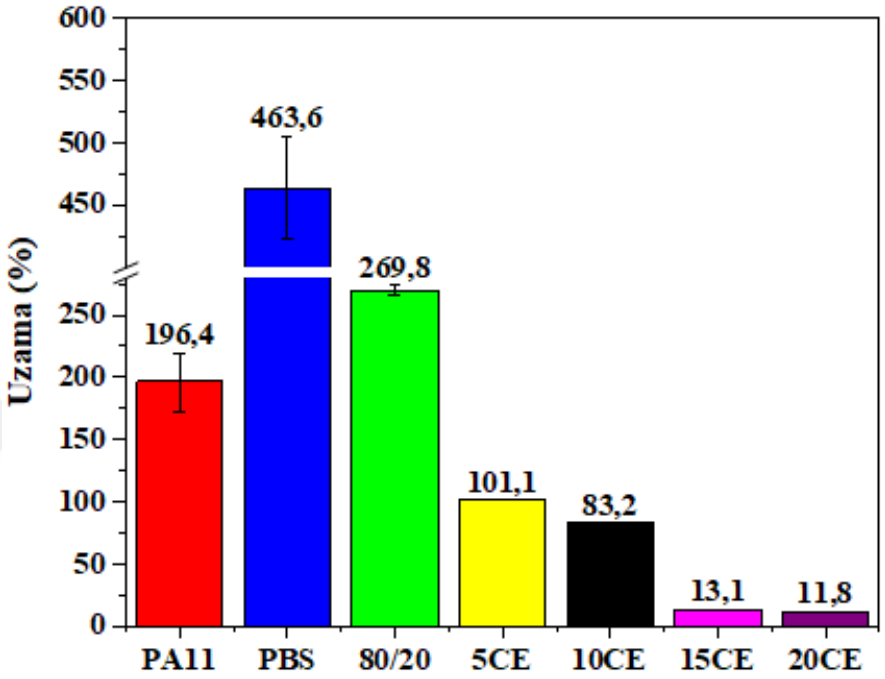
Şekil 5.15. 80PA11/20PBS/KE kompozitlerinin mak. çekme dayanımı grafiği

CE ve KE'nin polimer karışımına ilave edilmesi sonucunda, maksimum dayanımdaki uzamada meydana gelen değişiklik incelenmiştir. 80PA11/20PBS/CE ve 80PA11/20PBS/KE kompozitlerinin elde edilen mak. dayanımdaki uzama (%) grafikleri sırasıyla Şekil 5.16-5.17'de verilmiştir.

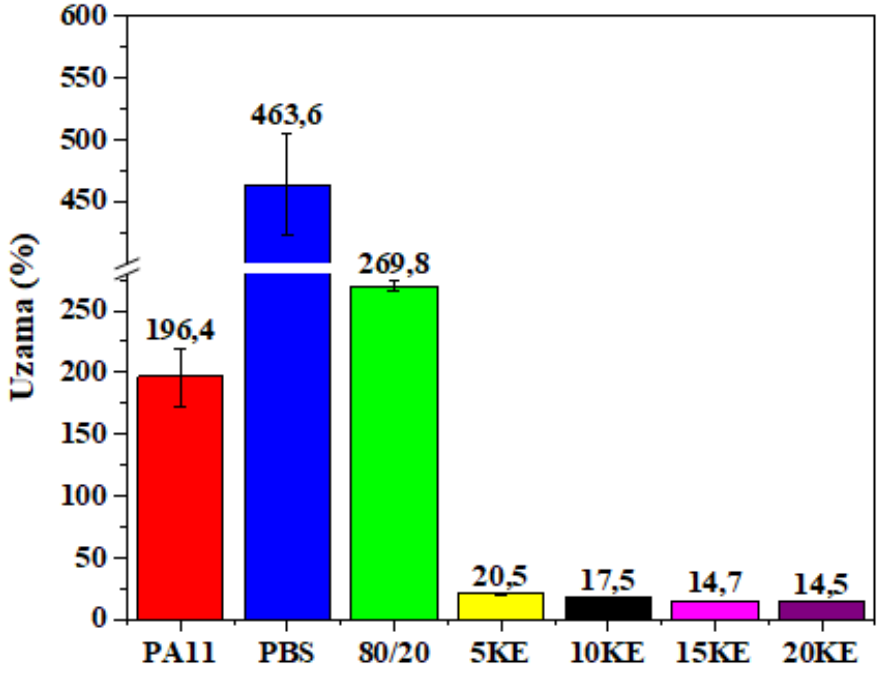
Şekil 5.16'daki uzama grafiğine bakıldığında; saf PA11 için %196.4, saf PBS için %463.6 ve 80/20 polimer karışımı için %269.8 olduğu görülmektedir. Polimer karışımına %5-10-15-20 oranlarında CE eklemesi ile uzamalarının sırasıyla %101,1, %83.2, %13.1 ve %11.8'e düştüğü görülmektedir. Kopmaya kadar çekme uzaması, kompozitlerin sünekliğinin bir ölçüsüdür. CE içeriği için, kompozitin sünek-kırılgan geçiş davranışı gösterdiğinden kompozitlerin kırılgan yapıya geçişi söylenebilir. (Wang ve diğ., 2019)

80PA11/20PBS/KE kompozitlerinin mak. dayanımdaki uzamaları artan KE oranı ile düşmüştür. Artan KE oranına göre uzama değerleri Şekil 5.17'de verilmiştir. Karışımın %269.8 olan uzama değeri, %5 KE eklendiğinde %20.5'e düşerken, %20 KE

eklendiğinde %14.5'e kadar düşmüştür. Sünek yapıya sahip olan polimer karışımına sert KE'ler ilave edildiğinde, polimerlerin sünekliği üzerinde olumsuz etki yapma eğiliminde olurlar ve böylece uzama değerlerini düşürmeleri beklenir. (Magniez ve diğ., 2015)



Şekil 5.16. 80PA11/20PBS/CE kompozitlerinin uzama grafiği



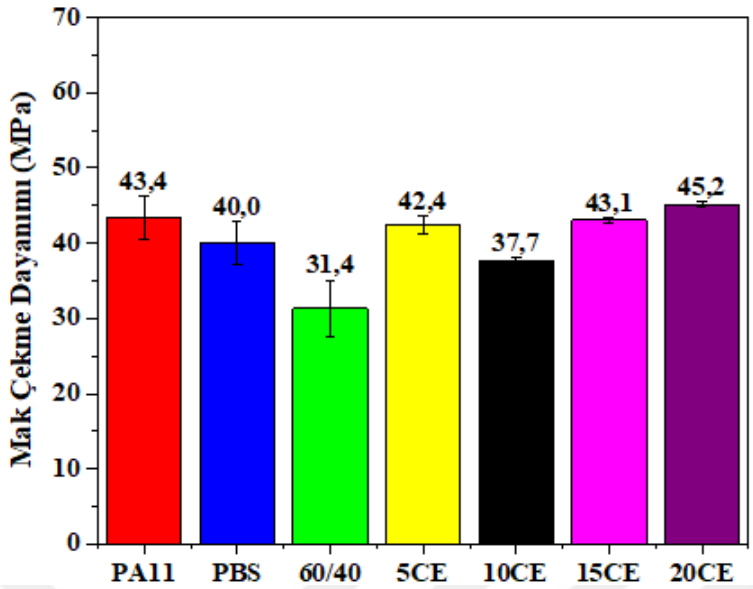
Şekil 5.17. 80PA11/20PBS/KE kompozitlerinin uzama grafiği

CE ve KE'nin yüksek performansa sahip takviye malzemeleri olduğu bilinmektedir. Ayrıca üstün özelliklerinden dolayı polimerlerin mekanik özelliklerinin daha da geliştirilmesine yardımcı olurlar (Rajak ve diğ., 2022; Yang ve diğ., 2019; Kausar ve diğ., 2019). 80PA11/20PBS/CE ve 80PA11/20PBS/KE kompozitlerinin tüm bu mekanik özellikleri değerlendirildiğinde; beklenen sonuçların elde edilmediği fark edilmiştir. Bundan dolayı, bölüm 5.1.1'de verilen polimer karışımlarının çekme dayanımı sonuçlarına dayanarak; 80PA11/20PBS karışımından sonra 60PA11/40PBS karışımının yüksek mekanik özellikler sergilediği sonucuna varılmıştır. Ayrıca tez çalışmasının asıl amaçlarından bir tanesi de biyobazlı ve biyobozunur kompozit malzemelerin üretilmesi olduğu için bu karışım matris olarak seçilmiş ve elyaf takviyesinin etkileri incelenmiştir. 60/40 bileşimindeki polimer karışımının PBS oranının daha fazla olması nedeniyle biyobozunurluk oranın da fazla olacağı düşünülmektedir. 60/40 bileşimindeki polimer karışımının sergilemiş olduğu özellikleri nedeniyle sonraki aşamalar için matris olarak belirlenmiştir. Bundan sonraki aşamalar da karakterizasyon testleri 60PA11/40PBS/CE ile 60PA11/40PBS/KE kompozitleri için gerçekleştirilmiştir.

5.2.1.2. 60PA11/40PBS/CE ve 60PA11/40PBS/KE Kompozitlerinin Çekme Testi Sonuçları

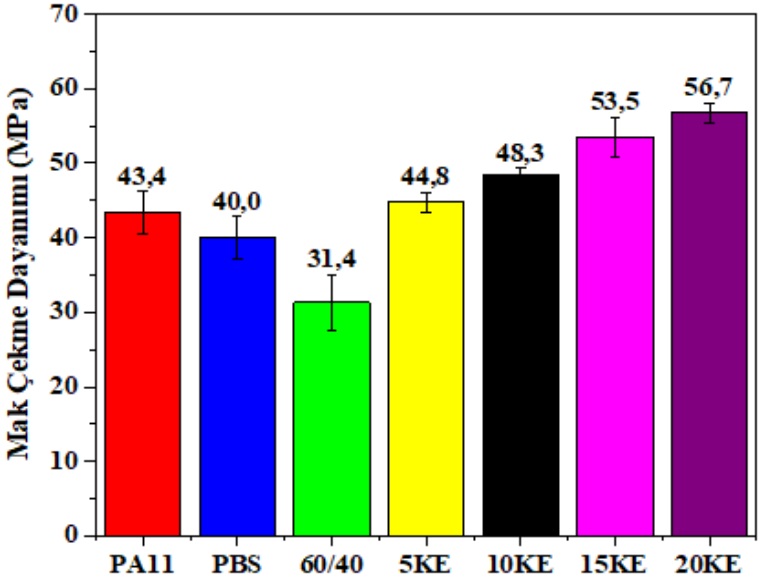
60PA11/40PBS/CE ve 60PA11/40PBS/KE kompozitlerinin mekanik özelliklerinin incelenmesi için çekme testi analizleri yapılmıştır. Kompozitlerin elde edilen mak. çekme dayanımı (MPa) grafikleri Şekil 5.18-5.19'da gösterilmektedir. Çekme dayanımı grafiklerinden de görüleceği gibi, CE ve KE takviye edildiğinde PA11/PBS karışımının mak. çekme dayanımını artmıştır.

PA11/PBS/CE kompozitlerinin mak. çekme dayanımı grafiği Şekil 5.18'de gösterilmiştir. Saf PA11'in, saf PBS'nin ve 60PS11/40PBS karışımının mak. çekme dayanımı değerleri sırasıyla 43.4 MPa, 40 MPa ve 31.4 MPa'dır. Farklı oranlarda CE eklenen polimer karışımının mak. çekme dayanımının arttığı görülmüştür. Bununla birlikle kompozitlerin mak. çekme dayanımı değerleri de artan CE oranıyla beraber artmıştır. PA11/PBS karışımının mak. çekme dayanım değeri, %5 oranında CE takviye edildiğinde %35'lik bir artış sergilerken, %20 oranda CE takviyesinde %43.9'luk bir artış gözlenmektedir.



Şekil 5.18. 60PA11/40PBS/CE kompozitlerinin mak. çekme dayanımı grafiği

Şekil 5.19'daki KE takviyeli PA11/PBS kompozitlerinin mak. çekme dayanımı grafiğinden de görüleceği üzere; polimer karışımına farklı oranlardaki KE'nin ilavesi, karışımın mak. çekme dayanımı değerini önemli ölçüde artırmıştır. Aynı şekilde kompozitlerin mak. çekme dayanımının KE oranının artması ile kademeli olarak arttığı gözlemlenmiştir. Ağırlıkça %5-10-15-20 oranlarında KE takviyesi yapılan PA11/PBS karışımının 31.4 MPa'lık mak çekme dayanımı değeri, KE takviyesi sonucu %42.7-%80.6'lık bir artış göstermiştir.

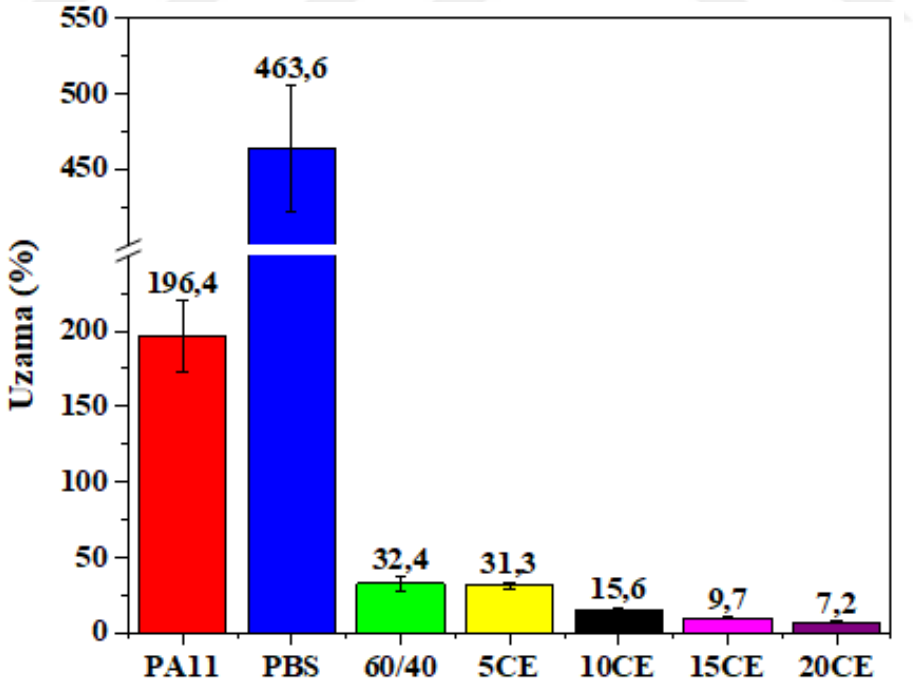


Şekil 5.19. 60PA11/40PBS/KE kompozitlerinin mak. çekme dayanımı grafiği

CE ve KE takviyeli PA11/PBS kompozitlerinin mak. çekme dayanımı sonuçları beraberinde değerlendirildiğinde; her iki takviye malzemesinin de polimer karışımının mak. çekme değerini artırdığı sonucuna varılmıştır. Kompozit malzemeler karşılaştırılacak olduğunda, her ikisinin de en yüksek mak. çekme dayanım değerinin %20 CE ve KE yüklemesinde elde edildiği sonuçlardan görülmektedir. Bu değer; PA11/PBS/CE kompoziti için 45.2 MPa, PA11/PBS/KE kompoziti için ise 56.7 MPa'dır.

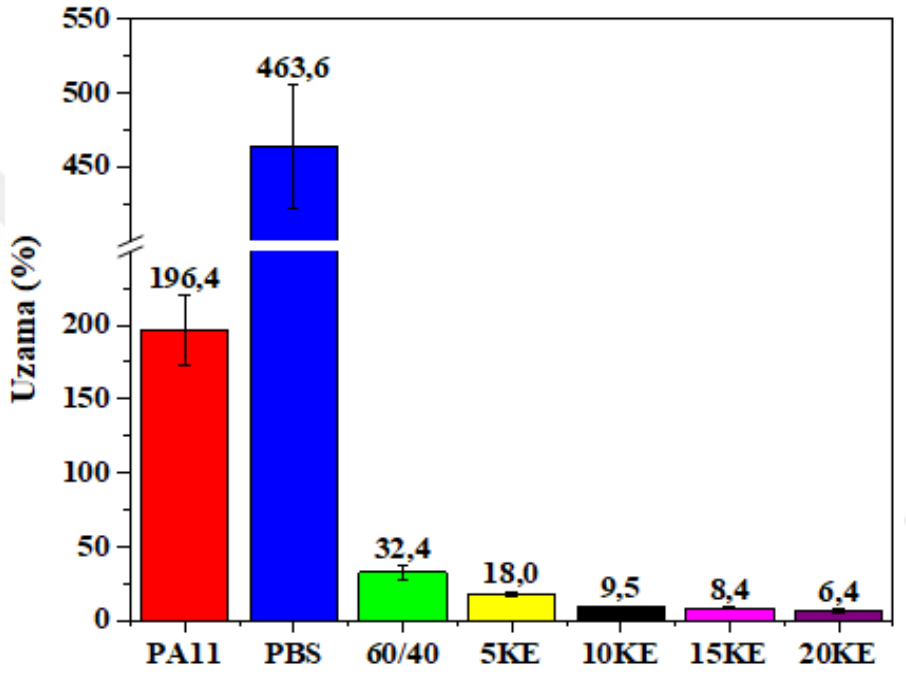
PA11/PBS/CE ile PA11/PBS/KE kompozitlerinin mak. dayanımdaki uzama (%) grafikleri sırasıyla Şekil 5.20'de ve 5.21'de gösterilmiştir. PA11/PBS karışımına, CE ve KE'nin farklı oranlarda yüklemesi yapılmıştır. Elde edilen sonuçlardan karışımın uzama değerinin hem CE yüklemesinde hem de KE yüklemesinde azaldığı görülmektedir.

Karışımın uzaması %32.4 iken; %5 CE eklendiğinde bu değer %31.3'e düşmüş ve artan CE ile de %7.2'lere kadar azaldığı görülmüştür. Bu azalmanın nedeni sert elyaf takviyeli polimer kompozitler için normaldir. Çünkü sert lifler polimer matristen daha az süneklik gösterirler ve kırılmadan önce polimer matrisin deformasyonunu kısıtlarlar. (Wang ve diğ., 2019)



Şekil 5.20. 60PA11/40PBS/CE kompozitlerinin uzama grafiği

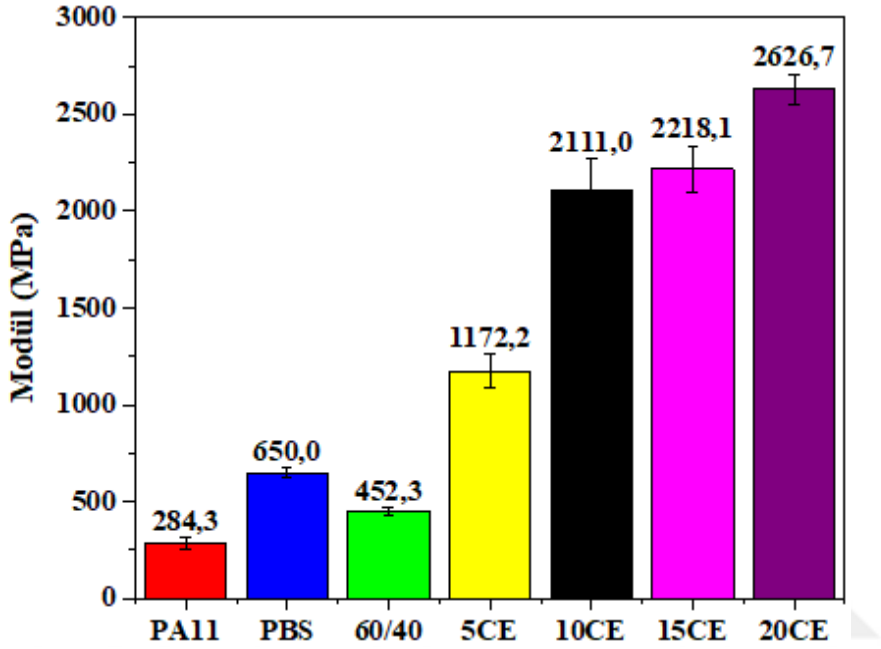
Şekil 5.21'de verilen grafikten de görüleceği gibi, karışıma %5 KE eklendiğinde karışımın uzama değeri %18'e düşmüş ve KE oranı arttıkça da %6.4'e kadar azalmıştır. KE'lerin zincir hareketliliğinin kısıtlaması ile uzama değeri azalır. Ayrıca KE takviyeli kompozitlere gerilim uygulandığı zaman elyaf uçlarında mikro çatlaklar meydana gelmektedir. Mikro çatlakların zamanla lifler boyunca büyürler ve matrise dağılırlar. Bu yüzden kompozitlerde kırılma mekanizması oluşur. Bu mekanizma da büyük ölçüde elyaf uçlarının sayısına bağlıdır. (Hazer ve diğ., 2018)



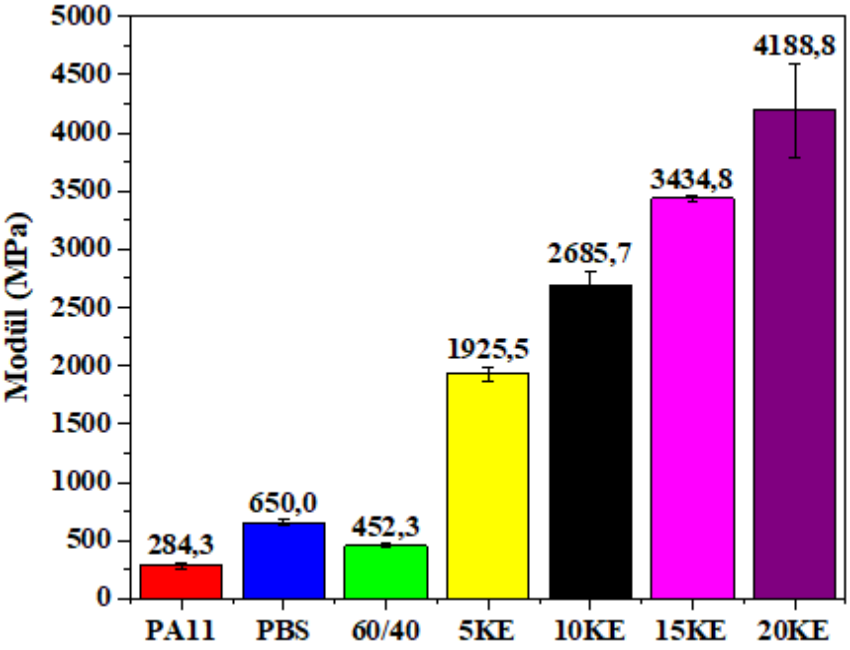
Şekil 5.21. 60PA11/40PBS/KE kompozitlerinin uzama grafiği

PA11/PBS/CE ile PA11/PBS/KE kompozitlerinin modül (MPa) değerlerini gösteren grafik Şekil 5.22 ve 5.23'te verilmiştir. Saf PA11, saf PBS ve 60PA11/40PBS karışımının modül değerleri sırasıyla 284.3 MPa, 710.4 MPa ve 452.3 MPa'dır. PA11/PBS karışımına farklı miktarlarda CE ve KE yüklemesinde her ikisinin de karışımın modül değerini kademeli olarak yükselttiği görülmüştür. Karışıma ağırlıkça %5-10-15 ve 20 oranında CE eklenmesi, matrisin modülünde %159 - %480'lik bir artış sağlamıştır. Bu modül değerindeki artış CE'nin daha yüksek modül değerinden kaynaklanmaktadır (Qiu ve diğ., 1999; Wang ve diğ., 2019). PA11/PBS/CE kompozitlerinin SEM mikrograflarında görülen elyaf-matris yapışması daha kuvvetli olmuş olsaydı, elde edilen modül değeri sonuçları daha yüksek olabilirdi. Aynı zamanda karışıma aynı oranlarda KE yüklemesi

yapılmıştır. Elde edilen sonuçlar, karışımın modül değerinin KE yüklemesiyle %326 ile %826 arasında bir artış sağladığını göstermiştir. Polimer karışımın modülünün KE eklenmesi ile artması beklenen bir davranıştır (Hazer ve diğ., 2018; Magniez ve diğ., 2015). Bu durum SEM mikrograflarında da görülen kuvvetli elyaf-matris ara yüzey yapışmasının bir sonucudur.



Şekil 5.22. 60PA11/40PBS/CE kompozitlerinin modül grafiği



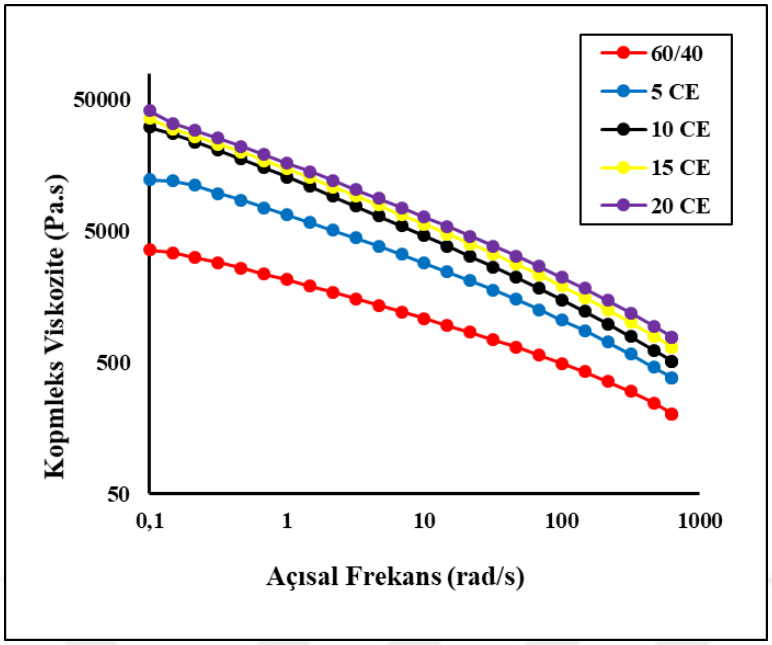
Şekil 5.23. 60PA11/40PBS/KE kompozitlerinin modül grafiği

Tüm çekme testi sonuçları birlikte değerlendirildiği; farklı miktarlarda hem CE hem de KE yüklemesinde 60PA11/40PBS karışımının mekanik özelliklerinin geliştiği söylenebilir. Kompozit malzemeler arasında en yüksek mekanik özellikleri ağırlıkça 20 CE ve 20 KE içeren kompozitler sergilemiştir. Ayrıca KE takviyeli kompozitlerin CE takviyeli kompozitlere göre daha üstün mekanik özellikler sergilediği gözlemlenmiştir.

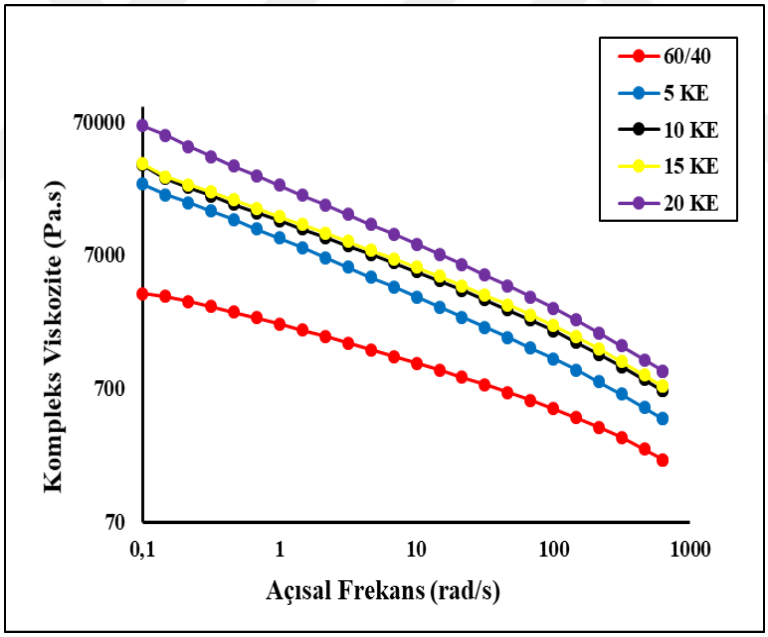
5.2.2. Reoloji Analiz Sonuçları

Şekil 5.24-5.25'te PA11/PBS/CE ve PA11/PBS/KE kompozitlerinin, 210 °C'de açısal frekansa karşı kompleks viskozite değişimlerini gösteren eğriler verilmiştir. Şekil 5.24 ve 5.25'teki eğrilerden de anlaşılacağı gibi karışımın ve tüm kompozitlerin kompleks viskozitelerinin, artan frekans değeri ile azaldığı görülmektedir. Bu davranış, kompozitlerin tipik kayma incelmesi davranışıdır. 60PA11/40PBS polimer karışımına liflerin (CE ve KE) eklenmesiyle karışımın kompleks viskozitesi yükselmiştir. Kompozitler için ise elyaf miktarı ile doğru orantılı bir şekilde kompleks viskozite de artmıştır. Öte yandan, PA11/PBS/CE ve PA11/PBS/KE kompozitlerinin kayma incelmesi davranışının matristen daha yüksek olduğu görülmüştür. Bu durum; SEM analizi sonuçlarıyla desteklenen, liflerin matris içerisinde homojen bir dağılım sergilediğine bağlanabilir. (Durmaz ve Aytaç, 2021; Arabeche ve diğ, 2020)

%10 ve üzeri CE eklenmesinde kompleks viskozite de önemli bir değişiklik olmamıştır. PA11/PBS/CE kompozitleri için açısal frekans arttıkça kompleks viskozitenin azaldığı görüşmüştür. Bu sonuç; frekansın yüksek olduğu durumlarda, CE'nin deforme olması ile uzamasından ve buna bağlı olarak da matris fazının akışkanlığının artması durumundan kaynaklanmaktadır (Guschl ve Otaigbe, 2003). PA11/PBS karışımına %5 oranında KE eklendiğinde, karışımın kompleks viskozitesinde ani bir artış görülmüştür. Sert KE'lerin ilavesi polimerlerin zincir haraketliliğini engelleyerek eriyik viskozitesinde ani bir artışa sebep olmuştur. PA11/PBS/KE kompozitlerinin kompleks viskozite değerleri artan KE miktarıyla çok fazla değişmemekle beraber, %10 ve üzeri oranlardaki KE miktarlarında neredeyse aynı olduğu görülmektedir. Bunun nedeni; %10 oranında KE içeren kompozitin reolojik süzülme eşiğine ulaşmasından ve hizalanma eğilimi göstermesinden kaynaklanabilir. (Kasgoz ve diğ., 2014)



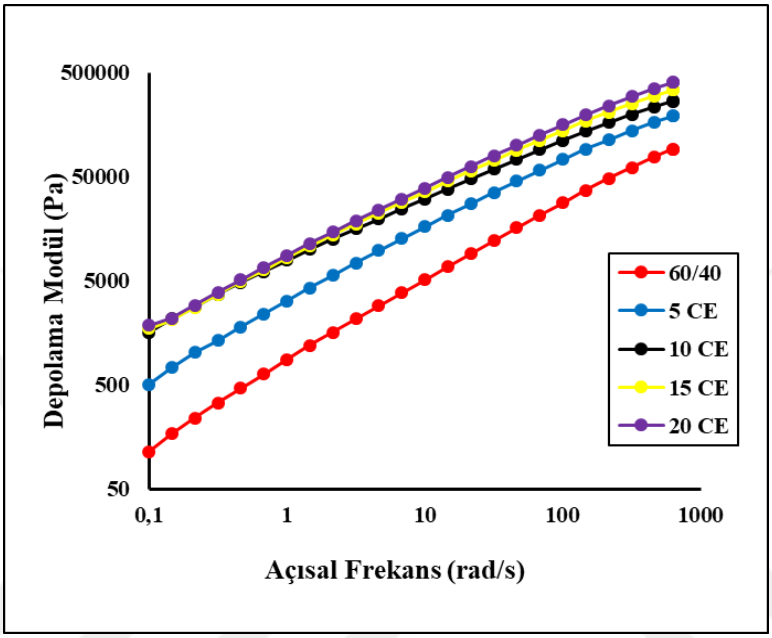
Şekil 5.24. PA11/PBS/CE kompozitlerinin kompleks viskozite grafiği



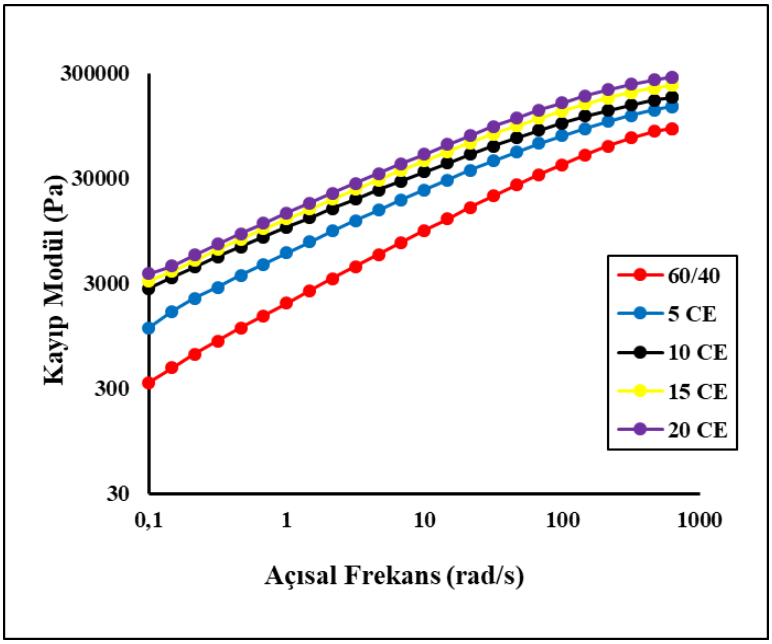
Şekil 5.25. PA11/PBS/KE kompozitlerinin kompleks viskozite grafiği

PA11/PBS/CE kompozitlerinin depo modül (E') ve kayıp modül (E") eğrileri Şekil 5.26-5.27'de gösterilmiştir. PA11/PBS karışımının depo modülü ile kayıp modülü, CE eklenmesi ile artmıştır. Bu davranış genellikle polimerlerin tipik bir özelliğidir. Aynı zamanda elastikiyet de artmıştır (Rueda ve diğ., 2017). PA11/PBS/CE kompozitlerinde, depo modülü kayıp modülden daha düşük değerler sergilemiştir. Bu durum, katı-sıvı

dönüşümünün reolojik davranışındaki değişikliği göstermektedir (Kracalik ve diğ., 2008). Frekans arttıkça karışımın ve kompozitlerinin her iki modülü de artış sergilemiştir. CE'nin eklenmesiyle depo modülündeki artış, erime mukavemetinin arttığını yani kompozitin deformasyon sırasında daha fazla enerji depolayabildiğini gösterir. (Kracalik ve diğ., 2008)

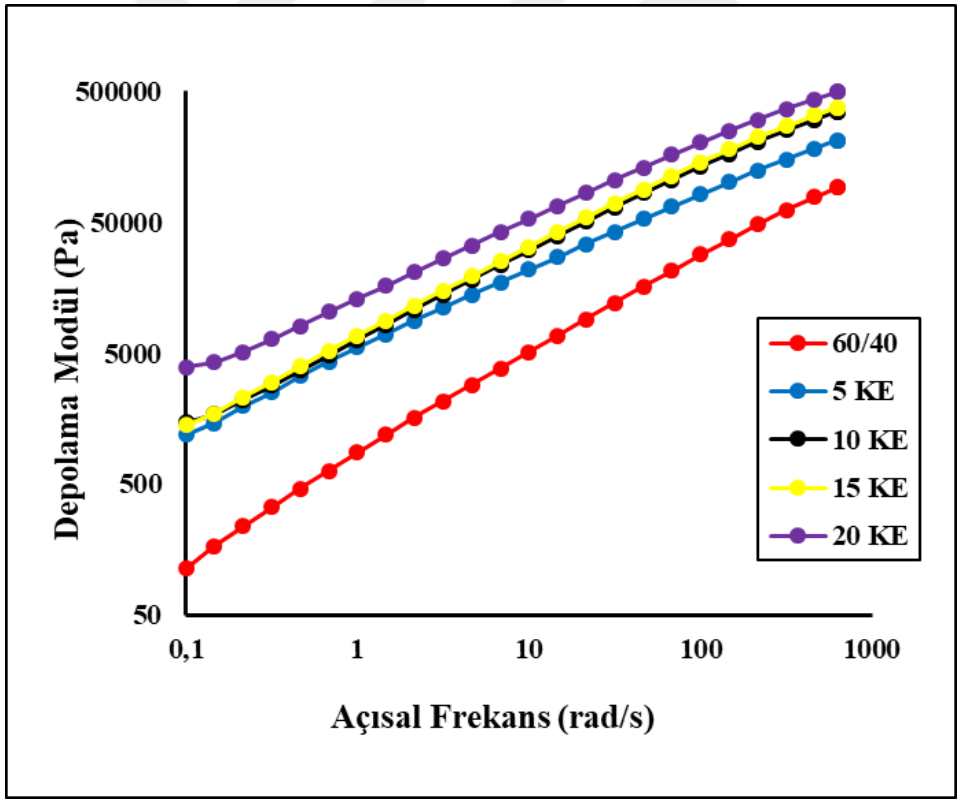


Şekil 5.26. PA11/PBS/CE kompozitlerinin depolama modül eğrisi

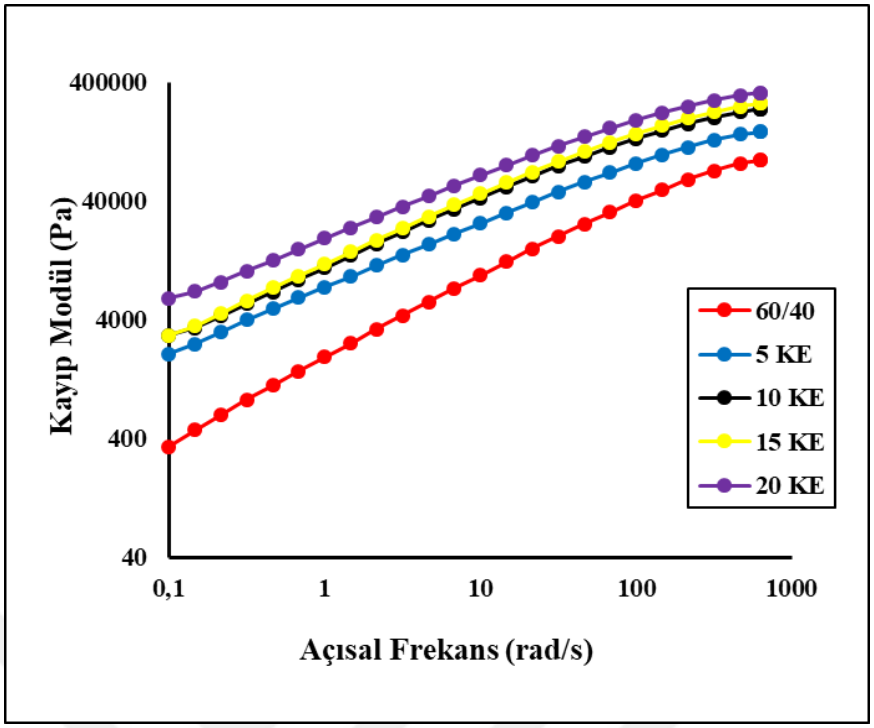


Şekil 5.27. PA11/PBS/CE kompozitlerinin kayıp modül eğrisi

PA11/PBS/KE kompozitlerinin depo modül (E') ve kayıp modül (E") grafikleri Şekil 5.28-5.29'da gösterilmiştir. Elyaf takviyesi ile PA11/PBS karışımının hem depo modülünün hem de kayıp modülünün arttığı görülmüştür. Polimerlerin karakteristik davranışı olan bu sonuç, polimer zincirlerinin gevşeme süresi ile ilişkilidir (Ajinjeru ve diğ., 2018; Kishore ve diğ., 2020). Aynı şekilde frekansın artmasıyla birlikte karışımın ve kompozitlerinin her iki modülünün de arttığı fark edilmiştir. PA11/PBS karışımına ağırlıkça %5 KE eklendiğinde her iki modülde keskin bir artış görülmesine rağmen, ağırlıkça %10-15-20 KE ilavesinde önemli bir değişiklik olmamıştır. KE'nin eklenmesi ile depo modülünün artması, erime mukavemetinin arttığını, uygulanan gerilmenin matristen elyafa etkili bir şekilde aktarılabileceğini ve kompozitin deformasyon sırasında daha fazla enerji depolayabildiğini gösterir. Ayrıca, her iki modülünde artması, rijit olan takviyenin yapıya dahil edilmesinden dolayı matrisin rijitliğindeki artışla ilişkilidir. (Durmaz ve Aytac, 2022)



Şekil 5.28. PA11/PBS/KE kompozitlerinin depolama modül grafiği

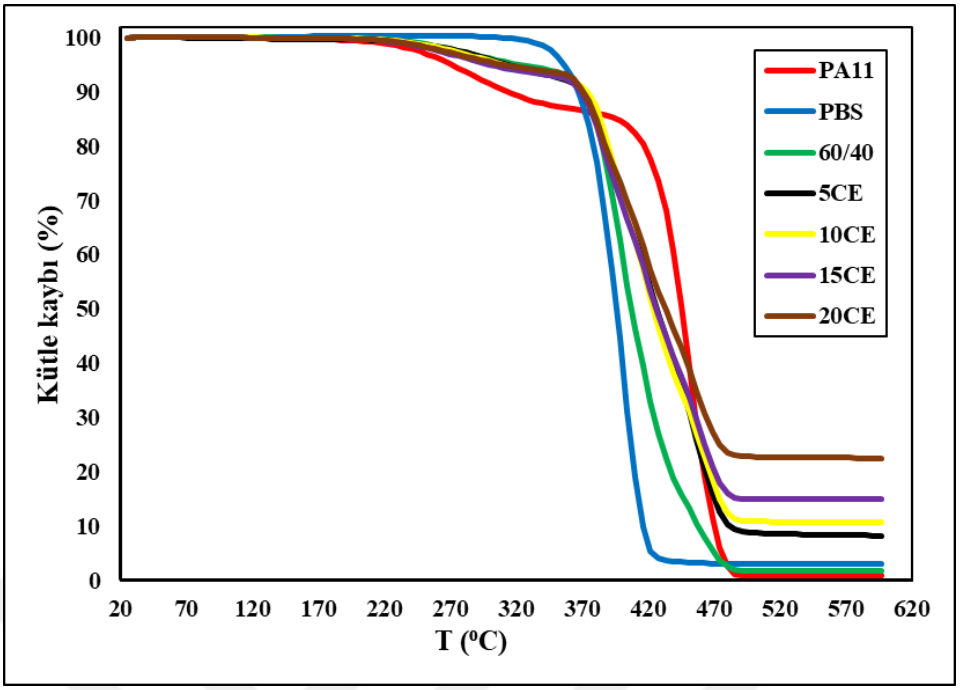


Şekil 5.29. PA11/PBS/KE kompozitlerinin kayıp modül grafiği

5.2.3. Termogravimetrik Analiz (TGA) Sonuçları

CE ve KE içeriğinin 60PA11/40PBS karışımı üzerinde etkisini karakterize etmek ve ısıl özelliklerini incelemek için TGA ile analizleri gerçekleştirilmiştir. Kompozitlerin elde edilen TGA grafikleri Şekil 5.30-5.31'de verilmiştir. Kalıntı miktarları ile ısıl bozunma sıcaklık değerleri ise Tablo 5.3-5.4'te gösterilmiştir.

Nitrojen gazı varlığında gerçekleştirilen analizlerde 60/40 polimer karışımı üç basamakta bozunma sergilerken, CE takviyeli kompozitlerin tümü 4 basamaklı bozunma göstermiştir. Karışımın $T_{d,5}$ değeri 322.5 °C iken CE'nin eklenmesi ile bu sıcaklığın düştüğü görülmüştür. 406.6 °C olan $T_{d,50}$ değeri ise artan CE oranıyla birlikte kademeli olarak artmıştır. Tablo 5.3 incelendiğinde kompozitlerin dört aşamalı bir bozunma sergilediği görülmektedir. Burada; $T_{mak-1;}$ PA11 yapısındaki plastikleştiriciden, $T_{mak-2;}$ PBS'den ve $T_{mak-4;}$ PA11'den gerçekleşmektedir. T_{mak-3} ise CE'nin varlığında oluşan kopolimer yapısından olabilir. Kompozitlerin 600 °C'deki kalıntı miktarlarına bakıldığında; kompozit içeriğindeki CE miktarı ile doğru orantılı olarak kalıntı miktarı da artış sergilemiştir. Karışımın %1.82 olan kalıntı miktarı, %20 oranında CE ilavesiyle % 22.5'a yükselmiştir.



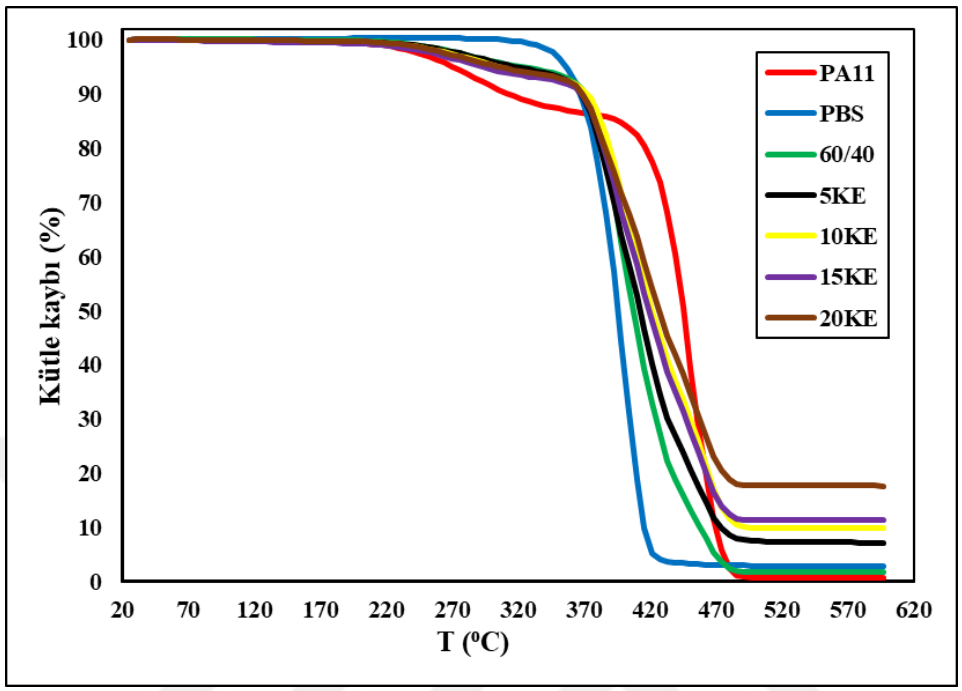
Şekil 5.30. PA11/PBS/CE kompozitlerinin ısıl bozunma grafiği

Tablo 5.3. PA11/PBS/CE kompozitlerinin TGA analiz verileri

Numune Kodu	$T_{d,5}$ (°C)	$T_{d,50}$ (°C)	T_{mak-1} (°C)	T_{mak-2} (°C)	T_{mak-3} (°C)	T_{mak-4} (°C)	Kalıntı Miktarı (600 °C) (%)
PA11	270.7	445	278.7	449.8	-	-	0.82
PBS	355.9	395.7	400.7	-	-	-	2.94
60-40	322.5	406.6	276.6	398.6	456.5	-	1.82
5 CE	312.3	425.9	302.6	385.3	419.2	455.7	8.21
10 CE	309.8	423.4	287.5	394.0	419.6	462.4	10.7
15 CE	299.7	425.5	278.7	389.4	420.0	459.5	14.9
20 CE	307.7	432.6	275.8	386.1	416.7	454.5	22.5

PA11/PBS/KE kompozitinin elde edilen TGA sonuçları Şekil 5.31 ve Tablo 5.4'te gösterilmiştir. KE ilavesi ile 60PA11/40PBS polimer karışımının ağırlıkça %5 yüklemedeki bozunma sıcaklığının düştüğü, %50'deki ısıl bozunma sıcaklığının da bir miktar yükseldiği görülmektedir. KE ilavesi karışımın T_{mak-1} değerini artırırken, T_{mak-2} ve T_{mak-3} değerini düşürmüştür. Kompozitler de ise KE oranının artmasıyla dört aşamalı bozunma sıcaklıklarının tümü kademeli olarak azalmıştır. PA11/PBS/KE kompozitlerinde görülen dört aşamalı bozunmanın ilki plastikleştiriciden, ikincisi PBS bozunmasından, dördüncüsü ise PA11'in ısıl bozunmasından kaynaklanmıştır. Üçüncü

bozunma KE varlığında bir kopolimerin bozunmasından kaynaklanıyor olabilir. Kalıntı miktarlarının da artan KE oranı ile arttığı görülmüştür.



Şekil 5.31. PA11/PBS/KE kompozitlerinin ısıl bozunma grafiği

Tablo 5.4. PA11/PBS/KE kompozitlerinin TGA analiz verileri

Numune Kodu	$T_{d,5}$ (°C)	$T_{d,50}$ (°C)	T_{mak-1} (°C)	T_{mak-2} (°C)	T_{mak-3} (°C)	T_{mak-4} (°C)	Kalıntı Miktarı (600 °C) (%)
PA11	270.7	445	278.7	449.8	-	-	0.82
PBS	355.9	395.7	400.7	-	-	-	2.94
60-40	322.5	406.6	276.6	398.6	456.5	-	1.82
KE	-	-	-	-	-	-	98.1
5 KE	319.8	412.1	296.3	390.3	416.7	454.9	7.19
10 KE	303.5	421.3	2917	392.0	411.7	459.9	9.81
15 KE	292.1	418.8	280.4	392.8	416.7	456.5	11.3
20 KE	303.5	426.3	280.8	386.5	418.4	456.1	17.7

Genel olarak CE ile KE ısıl kararlılık açısından karşılaştırıldığında, her ikisinin de PA11/PBS karışımının ısıl kararlılığını arttırdığı görülmektedir. Fakat KE takviyeli kompozitlerin CE takviyeli kompozitlere göre daha iyi ısıl kararlılık sergilediği görülmüştür.

5.2.4. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Analiz Sonuçları

CE ve KE katkılı PA11/PBS kompozitlerinin ısıl geçişleri hakkında bilgi edinmek için DSC analizi yapılmıştır ve elde edilen ısıl veriler ile Denklik 4.1'e göre hesaplanan kristalinite değerleri Tablo 5.5'te verilmiştir. DSC eğrileri ise eklerde yer alan Şekil A.2-A.3'te gösterilmiştir.

DSC analizinde uygulanan sıcaklık aralığında, saf PA11, saf PBS ve elyaf takviyeli kompozitlerin camsı geçiş sıcaklıkları (T_g) DSC termogramlarından görülememiştir. Saf PA11'in erime sıcaklığı (T_m) 182 °C'de ve kristalizasyon sıcaklığı (T_c) 147.6 °C'de görülürken, saf PBS'nin T_m'si 115.9 °C'de, T_c'si ise 66.4 °C'de görülmüştür. Tablo 5.5'ten de görüldüğü gibi saf PBS'nin soğuk kristalizasyon sıcaklığı (T_{cc}) 102.3 °C'dir. Sıcaklığın artması ile moleküler hareketlilik artmıştır. Bunun sonucu olarak amorf alanlar, kristalin alanlar oluşturmak için yeniden düzenlenmiştir. 60PA11/40PBS polimer karışımının da saf PBS gibi soğuk kristallenme davranışı sergilediği görülmüştür.

CE takviyeli PA11/PBS kompozitlerin ikinci ısıtma esnasında kristallenme davranışı (T_{cc} değeri) sergilemediği elde edilen DSC eğrilerinden görülmüştür. KE takviyeli kompozitlerde ise %5 elyaf içeriğinden sonra kristallenme davranışı görülmemiştir. Bu durum, PBS'nin kristallenme davranışının değişmesine ve her iki kompozitte de liflerın ilavesi ile kompozit içeriğindeki PBS oranının azalmasına bağlanabilir. CE ve KE takviyeli PA11/PBS kompozitleri ile 60PA11/40PBS karışımının T_m ile T_c değerlerine bakıldığında; liflerin karışıma ilavesi ile T_m değerlerinin hemen hemen aynı kaldığı, T_c değerlerinin ise düştüğü görülmüştür. Aynı zamanda PA11/PBS/CE ve PA11/PBS/KE kompozitlerinin, T_m ile T_c değerlerinin de birbirine yakın olduğu ve elyaf miktarından önemli derecede etkilenmediği açıkça görülmektedir.

Tablo 5.5'teki kompozitlerin % kristalinite değerleri incelendiğinde; PA11/PBS karışımındaki saf PA11'in kristalinite değeri artan CE miktarı ile önce artıp sonra azalmıştır. KE miktarı arttıkça da arttığı görülmüştür. Bu durum, kompozitteki CE ve KE'nin çekirdeklenme etkisinden kaynaklanmaktadır (Lin ve diğ., 2018; Gao ve diğ., 2022). Kompozit içerisindeki saf PBS'nin kristalinite değerinin ise %10 ve üzeri KE içeriğinde düştüğü görülmektedir. KE'nin çekirdeklendirici etkisi olmasına rağmen,

kompozit içerisindeki PBS'nin zincir hareketliliğini kısıtlayıp, kristallenme davranışını etkileyerek kristalinite değerini azaltmıştır. (Liang ve diğ., 2015)

Tablo 5.5. PA11/PBS/CE ve PA11/PBS/KE kompozitlerinin DSC analiz verileri

Nununе Kodu	T_{cc} (°C)	ΔH_{cc} (J/g)	T_{m1} (°C) PBS	T_{m2} (°C) PA11	ΔH_{m1} (J/g) PBS	ΔH_{m2} (J/g) PA11	T_{c1} (°C) PBS	T_{c2} (°C) PA11	$X_{c(PA11)}$	$X_{c(PBS)}$
PA11	-	-	-	182.0	-	33.3	-	147.6	16.2	-
PBS	102.3	8.99	115.9	-	57.8	-	66.4	-	-	22.2
60-40	101.4	1.59	112.4	185.1	25.7	14.9	151.8	70.3	10.7	27.4
5 CE	-	-	113.0	184.5	20.9	18.6	148.9	66.6	15.8	25.0
10 CE	-	-	112.7	184.8	21.6	15.8	149.5	67.5	14.2	27.3
15 CE	-	-	113.3	185.5	21.0	14.6	149.6	67.2	13.9	28.0
20 CE	-	-	112.7	184.8	18.6	19.1	149.7	67.3	19.3	26.4
5 KE	-	-	113.0	185.1	27.9	16.4	152.4	70.6	14.0	33.4
10 KE	-	-	112.8	185.2	22.3	17.0	151.5	69.0	15.3	28.1
15 KE	-	-	112.6	184.9	22.1	16.8	151.0	69.0	16.0	29.5
20 KE	-	-	112.7	185.1	18.4	14.6	150.4	68.0	14.8	26.1

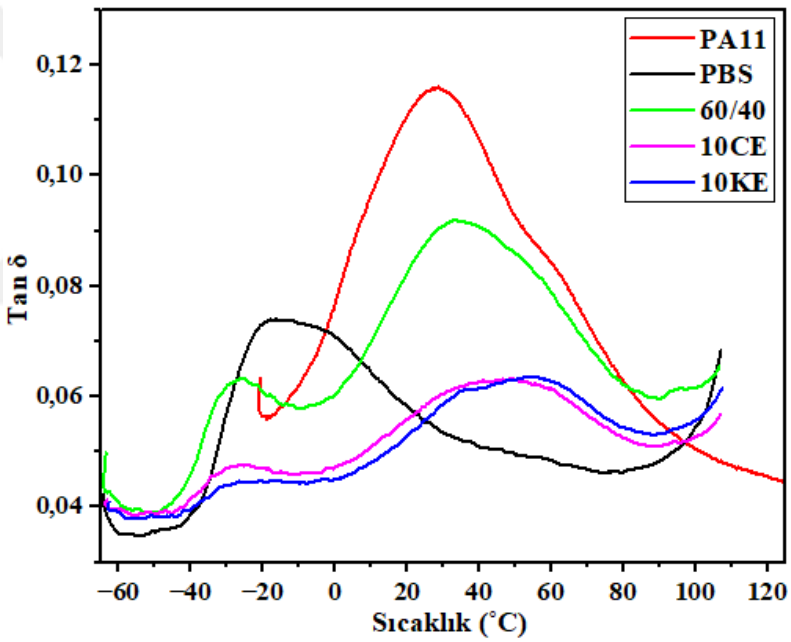
5.2.5. Dinamik Mekanik Analiz Sonuçları

Karakterizasyon yöntemlerinden biri olan DMA, depo modülü (E′), kayıp modülü (E″) ve sönümleme faktörüne (tan δ) dayalı viskoelastik davranışlarını incelemek ve camsı geçiş sıcaklığını (T_g) belirlemek için kullanılır. Şekil 5.32'de saf polimerler, matris ve ağırlıkça %10 CE ile KE içeren kompozitlerin T_g değerlerini gösteren, sıcaklığa karşın tan δ eğrileri verilmiştir.

Şekil 5.32'de gösterilen tan δ eğrilerinin pik noktasındaki değerler; polimerlerin amorf yapıdaki molekül zincirlerinin hareketliliğinden dolayı görülen camsı geçiş sıcaklıklarını belirler (Oliver-Ortega ve diğ., 2017). Saf PA11 ve saf PBS'nin camsı geçiş sıcaklıkları (T_g) sırasıyla 29 °C ve (-18) °C olarak tespit edilmiştir. 60PA11/40PBS karışımı ise iki farklı T_g değeri sergilemiştir. Bunlar; PBS'nin (-26) °C'deki T_g'si ile PA11'in 33 °C'deki T_g değerleridir. Karışımda iki ayrı pikin yani T_g değerinin görülmesi polimerlerin karışamaz polimerler olduğunu göstermektedir. Bu durumu, DSC sonuçlarında tartışılan iki ayrı erime ve kristallenme davranışı da desteklemektedir.

PA11/PBS/10CE ve PA11/PBS/10KE kompozitleri, saf polimerlere ait olan iki ayrı T_g değeri sergilemiştir. Matrise hem CE hem de KE eklemesinde T_g değerleri artmıştır. Bu artış, karışıma eklenen liflerin zincir hareketliliğini kısıtlama etkisinden ve malzemenin

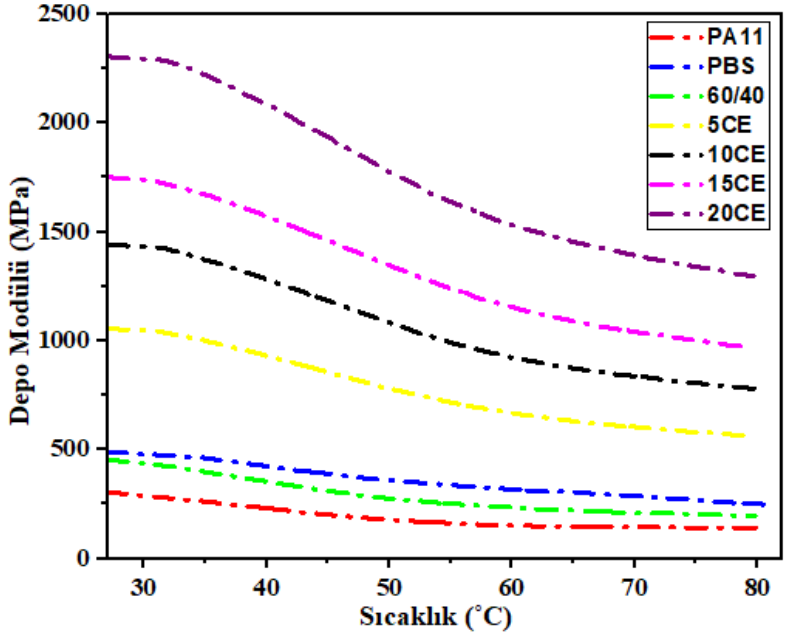
sertliğinin artmasından kaynaklanabilir. Karışıma hem CE hem de KE yüklemesinde tan δ piklerinin azaldığı görülmüştür. Tan δ eğrisinin tepe yüksekliği ve keskinliği, polimer zincirlerinin segmental hareketliliğinden ve kristaliniteden etkilenmektedir (Durmaz ve Aytac, 2022). Dolayısıyla bu sonuçta, liflerin polimer zincirlerinin hareketliliğini kısıtlayarak tan δ piklerini düşürdüğünü kanıtlamaktadır. Ayrıca tan δ pik yüksekliği matris-elyaf arayüzey etkileşimi hakkında da bilgi verir. Tan δ pik yüksekliğinin düşük olması matris ve katkı maddesi arasındaki arayüzey etkileşiminin yüksek olduğunu gösterir (Kodal., 2014). Buna bağlı olarak kompozitlerdeki tan δ piklerinin düşük olması elyaf-matris arasında kuvvetli arayüzey etkileşiminin olduğunu göstermektedir. PA11/PBS/KE kompozitinin daha yüksek arayüzey etkileşimi sergilediği söylenebilir. Bunu SEM analizi ve mekanik özelliklerde doğrulamaktadır.



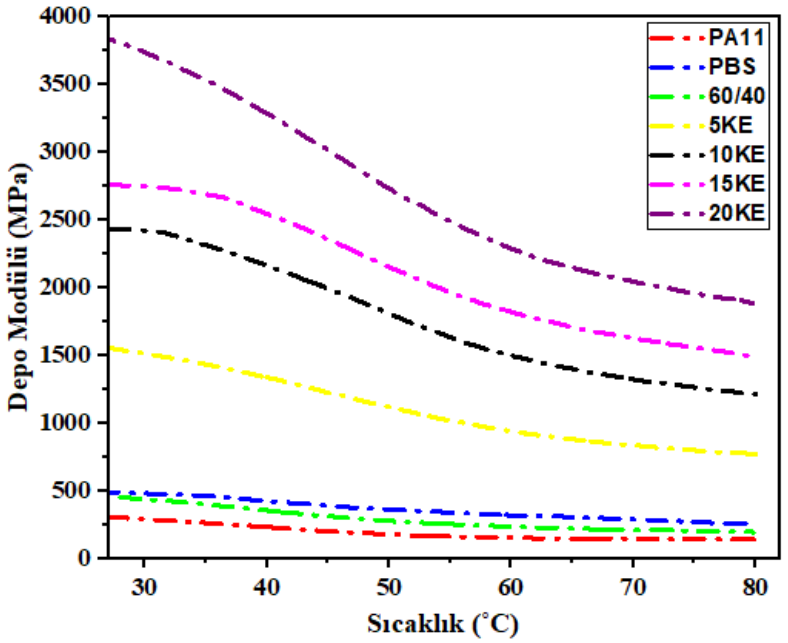
Şekil 5.32. Saf PA11, saf PBS, matris ve kompozitlerin tan δ eğrisi

PA11/PBS/CE ve PA11/PBS/KE kompozitlerinin elde edilen depo modül eğrileri Şekil 5.33-5.34'te gösterilmiştir. Grafiklerden de görülebileceği gibi, karışımın depo modül değeri saf polimerler arasında bir değer sergilemiştir. Şekil 5.33'teki grafiğe göre karışıma farklı oranlarda CE ve KE yüklemesinde karışımın depo modül değeri belirgin bir şekilde kademeli olarak artmıştır. CE'nin eklenmesi ile 60PA11/40PBS matrisinin depo modülü yaklaşık olarak 5 kat artmıştır. Bu artışın sebebi, rijit olan CE'nin karışıma eklenerek sertliğini artırmasından kaynaklanmaktadır (Chinnasamy ve diğ., 2020).

Aynı şekilde karışıma KE eklenmesiyle de karışımın depo modül değeri çok fazla artış göstermiştir. Karışımın depo modül değeri 450 MPa iken %20KE yüklemesinde bu değer 3880 MPa olmuştur. Yaklaşık olarak 8.5 kat artış olmasının sebebi, fazlaca sert KE'lerin karışıma eklenmesidir (Durmaz ve Aytac, 2022). Ayrıca kompozitlerin de depo modülünün artan CE ve KE oranıyla birlikte arttığı görülmektedir.

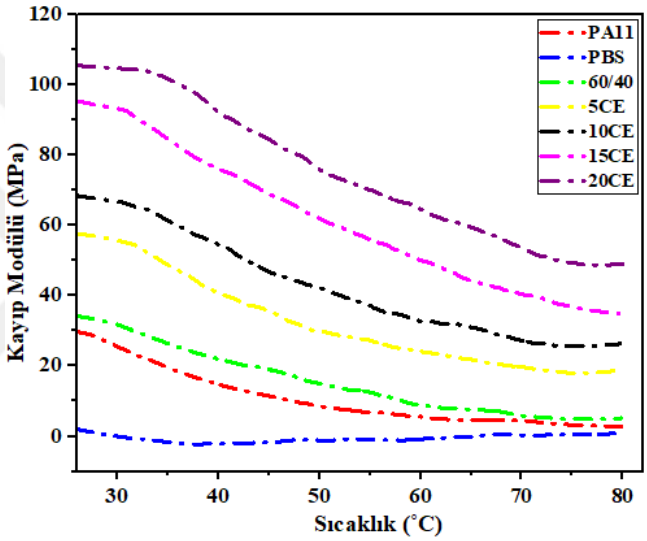


Şekil 5.33. PA11/PBS/CE kompozitlerinin depo modül eğrisi

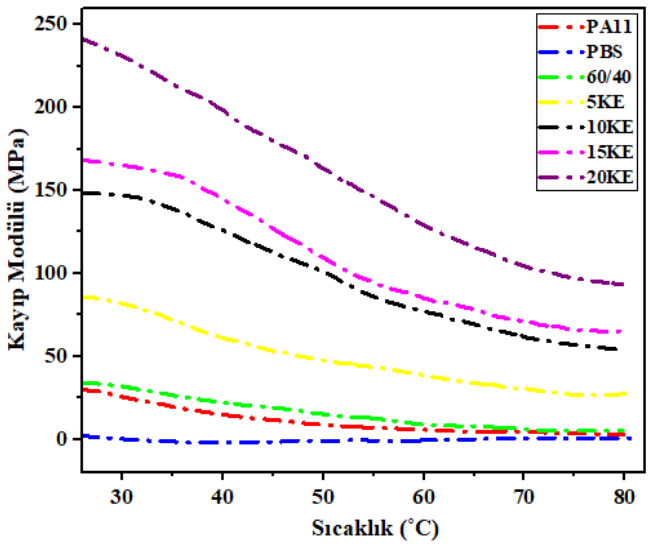


Şekil 5.34. PA11/PBS/KE kompozitlerinin depo modül eğrisi

PA11/PBS/CE ve PA11/PBS/KE kompozitlerinin DMA analizinden elde edilen kayıp modül eğrileri Şekil 5.35-5.36'da gösterilmiştir. Kayıp modülü malzemelerin deformasyona maruz kaldığı süre boyunca harcamış olduğu enerjisi ve viskoz özelliği hakkında bilgi verir. Ayrıca kayıp modülü eğrisinin pik noktalarından T_g değerleri elde edilir (Jabbar ve diğ., 2017). Analiz için uygulanan sıcaklık aralığında kompozitlere ait T_g değerleri görülmemiştir. CE ve KE'nin yüklemesinde karışımın kayıp modülü üzerindeki etkisi incelenecek olursa; her iki elyafında kayıp modül değerini kademeli olarak arttırdığı görülmektedir. Burada, liflerin eklenmesi ile viskoz özelliklerin iyileştiği söylenebilir.



Şekil 5.35. PA11/PBS/CE kompozitlerinin kayıp modül eğrisi



Şekil 5.36. PA11/PBS/KE kompozitlerinin kayıp modül eğrisi

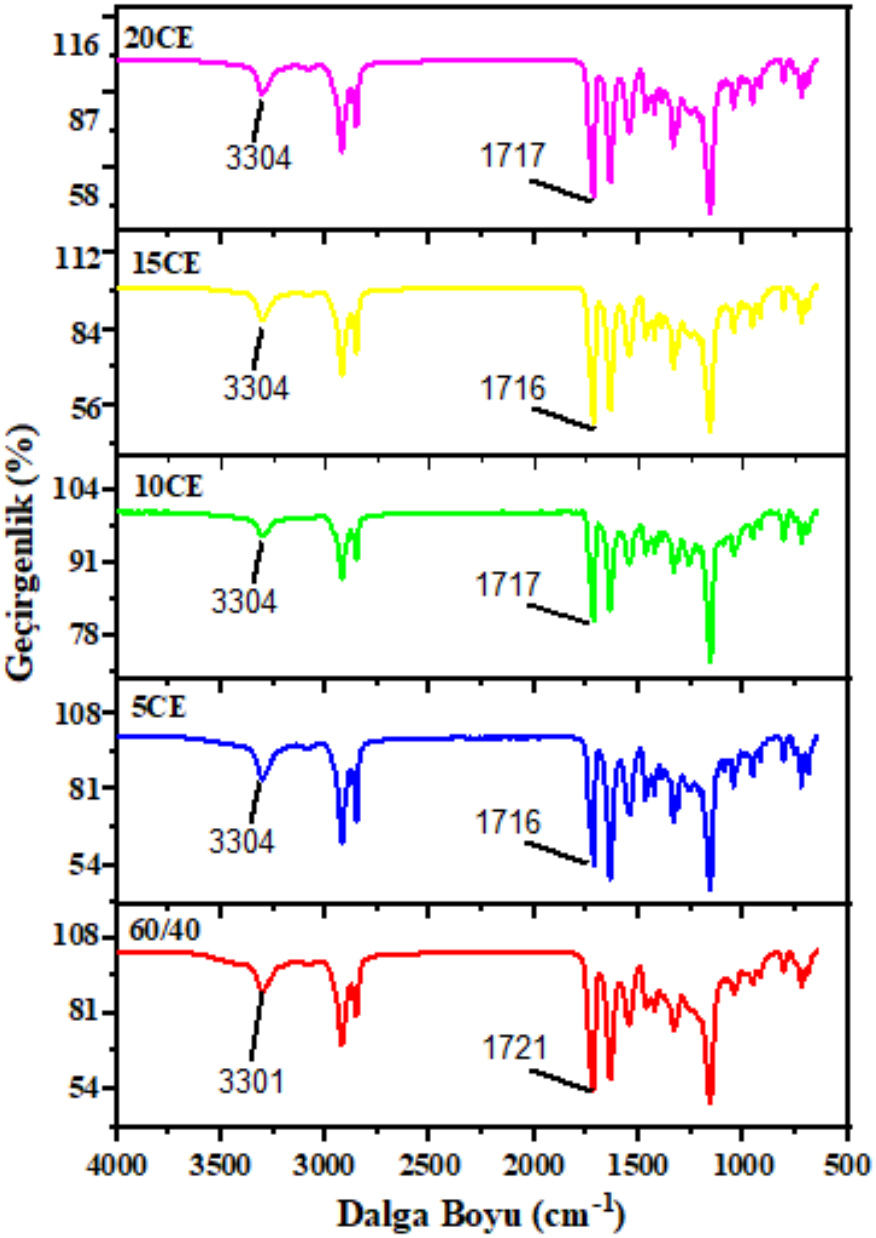
PA11/PBS/CE ve PA11/PBS/KE kompozitlerinin dinamik mekanik analiz sonuçları birlikte değerlendirilecek olursa hem CE'nin hem de KE'nin karışımın viskoz ve elastik özelliklerini geliştirdiğini söyleyebiliriz. Tan δ eğrilerinden, liflerin polimer zincirlerinin hareketliliğini kısıtlayarak tan δ piklerini düşürdüğünü görülmüştür. Ayrıca elde edilen sonuçlardan KE takviyeli kompozitlerin CE takviyeli kompozitlere göre daha iyi sonuçlar sergilediği görülmüştür.

5.2.6. FTIR Analiz Sonuçları

Polimer matris ile elyaf katkıların fonksiyonel gruplarını ve aralarında kimyasal bir etkileşimin olup olmadı FTIR spektroskopisi ile incelenmiştir. PA11/PBS karışımı, PA11/PBS/CE ve PA11/PBS/KE kompozitlerinin FTIR spektrumları Şekil 5.37 ve 5.38'de verilmiştir.

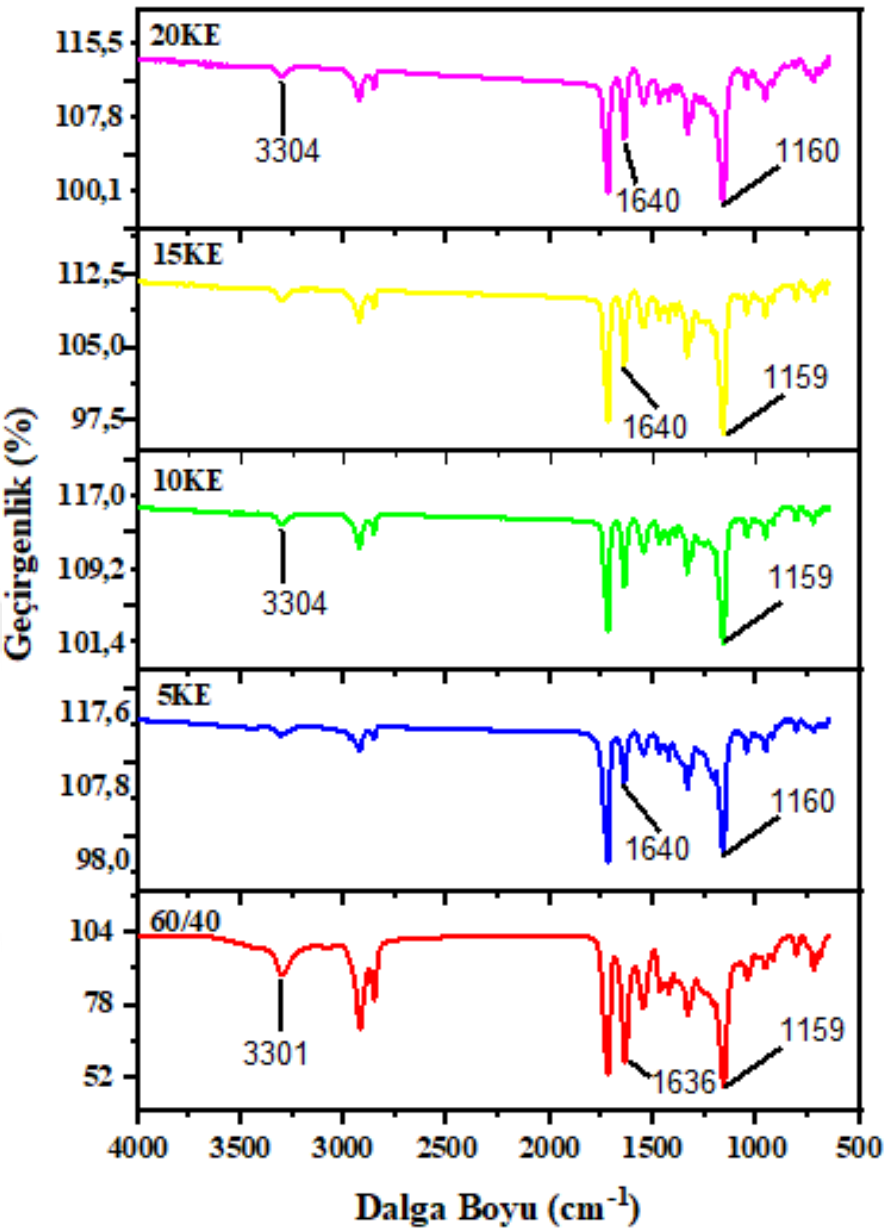
PA11/PBS karışımının FTIR spektrumuna bakıldığında; 3301 cm^{-1}'deki pik PA11'e ait olan N-H gerilmesini gösterirken, 2921 cm^{-1} ile 2853 cm^{-1}'deki pikler ise CH_2'nin asimetrik ve simetrik gerilmelerini sergilemiştir (Bahrami ve diğ., 2021). Saf PBS'ye ait C=O gerilmesi 1721 cm^{-1} dalga boyundaki pikte görülmüştür (Phua ve diğ., 2011). 1636 cm^{-1} ve 1545 cm^{-1} dalga boyundaki pikler, sırasıyla PA11'in amid I ve amid II gerilmeleridir (Di Lorenzo ve diğ., 2019). Saf PBS'ye ait metilenin simetrik gerilme piki 1331 cm^{-1}'de görülürken, 1159 cm^{-1} de görülen keskin pik ise saf PBS'nin ester bağlarındaki -C-O-C- grubunun gerilmesine aittir (De Matos Costa ve diğ., 2020). FTIR spektrumundan da görüldüğü gibi, PA11/PBS karışımı saf polimerlerin karakteristik piklerini sergilemiştir.

Şekil 5.37'de gösterilen PA11/PBS/CE kompozitlerinin FTIR spektrumlarına incelendiğinde; yapıya CE eklenmesi ile FTIR spektrumlarında gözle görülür belirgin bir değişiklik olmadığı sonucuna varılmıştır. PA11'e ait 3301 cm^{-1}'deki N-H gerilmesi piki CE ilavesi ile 3 cm^{-1}'lik bir kayma göstermiştir. Saf PBS'ye ait olan 1721 cm^{-1}'deki C=O gerilme pikinin, kompozitlerde 4-5 cm^{-1} daha düşük dalga boylarına kaydığı görülmüştür. Elde edilen FTIR sonuçlarından, CE ile matrisin üretim esnasında yüksek sıcaklıklarda karıştırılırken, aralarında herhangi bir kimyasal tepkime ve etkileşim olmadığı sonucuna varılır.



Şekil 5.37. PA11/PBS ve PA11/PBS/CE kompozitlerinin FTIR spektrumları grafiği

PA11/PBS/KE kompozitlerinin FTIR spektrumlarından görüleceği gibi, karışıma KE eklenmesi ile spektrumlarda belirgin bir değişiklik görülmemiştir. PA11'in 1636 cm^{-1}'deki amid I piki KE ilavesi ile 4 cm^{-1}'lik bir kayma sergilemiştir. Ayrıca 3301 cm^{-1}'deki N-H gerilmesi piki ile CH_2'nin asimetrik ve simetrik gerilmelerini gösteren 2921 cm^{-1} ile 2853 cm^{-1}'deki piklerin artan KE ile şiddetinin azaldığı gözlemlenmiştir. Elde edilen sonuçlar değerlendirildiğinde, PA11/PBS ile KE arasında kimyasal bir etkileşimin olmadığı söylenebilir.



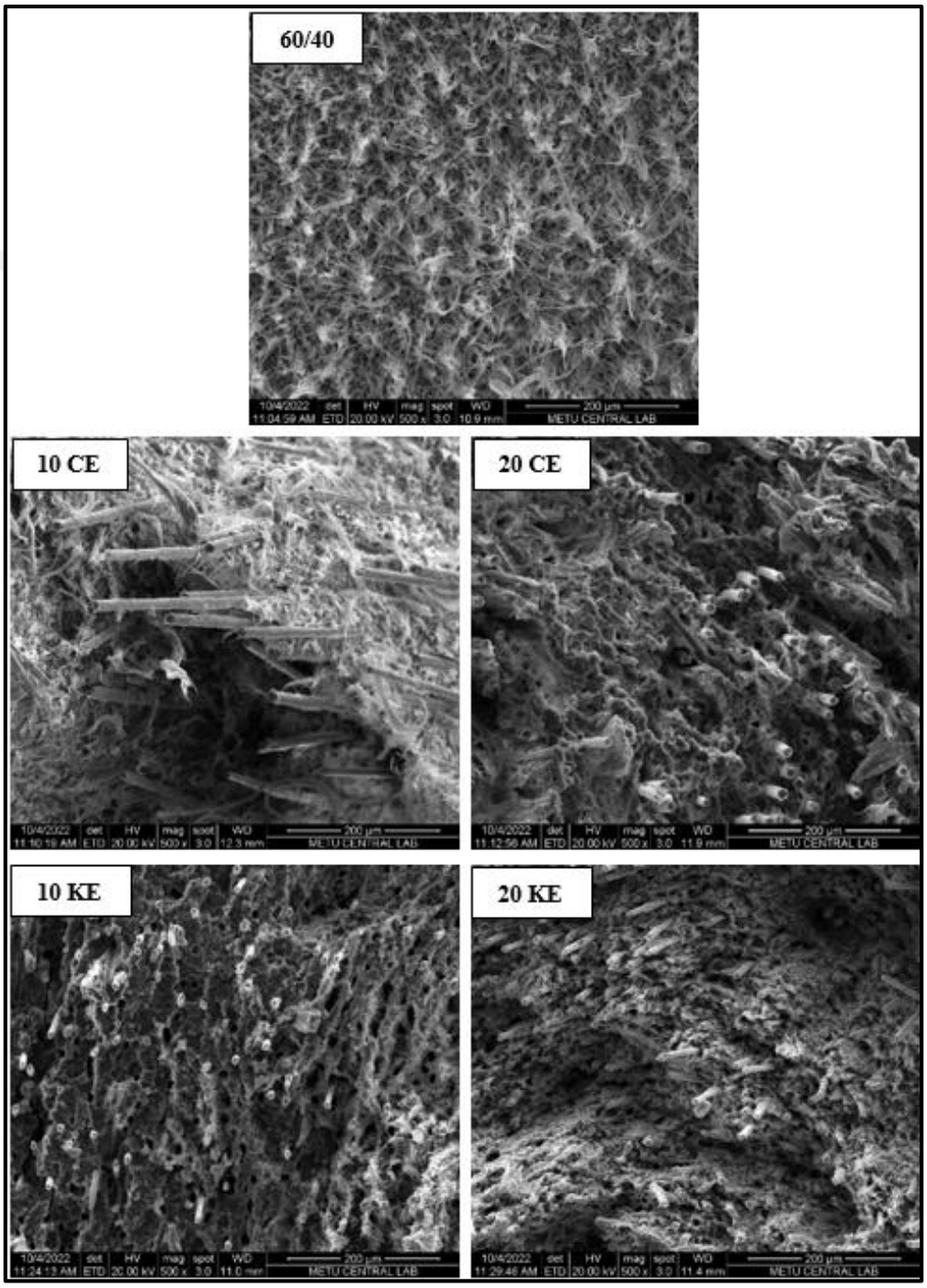
Şekil 5.38. PA11/PBS ve PA11/PBS/KE kompozitlerinin FTIR spektrumları grafiği

5.2.7. SEM Analiz Sonuçları

PA11/PBS/CE ve PA11/PBS/KE kompozitlerinin elyaf-matris etkileşimini belirleyebilmek ve elyaf dağılımını görebilmek amacı ile SEM analizi sonuçları incelenmiştir. Elde edilen SEM görüntüleri Şekil 5.38 ve 5.39'da verilmiştir.

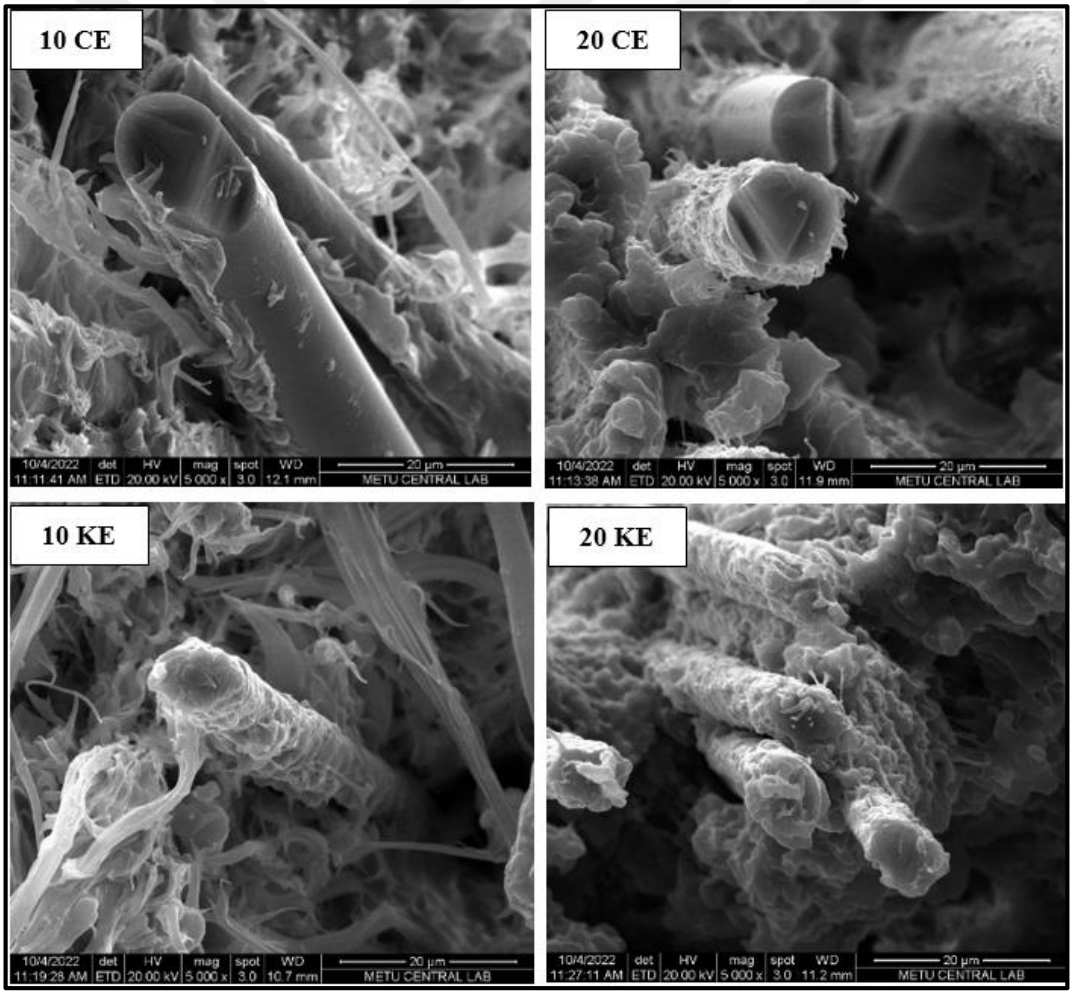
PA11/PBS/CE kompozitlerinin Şekil 5.38'deki görüntüleri incelediğinde, liflerin matris içerisinde homojen olarak dağıldığı ve sürekli-birleşik bir morfoloji sergiledikleri görülmektedir. CE'nin eklenmesiyle birlikte güçlü ara yüzey yapışması meydana

gelmediğinden elyaf-matris sıyrılmaları görülmüştür. Kompozit malzemelerin mekanik davranışları, büyük ölçüde elyaf-matris ara yüzey etkileşimlerine (yapışmasına) bağlıdır (Liu ve diğ., 2009; Linghes ve diğ., 2014). Şekil 5.39'da yakınlaştırılmış görüntüsü verilen CE'lerin matris ile tamamen kaplanmadığından ve ara yüzey bağ oluşumunun az olmasından dolayı mekanik özelliklerde önemli bir artış görülmemiştir.



Şekil 5.39. PA11/PBS/CE ve PA11/PBS/KE kompozitlerinin SEM mikrografları (x500-200 μm)

PA11/PBS/KE kompozitlerinin yüzeylerinden elde edilen SEM mikrograflarından da görüldüğü gibi, KE'ler tüm oranlarında matris içerisinde iyi bir homojen dağılım sergilemiştir. Ayrıca tüm lifler matrise gömülmüştür. Kompozitlerin sünek ve lifli bir yapı sergilediği görülmektedir. Elyaf-matris arasında boşlukların oluşmaması ve liflerin matristen çekilmemesi durumu kuvvetli bir ara yüzey bağ oluşumu olduğunu göstermektedir. Şekil 5.39'da verilen yakınlaştırılmış görüntülerinden de görüleceği üzere, KE'lerin yüzeyleri oldukça pürüzlü bir yapıya sahiptir ve KE'ler matris ile kaplanmıştır. Bu da elyaf ile matris arasında kuvvetli bir ara yüzey yapışmasının kanıtıdır. Matris ve elyaf arasındaki etkileşim kuvvetli olduğundan stres transferi de iyi olur (Magniez ve diğ., 2015). Bunun sonucu olarak da mekanik özellikler önemli derecede gelişir.



Şekil 5.40. PA11/PBS/CE ve PA11/PBS/KE kompozitlerinin SEM mikrografları (x5000-20 μm)

6. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Bu yüksek lisans tez çalışması iki ayrı bölümden oluşmaktadır. İlk bölümde: farklı oranlarda PA11/PBS karışımları hazırlanmış ve karakterizasyon testleri gerçekleştirilmiştir. İkinci bölümde: ilk kez CE ve KE takviyeli PA11/PBS kompozitleri hazırlanmıştır. PA11/PBS karışımına farklı yükleme oranlarında (%5-10-15-20) CE ve KE'nin ayrı ayrı eklenmesi eriyik harmanlama yöntemi ile gerçekleştirilmiş ve ardından enjeksiyonlu kalıplama yöntemiyle de PA11/PBS/CE ve PA11/PBS/KE kompozitleri kalıplanarak üretimi gerçekleştirilmiştir.

Birinci bölümde elde edilen PA11/PBS harmanlarının mekanik analiz testinden elde edilen sonuçlardan, PA11/PBS karışımlarının mak. dayanımdaki uzamasının, mak çekme dayanımının ve modül değerlerinin genellikle saf polimerlerin değerleri arasında sonuçlar sergilediği görülmüştür. 80PA11/20PBS karışımının mak. çekme dayanımı değerinin saf polimerlerinkinden daha yüksek bir değer, mak. dayanımda uzaması ve modül değerinin de saf PA11'den daha yüksek olduğu tespit edilmiştir.

Reolojik analiz sonuçlarına göre, saf PBS'nin artan açısal frekans değeri ile Newtonian bir davranıştan kayma incelmesi davranışına geçtiği görülmüştür. Viskozite açısından en yüksek değeri PA11, en düşük değeri PBS sergilerken, karışımların viskozite değerleri PA11 ve PBS'nin arasında yer almaktadır. Açısal frekansın artması ile saf polimerlerin ve karışımların viskoziteleri düşerken, depo modülü ve kayıp modülünde bir artış olduğu raporlanmıştır. En yüksek değerleri 80PA11/20PBS karışımı sergilemiştir.

PA11/PBS karışımlarının TGA sonuçları incelendiğinde, saf PA11'in iki basamaklı, saf PBS'nin tek basamaklı ve karışımları %80 PBS içeriğine kadar üç basamaklı bir ısıl bozunma eğrisi sergilemiştir. 600 °C'de tüm numunelerin kalıntı miktarlarının birbirine çok yakın değerler olduğu raporlanmıştır.

DSC sonuçlarına göre, saf polimerler tek bir erime ve kristalizasyon sıcaklığı sergilerken, karışımlarda ise iki ayrı erime ve kristalizasyon sıcaklığı meydana gelmiştir. Bu sonuçtan, PA11 ve PBS'nin karışamaz polimerler olduğu bildirilmiştir. PBS'nin kristalizasyon sıcaklığı (T_c), PA11 ile karıştırılması sonucu artmıştır.

DMA analizinden elde edilen sonuçlardan, kauçuğumsu bölgede saf polimerlerin ve karışımların depo modül değerlerinin sıcaklık arttıkça azaldığı görülmüştür. Saf PA11'e %60 oranında PBS eklemesiyle depolama modülünde keskin bir artış, karışımın deformasyona karşı daha fazla enerji depolayabileceğini göstermiştir. DMA analizinde uygulanan sıcaklık aralığında kayıp modül grafiğinde T_g değerleri görülmemiştir. Karışımların kayıp modül değerleri genellikle karışımlardaki PA11 miktarı arttıkça yükselmiştir.

FTIR analizinden elde edilen sonuçlar, saf PA11 ve saf PBS'nin karakteristik piklerini sergilediğini ve aynı zamanda bu iki polimer arasında etkileşimlerin olduğunu göstermiştir. Bu etkileşimler PA11'in $-CH_2-$ grupları ile PBS'nin C=O grupları arasında gerçekleşmiştir.

SEM görüntüleri incelendiğinde, saf polimerlerin pürüzsüz bir yüzeye sahip oldukları gözlemlenmiştir. Karışımlar içerisinde PBS'nin homojen bir şekilde dağılarak birlikte-sürekli bir faz morfolojisi sergilemiştir. 60/40 karışımında PBS'nin küçük liflerle PA11'e bağlandığı ve bir miktar matristen çıktığı raporlanmıştır. Bu durum, karışımın kalıntı ve stres bırakması ile kırılma sonucunda liflerin oluşmasından kaynaklanabilir.

PA11/PBS karışımları arasından matris belirlemede göz önünde bulundurulan ana ölçüt, mekanik özellikler ve biyobozunurluk seviyesi olmuştur. CE ve KE yüklemesinde PA11/PBS karışımı üzerindeki etkisinin incelenmesi üzerine 80/20 ve 60/40 bileşimindeki PA11/PBS karışımları matris olarak belirlenmiştir.

Yüksek lisans tez çalışmasının ikinci bölümünde, öncelikle 80PA11/20PBS matrisine ağırlıkça %5-10-15-20 oranlarında CE ve KE ayrı ayrı eklenmiş ve mekanik özelliklerini gösteren çekme testleri yapılmıştır. Elde edilen mekanik test sonuçlarından, CE'nin tüm yükleme oranlarında karışımın çekme dayanımının düştüğü gözlemlenmiştir. KE takviyeli kompozitlerde ise karışımın çekme dayanımı %10 KE içeriğine kadar düşüş sergilemiştir. Karışımın mak. dayanımdaki uzama değeri %269.8 iken; CE yüklemesinde bu değer %11.8'lere kadar düşmüş, KE yüklemesinde ise %14.5'lara kadar azalmıştır. 80PA11/20PBS/CE ve 80PA11/20PBS/KE kompozitlerinin mekanik özellikleri beklenen sonuçları göstermediği raporlanmıştır.

60PA11/40PBS matrisine CE ve KE yüklemesinde elde edilen mekanik test sonuçları hem mak. çekme dayanımının hem de modül değerlerinin önemli ölçüde arttığını göstermiştir. Karışımın mak. çekme dayanımı değeri 31.4 MPa iken; ağırlıkça %20 CE yüklemesinde 46.2 MPa değerine kadar arttığı görülmüş, ağırlıkça %20 KE yüklemesinde 56.7 MPa olmuştur. Karışımın mak. dayanımda uzama değeri de %32.4 iken CE ilavesi ile %7.2'ye KE ilavesinde %6.4' kadar azalmıştır. Tüm çekme testi sonuçları KE takviyeli kompozitlerin CE'ye göre daha iyi mekanik özellikler sergilediğini göstermektedir.

Tez çalışması kapsamında, elyaf takviyeli 60PA11/40PBS karışımının mekanik özelliklerinin elyaf takviyeli 80PA11/20PBS karışımına göre daha iyi olması ve 60PA11/40PBS karışımın biyobozunurluğunun yüksek olabilirliği nedeniyle sonraki aşamalar için 60PA11/40PBS karışımı matris olarak seçilmiştir ve diğer karakterizasyon testleri yapılmıştır.

Reoloji analizi sonuçları, frekans arttıkça kompleks viskozitenin azaldığını ve kompozitlerin kayma incelmesi davranışı sergilediğini göstermektedir. %10 ve üzeri CE yüklemesinde kompleks viskozite de önemli bir değişiklik olmamıştır. Sert KE'lerin ilavesi polimerlerin zincir haraketliliğini engelleyerek, karışımın eriyik viskozitesinde ani bir artışa sebep olmuştur. Her iki elyafında hem depo modülü hem de kayı modülü artırdığı raporlanmıştır. Depolama modülünün artması, deformasyon sırasında daha fazla enerji depolayabileceğini ve elastikiyetinin artmasını göstermektedir.

TGA sonuçlarından elde edilen, karışımın üç basamaklı bir bozunma, kompozitlerin ise dört basamaklı bir ısıl bozunma sergilediğini göstermektedir. Burada; T_{mak-1}: PA11 yapısındaki plastikleştiriciden, T_{mak-4}: PA11'den, T_{mak-2}: PBS'den ve T_{mak-4}: lif varlığında oluşan kopolimer yapısının bozunmalardır. Hem CE yüklemesinde hem de KE yüklemesinde karışımın ısıl kararlılığının arttığı tespit edilmiştir.

DSC sonuçları değerlendirildiğinde, uygulanan sıcaklık aralığında karışımda ve kompozitlerde T_g değeri görülmemiştir. Elde edilen DSC eğrilerinden CE takviyeli PA11/PBS kompozitlerinin ikinci ısıtma esnasında kristallenme davranışı (T_{cc} değeri) sergilemediği, KE takviyeli kompozitlerin ise %5 elyaf içeriğinden sonra kristallenme davranışı sergilemediği görülmüştür. Bu sonuç, PBS'nin kristallenme davranışının

değişmesinden kaynaklandığını düşündürmüştür. KE'nin çekirdeklendirici etkisi olmasına rağmen, kompozit içerisindeki PBS'nin zincir hareketliliğini kısıtlayıp kristallenme davranışını etkileyerek kristalinite değerini azaltmıştır.

DMA analiz sonuçları incelendiğinde, tan δ eğrilerinden 60/40 karışımında ve kompozitlerde iki ayrı pik yani T_g değeri görülmüştür. Bu polimerlerin karışamaz özellikte olduğunu göstermektedir. Matrise hem CE hem de KE eklemesinde T_g değerleri artarken, tan δ pik yükseklikleri azalmıştır. Burada, liflerin polimer zincirlerinin hareketliliğini kısıtlayarak tan δ piklerini düşürdü söylenebilir. Bununla birlikte matrise CE eklendiğinde depo modülünde 5 kat artış, KE eklendiğinde ise 8.5 kat artış olduğu gözlemlenmiştir. Aynı zamanda liflerin kayıp modül değerlerinin de artırmış olması viskoz özelliklerin geliştiğini göstermektedir.

PA11/PBS/CE ve PA11/PBS/KE kompozitlerinin FTIR spektrumlarından, karışıma CE ve KE eklenmesi ile spektrumlarda belirgin bir değişiklik görülmemiştir. PA11/PBS/KE kompozitlerinde 3301 cm^{-1}'deki N-H gerilmesi piki ile CH_2'nin asimetrik ve simetrik gerilmelerini gösteren 2921 cm^{-1} ile 2853 cm^{-1}'deki piklerin artan KE ile şiddetinin azaldığı gözlemlenmiştir. Spektrumlar, matris ile lifler arasında kimyasal bir etkileşimin olmadığını desteklemiştir.

SEM görüntüleri incelendiğinde, liflerin (CE ve KE) matris içerisinde homojen olarak dağıldığı ve sürekli-birleşik bir morfoloji sergiledikleri görülmektedir. CE takviyeli kompozitlerin görüntülerinde elyafın matristen bir miktar çıktığı ve matris tarafından tam olarak kaplanmadığı görülmüştür. Bu da elyaf-matris arasındaki kuvvetli olmayan yapışmayı göstermektedir. KE takviyeli kompozitlerde liflerin pürüzlü bir yapıya sahip oldukları kuvvetli bir ara yüzey bağ oluşumunun olduğunu göstermiştir. Bu durum mekanik özelliklerde de kanıtlanmıştır.

Bu çalışma süresince elde edilen deneyim sayesinde ileride PA11/PBS örnekleri ile ilgili çalışma yapacak olan araştırmacılara önerme olarak şu söylenmektedir: PA11 ve PBS arasındaki arayüzey bağlanmasının arttırılması için fonksiyonel gruplarına göre uyumlaştırıcıların kullanılması ve eriyik harmanlama yöntemi ile hazırlanan örneklerin mekanik, ısıl, morfolojik ve termo-mekanik özelliklerinin araştırılması yapılabilir. Aynı zamanda CE ve KE'nin, uyumlaştırılmış karışım üzerindeki etkisi de araştırılabilir.

KAYNAKLAR

Ajinjeru, ., Kishore, V., Lindahl, J., Sudbury, Z., Hassen A. A., Post, B., Love, L., Kunc V., Duty, C. (2018). The Influence of Dynamic Rheological Properties on Carbon Fiber-Reinforced Polyetherimide for Large-Scale Extrusion-Based Additive Manufacturing. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 99*, 411-418.

Akash, M.S.H., Rehman, K. (2020). Differential Scanning Calorimetry. *Essentials of Pharmaceutical Analysis* (1st ed.) (199-206). Singapore: Springer,

Altun Ş., Ulcay, Y. (2003). Polietilen Teraftalat (PET) Polimerlerinde Ekstruder İçerisinde Önemli Olan Bozunmalar. *Mühendislik Bilimleri Dergisi, 9*(1), 89-93.

Arabeche, K., Abdelmalek, F., Delbreilh, L., Zair, L., Berrayah, A. (2020). Physical and Rheological Properties of Biodegradable Poly(Butylene Succinate)/Alfa Fiber Composites. *Journal of Thermoplastic Composite Materials, 20*(10), 1-19.

Ayık S. (2021). Ticari Olarak Üretilip Satılan Kauçukların Karakterizasyon Parametrelerin Belirlenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Bursa Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Bursa, 675614.

Babu, R. P., O'connor, K., Seeram, R. (2013). Current Progress on Bio-Based Polymers and Their Future Trends. *Progress in Biomaterials, 2*(8).

Bahl, S., Dolma, J., Singh, J. J., Sehgal, S. (2020). Biodegradation of Plastics: A State of the Art Review. *Materials Today: Proceedings, 39*, 31–34.

Bahrami, M., Abenojar, J., Martinez, M. A. (2021). Comparative Characterization of Hot-Pressed Polyamide 11 and 12: Mechanical, Thermal and Durability Properties. *Polymers, 13*(20), 3553.

Barnes, H. A., Hutton, J. F., Walters, K. (1996). *An Introduction to Rheology* (3rd ed.). Amsterdam: Elsevier.

Bashir, M. A. (2021). Use of Dynamic Mechanical Analysis (DMA) for Characterizing Interfacial Interactions in Filled Polymers. *Solids, 2*(1), 108-120.

Bhagat, V. K., Biswas, S., Dehury, J., (2014) Physical, Mechanical, and Water Absorption Behavior of Coir/Glass Fiber Reinforced Epoxy Based Hybrid Composites, *Polymer Composites, 35*(5), 925-930.

Callister W. Jr., Rethwisch, D. G. (2018). *Materials Science and Engineering: An Introduction* (10th ed.). Hoboke NJ: John Wiley & Sons, Inc.

Cevahir, A. (2017). Glass Fibers. Seydibeyoğlu M. Ö., Mohanty, A. K., Misra, M. (Ed.), *Fiber Technology for Fiber-Reinforced Composites* (1st ed.) (99–121). Woodhead Publishing.

Chaichanawong, J., Thongchuea, C., Areerat, S. (2016). Effect of Moisture on the Mechanical Properties of Glass Fiber Reinforced Polyamide Composites. *Advanced Powder Technology, 27*(3), 898-902.

Chen, G-Q., Patel, M. K., (2011). Plastics Derived from Biological Sources: Present and Future: A Technical and Environmental Review. *American Chemical Society, 112*(4), 2082–2099.

Chen, Z. Hu, J., Ju, J., Kuang, T. (2019). Fabrication of Poly(butylene succinate)/Carbon Black Nanocomposite Foams with Good Electrical Conductivity and High Strength by a Supercritical CO_2 Foaming Process. *Polymers, 11*(11),1852.

Chinnasamy, V., Subramani, S. P., Palaniappanc, S. K., Mylsamyd, B., Aruchamy, K. (2020). Characterization on Thermal Properties of Glass Fiber and Kevlar Fiber with Modified Epoxy Hybrid Composites. *Journal of Materials Research and Technology 9*(3), 1-10.

Chrissafis, K., Paraskevopoulos, K.M., Bikiaris, D.N. (2005). Thermal Degradation Mechanism of Poly(ethylene succinate) and Poly(butylene succinate): Comparative Study. *Thermochimica Acta, 435*(2), 142–150.

Chung, D. D. L., (2010) Composite Materials Science and Applications, (2nd ed.) (14-21, 25-26). New York: Springer.

Croft W. J. (2006). *Under The Microscope A Brief History Of Microscopy* (1st ed.). London: World Scientific Publishing.

Das, T. K., Ghosh, P., Das, N. Ch. (2019). Preparation, Development, Outcomes, and Application Versatility of Carbon Fiber-Based Polymer Composites: A Review. *Advanced Composites and Hybrid Materials, 2,* 214-233.

Davis J.R. (2004). *Introduction to Tensile Tenting. Tensile Tensting* (2nd ed.) (1-12). United States of America: ASM International.

De Matos Costa, A. F., Crocitti, A., De Carvalho, L. H., Carroccio S. C., Cerruti, P., Santagata, P. (2020). Properties of Biodegradable Films Based on Poly(butylene Succinate) (PBS) and Poly(Butylene Adipate-co-Terephthalate) (PBAT) Blends. *Poylmers, 12*(10), 2317.

De Nardo, L., Farè, S. (2017). Dynamico-Mechanical Characterization of Polymer Biomaterials. Tanzi, M. C., Farè, S. (Ed.), *Characterization of Polymeric Biomaterials* (1st ed.) (203-232). Elsevier.

Devaraju, S., Vengatesan, M.R., Selvi, M., Song, J.K., Alagar, M. (2013). Hyperbranched Polysiloxane-Based Diglycidyl Ether of Bisphenol A Epoxy Composite for Low k Dielectric Application. *Polymer Composites, 34*(6), 904-911.

Devaraju, S., Hariharan, A.,Balaji, K., Alagar, M.(2021). Thermal and Morphological Analyses of Polymer Matrix Composites. *Encyclopedia of Materials: Composites*, *1*, 1038-1068.

Di Lorenzo M. L., Longo A., Androsch R. (2019). Polyamide 11/Poly(butylene succinate) Bio-Based Polymer Blends. *Materials (Basel) 12*, 2833.

Ding, G., Fu, J., Dong, X., Chen, L., Jia, H., Wenqi, Y., Shi, L., (2013). Preparation and Properties of Polyhedral Oligomeric Silsesquioxane/Epoxy Hybrid Resins, *Polymer Composites, 34*(10), 1753-1760.

Doğan A., Siyakus G., Severcan F. (2007). FTIR Spectroscopic Characterization of Irradiated Hazelnut (Corylus Avellana L.). *Food Chemistry, 100*(3), 1106-1114.

Donnet, J-B., Reboillat, S., Wang, T. K., Peng, J. C. M. (1998). *Carbon Fibers* (3rd ed.). USA, New York: Marcel Dekker.

Durmaz, U. B., Aytac, A. (2022). Investigation of the Mechanical, Thermal, Morphological and Rheological Properties of Bio-Based Polyamide11/Poly(lactic acid) Blend Reinforced with Short Carbon Fiber. *Materials Today Communications, 30*, 103030.

European Bioplastics, Nova Institute (2021). https://www.european-bioplastics.org/market/ (Ziyaret tarihi: 11 Kasım 2022)

Farhat H. (2021). Materials and Coating Technologies. *Operation, Maintenance, and Repair of Land-Based Gas Turbines* (1st ed.) (63-87). USA: Elsevier.

Feichao Z., Yu B., Su J., Han J. (2020). Study on PLA/PA11 Bio-Based Toughening Melt-Blown Nonwovens. *Autex Research Journal, 20*(1), 24–31.

Fernandez, J. O., Swallowe, G. M., Lee, S. F. (2001). Crystallization of Nylon 11 Under Compressive High Strain Rates. *Journal Applied Polymer Science, 80*(11), 2031–2038.

Flores, E., Funabashi, M., Kunioka, M. (2009). Mechanical Properties and Biomass Carbon Ratios of Poly(Butylene Succinate) Composites Filled with Starch and Cellulose Filler Using Furfural as Plasticizer. *Journal of Applied Polymer Science, 112*(6), 3410-3417.

Gao, J., Yadong, W., Li, J., Peng, X., Yin, D., Wang, J., Wang, X., Jin, M., Yao, Z., Shen, X., Wang, S., Jin, H. (2022). Toughening and Heat-Resistant Modification of Degradable PLA/PBS-Based Composites by Using Glass Fiber/Silicon Dioxide Hybrid Fillers. *Polymers, 14*(16), 3237.

Ghani, M. U., Sidduque, A., Abraha, K. G., Yao, L., Li, W., Khan, M. Q., Kim, I-S. (2022). Performance Evaluation of Jute/Glass-Fiber-Reinforced Polybutylene Succinate (PBS) Hybrid Composites with Different Layering Configurations. *Materials, 15,* 1055.

Gill, P., Moghadam, T. T., Ranjbar, B. (2010). Differential Scanning Calorimetry Techniques: Applications in Biology and Nanoscience. *Journal of Biomolecular Techniques, 21*(4), 167–193.

Gowman, A., Wang, T., Rodriguez-Uribe, A., Mohanty, A. K. (2018). Bio-Poly(butylene succinate) and Its Composites with Grape Pomace: Mechanical Performance and Thermal Properties. *ACS Omega, 3*(11), 15205-15216.

Gu, H., Liu, C., Zhu, J., Gu, J., Wujcik, E. K., Shao, L., Wang, N., Wei, H., Scaffaro, R., Zhang, J., Guo, Z. (2018). Introducing Advanced Composites and Hybrid Materials. *Advanced Composites and Hybrid Materials, 1,* 1–5.

Gupta R. K. (2000). *Polymer and Composite Rheology* (2nd ed.). New York: CRC Press.

Guschl, P. C., Otaigbe, J. U. (2003). An Experimental Study of Morphology and Rheology of Ternary Pglass-PS-LDPE Hybrids. *Polymer Engineering and Science, 43*(6),1180-1196.

Ha, J., (1991). Toughening Mechanisms in Weak Matrix Ceramic Composites. PhD Thesis. University of Missouri–Rolla, Amerika.

Haines, P. J., Reading, M., Wilburn, F. W. (1998). Differential Thermal Analysis and Differential Scanning Calorimetry. Brown, M. E. (Ed.), *Handbook of Thermal Analysis and Calorimetry* (1st ed.) (279-361). The Netherlands: Elsevier Science.

Hassan, M. F., Sabri, M. A., Fazal, H., Hafeez, A., Shezad, N., Hussain M. (2020). Recent Trends in Activated Carbon Fibers Production from Various Precursors and Applications—A Comparative Review. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis, 145,* 104715.

Hassani, S., Mousavi, M., Gandomi, A. H. (2022). Structural Health Monitoring in Composite Structures: A Comprehensive Review. *Sensors, 22*(1), 153.

Herzog, B., Kohan, M. I., Mestemacher, S. A., Pagilagan, R. U., Redmond, K. (2013). Polyamides. Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry. Wiley-VCH.

Hazer, S., Çoban, M., Aytac, A. (2018). A Study on Carbon Fiber Reinforced Poly(lactic acid)/Polycarbonate Composites. *Journal of Applied Polymer Science, 135*(48), 1-9.

Heshmati, V. (2017). Biobased PLA/PA11 Blends and the Incorporation of Cellulose Nanocrystal. PhD Thesis. E.coli Polytechnique de Montréal, PolyPublie.

Hongsriphan N., Kaew-Ngam C., Saengdet P., Kongtara N. (2021). Mechanical Enhancement of Biodegradable Poly(Butylene Succinate) by Biobased Polyamide11. *Engineering Journal, 25*(2), 295–304.

Jabbar, A., Militky, J., Wiener, J., Kale, B. M., Ali, U., Rwawiire, S. (2017). Nanocellulose Coated Woven Jute/Green Epoxy Composites: Characterization of Mechanical and Dynamic Mechanical Behavior. *Composite Structures, 161*, 340-349.

Jiang, R., Quirk, R. P., White, J. L., Min, K. (1991). Polycarbonate-Polystyrene Block Copolymers and Their Application As Compatibilizing Agents in Polymer Blends. *Polymer Engineering Science, 31*, 1545.

Kabir, M. M., Wang, H., Lau, K. T., Cardona, F. (2012). Chemical Treatments on Plant-Based Natural Fibre Reinforced Polymer Composites: An Overview. *Composites Part B: Engineering, 43*(7), 2883-2892.

Kale P. D., Darade P. D., Sahu A. R., (2021). A Literature Review on Injection Moulding Process Based on Runner System and Process Variables. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 1017, 1-8.

Kanemura, C., Nakashima, S., Hotta, A. (2012). Mechanical Properties and Chemical Structures of Biodegradable Poly(Butylene-Succinate) for Material Reprocessing. *Polymer Degradation and Stability*, *97*(6), 972–980.

Kangishwar, S., Radhika, N., Sheik, A.A. Chavali, A., Hariharan, S. (2022). A Comprehensive Review on Polymer Matrix composites: Material Selection, Fabrication, and Application. *Polymer Bulletin, 79*(2). DOI:10.1007/s00289-022-04087-4

Karak, N. (2012). Biodegradable Polymers. *Vegetable Oil-Based Polymers Properties, Processing and Applications* (1st ed.) (31-53). Cambridge: Woodhead Publishing.

Kasgoz, A., Akın, D., Durmus, A. (2014). Rheological and Electrical Properties of Carbon Black and Carbon Fiber Filled Cyclic Olefin Copolymer Composites. *Composites Part B: Engineering, 62*, 113–120.

Kausar, A. (2019). Advances in Carbon Fiber Reinforced Polyamide-Based Composite Materials. *Advances in Material Science, 19*(4), 67-82.

Kaygınok F. (2022). Evaluation of Thermal, Rheological, and Dynamic Mechanical Properties of CNT Reinforced Pei and Peek Composites: A Comparative Study. M.Sc. Thesis, Istanbul Technical University, Department of Materials Science and Engineering, Istanbul, 729354.

Kayı Y. (2006). Plastik Enjeksiyon Prosesindeki Parametrelerin Çekme Problemine Etkilerinin Taguchi Metodu İle İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Sakarya, 181891.

Khan, R. (2019). Fiber Bridging in Composite Laminates: A Literature Review. *Composite Structures, 229,* 111418.

Kim, H-S.,Yang, H-S., Kim, H-J. (2005). Biodegradability and Mechanical Properties of Agro-Flour–Filled Polybutylene Succinate Biocomposites. *Journal of Applied Polymer Science, 97*(4), 1513-1521.

Kim, H-S., Kim, H-J., Lee, J-W., Choi, I-G. (2006). Biodegradability of Bio-Flour Filled Biodegradable Poly(Butylene Succinate) Bio-Composites in Natural and Compost Soil. *Polymer Degradation and Stability, 91*(5), 1117-1127.

Kishore, V., Ajinjeru, C., Hassen, A. A., Lindahl, J., Kunc V., Duty, C. (2020). Rheological Behavior of Neat and Carbon Fiber-Reinforced Poly(ether ketone ketone) for Extrusion Deposition Additive Manufacturing. *Polymer Engineering and Science, 60*(5), 1-10.

Kodal M. (2014). Plastikleştirilmiş Poli(laktik asit) Nanokompozitlerinin Fiziksel Özellikleri ve Kristalizasyon Davranışının İncelenmesi. Doktora Tezi, Kocaeli Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kocaeli, 379726.

Kodre, K. V., Attarde, S. R., Yendhe, P. R., Patil, R. Y., Barge, V. U. (2014). Differential Scanning Calorimetry: A Review. *Research and Reviews: Journal of Pharmaceutical Analysis, 3*(3), 11-22.

Koo, J. H., Lao, S., Lee, J., Lam, C., Lee, J., Moon, T., Pilato, L., Wissler, G., (2010). Performance of Clays, Carbon Nanofibers, Multi-Walled Carbon Nanotubes, and Nano-Alumina in Polyamide 11 Nanocomposites. *51st AIAA/ASME/ASCE/AHS/ASC Structures, Structural Dynamics, and Materials Conference,* Orlando, Florida, 12 - 15 April 2010.

Koppens L. J. (1991). Injection Molding. Brook R. J., (Ed), *Concise Encyclopedia of Advanced Ceramic Materials* (1st ed.) (233-235). Netherlands: Pergamon Press Plc.

Kracalik, M., Pospisil, L., Slouf, M., Mikesova J., Sikora, A., Simonik, J., Fortelny, I., (2008). Effect of Glass Fibers on Rheology, Thermal and Mechanical Properties of Recycled PET. *Polymer Composites, 29*(8), 915-921.

Kuciel, S., Kuzniar, P., Liber-Knec, A., (2012). Polyamides from Renewable Sources as Matrices of Short Fiber Reinforced Biocomposites. *Polimery, 57*(9), 627-634.

Lee, T., Ooi, C-H., Othman, R., Yeoh, F-Y. (2014). Activated Carbon Fiber – The Hybrid of Carbon Fiber and Activated Carbon. *Reviews on Advanced Materials Science, 36*(2), 118-136.

Lee, S-H., Wang, S. (2006). Biodegradable Polymers/Bamboo Fiber Biocomposite with Bio-Based Coupling Agent. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 37*(1), 80-91.

Leyva-Porras, C., Cruz-Alcantar, P., Espinosa-Solís, V., Martínez-Guerra, E., Piñón-Balderrama, C. I., Compean Martínez, I., Saavedra-Leos, M. Z. (2019). Application of Differential Scanning Calorimetry (DSC) and Modulated Differential Scanning Calorimetry (MDSC) in Food and Drug Industries. *Polymers, 12*(1), 1-21.

Li W., Qu J-P. (2014). Mechanical Properties of Chopped Carbon Fiber Reinforced PBS/CF Composites. *Advanced Materials Research,* 989-994, 587-590.

Liang J., Ding C., Wei Z., Sang L., Song P., Chen G., Chang Y., Xu J., Zhang W. (2015) Mechanical, Morphology, and Thermal Properties of Carbon Fiber Reinforced Poly(Butylene Succinate) Composites. *Polymer Composites, 36,* 1335–1345.

Lim H., Hoag S. W. (2013). Plasticizer Effects on Physical–Mechanical Properties of Solvent Cast Soluplus® Films. *AAPS PharmSciTech, 14*(3), 1-8.

Lin, G., Li, D., Liu, M., Zhang, X., Zheng, Y. (2018). Rheology, Non-Isothermal Crystallization Behavior, Mechanical and Thermal Properties of PMMA-Modified Carbon Fiber-Reinforced Poly(Ethylene Terephthalate) Composites. *Polymers, 10*(6), 594.

Lin, S-Y., Wang, S-L. (2012). Advances in Simultaneous DSC–FTIR Microspectroscopy for Rapid Solid-State Chemical Stability Studies: Some Dipeptide Drugs as Examples. *Advanced Drug Delivery Reviews, 64*(5), 461-478.

Lingesh, B.V., Rudresh, B. M., Ravikumar, B. N. (2014). Effect of Short Glass Fibers on Mechanical Properties of Polyamide66 and Polypropylene (PA66/PP) Thermoplastic Blend Composites. *Procedia Materials Science, 5,* 1231–1240.

Liu, T., Lim, K. P., Tjiu, W. C., Pramoda, K.P., Chen, Z-K. (2003). Preparation and Characterization of Nylon 11/Organoclay Nanocomposites. *Polymer, 44*(12), 3529-3535.

Liu, L., Yu, J., Cheng, L., Qu, W. (2009). Mechanical Properties of Poly(butylene succinate) (PBS) Biocomposites Reinforced with Surface Modified Jute Fibre. *Composites: Part A, 40*(5), 669–674

Magalhães da Silva S. P., Lima P. S., Oliveira J. M. (2016). Rheological Behaviour of Cork-Polymer Composites for Injection Moulding. *Composites Part: B Engineering.*

Magniez, K., Iftikhar, R., Fox, B. L. (2014). Properties of Bio-Based Polymer Nylon 11 Reinforced With Short Carbon Fiber Composites. *Polymer Composites, 36*(4), 668-674.

Mallardo, S., De Vito, V., Malinconico, M., Volpe, M.G., Santagata, G., Di Lorenzo, M.L. (2016). Poly(butylene succinate)-Based Composites Containing β-cyclodextrin/d-limonene Inclusion Complex. *European Polymer Journal, 79,* 82–96.

Marko H., Jabeen R., Karki T. (2020). The Modelling of Extrusion Processes for Polymers – A Review. *Polymers 12*(6), 1306.

Markovicova, L., Zatkalikova, V., Garbacz, T. (2015). Effect of UV Radiation to Change the Properties of the Composite PA+GF. *International Scholarly and Scientific Research & Innovation 9(10)*, 1224-1227.

Martino, L., Basilissi, L., Farina, H., Ortenzi, M.A., Zini, E., Di Silvestro, G., Scandola, M. (2014). Bio-Based Polyamide 11: Synthesis, Rheology and Solid-State Properties of Star Structures. *Euopean Polymer Journal, 59,* 69–77.

Mazumdar, S. (2002). *Composites Manufacturing Materials, Product, and Process Engineering* (1st ed.). London: CRC Press.

Menard, K. P. (2008). *Dynamic Mechanical Analysis* (2nd ed.). A Practical Introduction, Boca Raton, ABD: CRC Press.

Menczel, J. D., Prime, R. B. (2009). Thermal Analysis of Polymers, *Fundamentals and Applications* (1st ed.) (241-242). New York: Wiley.

Mohamed, M. A. Jaafar, J., İsmail, A. F., Othman, M. H. D., Rahman, M. A. (2017). Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy. Hilal, N., Ismail, A. F., Matsuura, T., Oatley-Radcliffe , D. (Ed.), *Membrane Characterization* (1st ed.) (3-29). Elsevier.

Moriyama T., Sumiya N., Saito T. (2016). Impact Strength Improvement of Polyamide 11 Without Flexural Modulus Reduction by Dispersing Poly(butylene succinate) Particles. *Polymer Journal, 48,* 221–224.

Mukhopadhyay, A., Jang, S. (2009). Using Cement Paste Rheology to Predict Concrete Mix Design Problems: Technical Report, *Texas Transportation Institute,* UCID: 0-5820-1, 15-34.

Mukhopadhyay S. K. (2009). Manufacturing, Properties and Tensile Failure of Nylon Fibres. Bunsell, A. R. (Ed.), *Handbook of Tensile Properties of Textile and Technical Fibres* (1st ed.) (197-222). Dublin: Woodhead Publishing.

Naheed, S., Jawaid, M. (2017). Epoxy Resin Based Hybrid Polymer Composites. Thakur, V. K., Thakur, K. M., Pappu A. (Ed.), *Hybrid Polymer Composite Materials: Properties and Characterisation* (1st ed.) (57-82). India: Matthew Deans.

Newcomb, B. A.. (2016). Processing, Structure, and Properties of Carbon Fibers. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 91(1),* 262-282.

Ng H. M., Saidi NM., Omar F. S., Ramesh K., Ramesh S., Bashir S. (2002). Thermogravimetric Analysis of Polymers. *Encyclopedia of Polymer Science and Technology* (1st ed.). New York: John Wiley and Sons Inc.

Oliver-Ortega, H., Méndez, J., Mutjé, P., Tarrés, Q., Espinach, F., Ardanuy, M. (2017). Evaluation of Thermal and Thermomechanical Behaviour of Bio-Based Polyamide 11 Based Composites Reinforced with Lignocellulosic Fibres. *Polymers, 9*(12), 1-17.

Tayebi L., Moharemzadeh K. (2017). Characterization of Biomaterials. Omidi M., Fatehinya A., Farahani M., Akbari Z., Shahmoradi S., Yazdian F., Tahriri M., Moharamzadeh K., Tayebi L., Vashaee D. (Ed.), *Biomaterials for Oral and Dental Tissue Engineering* (1st ed.) (97-115), Cambridge MA: Woodhead Publishing.

Öner E. (2019). Çeşitli Katkı Malzemeleri İçeren PHB/TPU Kompozitlerinin Hazırlanması ve Karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi, Burdur Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Malzeme Teknolojileri Mühendisliği Anabilim Dalı, Burdur, 574769.

Park, S-J., Seo, M-K. (2011). Element and Processing. *Interface Science and Composites* (1st ed.) (431-499). Amsterdam, The Netherlands: Elsevier.

Patel, R., Ruehle D. A., Dorgan J. R., et al (2014). Biorenewable Blends of Polyamide-11 and Polylactide. *Polymer Engineering Science, 54*(7), 1523–1532.

Pion, F., Ducrot, P-H., Allais, F., (2014). Renewable Alternating Aliphatic–Aromatic Copolyesters Derived from Biobased Ferulic Acid, Diols, and Diacids: Sustainable Polymers with Tunable Thermal Properties. *Macromoleculer Chemistry and Physics, 215*(5), 431-439.

Pivsa-Art, W., Pivsa-Art, S. (2019). Effect of Talc on Mechanical Characteristics and Fracture Toughness of Poly(lactic acid)/Poly(butylene succinate) Blend. *Journal of Polymers and Environment, 27*(8), 1821–1827.

Phua, Y. J., Chow, W.S., Mohd Ishak, Z. A. (2011). The Hydrolytic Effect of Moisture and Hygrothermal Aging on Poly(butylene succinate)/Organo-Montmorillonite Nanocomposites. *Polymer Degradation and Stability, 96*(7), 1194–1203

Prashanth, S., Subbaya, K. M., Nithin, K., Sachhidananda, S., (2017). Fiber Reinforced Composites - A Review. *Journal of Material Science & Engineering, 6*(3), 1-6.

Qiu, W., Mai, K., Zeng, H. (1999). Effect of Macromolecular Coupling Agent on the Property of PP/GF Composites. *Journal of Applied Polymer Science, 71*(10), 1537–1542.

Rafiqah, S. A., Khalina, A., Harmaen, A. S., Tawakkal, I.A., Zaman, K., Asim, M., Nurrazi, M.N., Lee, C. H. (2021). A Review on Properties and Application of Bio-Based Poly(Butylene Succinate). *Polymers, 13*(9), 1436.

Rajak, D. K., Wagh P. H., Linul E. (2022). A Review on Synthetic Fibers for Polymer Matrix Composites: Performance, Failure Modes and Applications. *Materials (Basel), 15*(14), 4790.

Raju, G. U., Kumarappa, S., Gaitonde, V. N. (2012). Mechanical and Physical Characterization of Agricultural Waste Reinforced Polymer Composites. *Journal of Materials and Environmental Science, 3*(5), 907-916.

Ramirez Jr, M. (2009). *PBS Poly(butylene Succinate), Sustainable Packaging*. University of New South Wales, Sydney, Australia. http://sustpkgg.blogspot.com/2009/08/pbs-polybutylene-succinate.html (Ziyaret tarihi: 12 Kasım 2022)

Rashmi, B. J., Prashantha, K., Lacrampe, M. F., Krawczak, P. (2016). Toughening of Poly(lactic acid) Without Sacrificing Stiffness and Strength by Melt-Blending with Polyamide 11 and Selective Localization of Halloysite Nanotubes. *AIP Conference Proceedings: The 31st International Conference of the Polymer Processing Society*, Jeju Island, Korea, 09 March 2016.

Renzi, A. I., Verdoliva, A., Filippone G., Acierno, D. (2016). Fully Bio-Based Nanocomposite: Formulations For Packaging Application. *Journal Applied Packaging Research, 8*(8), 4.

Robeson, L. M. (2007). *Polymer Blends A Comprehensive Review* (1st ed.). Germany: Hanser.

Rueda, M. M., Fulchiron, R., Martin, G. Cassagnau, P. (2017). Rheology of Polypropylene Filled with Short-Glass Fibers: From Low to Concentrated Filled Composites. *European Polymer Journal, 93*, 167-181.

Rulkens, R., Koning, C. (2012). Chemistry and Technology of Polyamides. Matyjaszewski, K., Möller, M. (Ed.), *Polymer Science: A Comprehensive Reference* (1st ed.) (431-466). Amsterdam: Elsevier Science.

Saadatkhah, N., Garcia, A. C., Ackermann, S., Leclerc, P., Latifi, M., Samih, S., Patience, G. S., Chaouki, J. (2019). Experimental Methods in Chemical Engineering: Thermogravimetric Analysis-TGA. *The Canadian Journal of Chemical Engineering, 98*(1), 1-18.

Saba N., Jawaid M., Sultan M.T.H. (2019). An Overview of Mechanical and Physical Testing of Composite Materials. Jawaid M., Thariq M., Saba N. (Ed.), *Mechanical and Physical Testing of Biocomposites, Fibre-Reinforced Composites and Hybrid Composites* (1st ed.) (1-12). Cambridge: Woodhead.

Samir, A., Ashour, F. H., Abdel Hakim, A. A., Bassyouni, M. (2022). Recent Advances In Biodegradable Polymers for Sustainable Applications. *Npj Materials Degradation, 6*(68), 1-28.

Sampath Kumar, T. S. (2013). Physical and Chemical Characterization of Biomaterials. Bandyopadhyay, A., Bose, S., (Ed), *Characterization of Biomaterials* (1st ed.) (11-47). India: Academic Press.

Saxena, M., Pappu, A., Sharma, A., Haque, R., Wankhede, S. (2011). Composite Materials from Natural Resources: Recent Trends and Future Potentials. Pavla T. (Ed.), *Advances in Composite Materials - Analysis of Natural and Man-Made Materials* (1st ed.) (121-162). India: Intechopen.

Shen, L., J. Haufe, et al. (2009). "Product Overview and Market Projection of Emerging Bio-Based Plastics PRO-BIP 2009. EPNOE- European Polysaccharides Networks of Excellence. *Copernic Institute for Sustainable Development and Innovation - Utrecht University.*

Shivam, P. (2016). Recent Developments on Biodegradable Polymers and Their Future Trends. *International Research. Journal of Science and Engineering, 4* (1), 17-26

Siracusa, V., Blanco, I. (2020). Bio-Polyethylene (Bio-PE), Bio-Polypropylene (Bio-PP) and Bio-Poly(ethylene terephthalate) (Bio-PET): Recent Developments in Bio-Based Polymers Analogous to Petroleum-Derived Ones for Packaging and Engineering Applications. *Polymers, 12*(8), 1641.

Stickel, J. M., Nagarajan, M. (2012). Glass Fiber-Reinforced Composites: From Formulation to Application. *International Journal of Applied Glass Science, 3*(2), 122–136.

Storz, H., Vorlob, K-D. (2013). Bio-Based Plastics: Status, Challenges and Trends. *Applied Agricultural and Forestry Research, 63*(4), 321-332.

Singh, B., Kumar, R., Chohan, J. S. (2020). Polymer Matrix Composites in 3D Printing: A State of Art Review. *Materials Today: Proceedings, 33*(3), 1562-1567.

Sivanjineyulu, V., Behera, K., Chang, Y-H., Chiu, F-C. (2018). Selective Localization of Carbon Nanotube and Organoclay in Biodegradable Poly(butylene succinate)/Polylactide Blend-Based Nanocomposites with Enhanced Rigidity, Toughness and Electrical Conductivity. *Composite Part A Applied Science Manufacturing, 114*, 30–39.

Song, J., Liu, Xueshen; Zhang, Yanhua; Huang, Biao; Yang, Wenbin (2016). Carbon-Fiber-Reinforced Acrylonitrile-Styrene-Acrylate Composites: Mechanical and Rheological Properties and Electrical Resistivity. *Journal of Applied Polymer Science, 133*(13), 1-6.

Sy, Do. (2015). Material and Application Report 2015 Acrylonitrile Butadiene Styrene (ABS) and 3D Printer (2). *RMIT International University Vietnam.*

Tanzi, M. C., Farè, S., Candiani, G. (2019). Manufacturing Technologies. *Foundations of Biomaterials Engineering* (1st ed.) (137-196). United States: Academic Press.

Taşkın M. (2014). Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM). Seramik Malzemelerin Karakterizasyonu, Deney Föyü Çalışması: Fırat Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi.

Thomas, S., Abraham, J., Parambil, A. M., Krishnan, A., Maria, H. J., Ilschner, B., Lees, J. K., Dhingra, A. K., McCullough, R. L. (2016). *Composite Materials.* Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry (7th ed.). Wiley-VCH.

Thomason, J.L., (2019). Glass Fibre Sizing: A Review. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 127*, 105619.

Then, Y. Y., Ibrahim, N. A. Zainuddin, N., Chieng, B. W., Ariffin, H., Wan Yunus, W. M. Z. (2015). Effect of 3-Aminopropyltrimethoxysilane on Chemically Modified Oil Palm Mesocarp Fiber/Poly(butylene succinate) Biocomposite. *BioResources, 10*(2), 3577-3601.

Thirunavukarasu, K., Purushothaman, S., Sridevi, J., Aarthy, M., Gowthaman, M. K., Nakajima-Kambe, T., Kamini, N. R. (2016). Degradation of Poly(butylene succinate) and Poly(butylene succinate-co-butylene adipate) by A Lipase from Yeast Cryptococcus sp. Grown on Agro-industrial Residues. *International Biodeterioration & Biodegradation, 110*, 99–107.

Toh, H. W., Toong, D. W. Y., Koon Ng, J. C., Ow, V., Lu, S., Tan, L. P., Wong, P. E. H., Venkatraman, S., Huang, Y., Ang, H. Y. (2021). Polymer Blends and Polymer Composites for Cardiovascular Implants. *European Polymer Journal, 146*, 110249.

URL-1: https://malzemebilimi.net/cekme-testi-nedir-neden-uygulanir-nasil-yapilir.html, (Ziyaret tarihi: 28 Ekim 2022).

URL-2:https://silo.tips/download/karakterizasyon-teknikleri-malzeme-retim-laboratuvar-ii (Ziyaret tarihi: 31 Ekim 2022).

Walha, F., Lamnawar, K., Maazouz, A., Jaziri, M. (2016). Rheological, Morphological and Mechanical Studies of Sustainably Sourced Polymer Blends Based on Poly(Lactic Acid) and Polyamide 11. *Polymers, 8*(3), 1-23.

Wang, G., Zhang, D., Wan, G., Li, B., Zhao, G. (2019). Glass Fiber Reinforced PLA Composite With Enhanced Mechanical Properties, Thermal Behavior, and Foaming Ability. *Polymer, 181,* 121803.

Wang, Q., Shi, A., Shah, F. (2019). Rheology Instruments for Food Quality Evaluation. Zhong, J., Wang, X. (Ed.), *Evaluation Technologies for Food Quality* (1st ed.) (465-490). UK: Woodhead Publishing.

Wilczynski, K., White, J.L. (2001). Experimental Study of Melting in an Intermeshing Counter-Rotating Twin Screw Extruder. *International Polymer Processing Journal of the Polymer Processing Society 16*(3), 257-262.

Wu, S. (1990). Chain Structure, Phase Morphology, and Toughness Rationships in Polymers and Blends. *Polymer Engineering Science, 30*(13), 753–761.

Xu, Q., Qu, S., 2015, Irreversible Deformation of Metal Matrix composites: A study Via the Mechanism-Based Cohesive Zone Model, *Mechanics of Materials, 89,* 72-84.

Vasiliev, V. V., Morozov, E. V. (2021). *Mechanics and Analysis of Composite Materials*, (1st ed.) Oxford: Elsevier Science.

Yashas Gowda, T. G., Sanjay, M. R., Subrahmanya Bhat, K., Madhu, P., Senthamaraikannan, P., Yogesha, B. (2018). Polymer Matrix-Natural Fiber Composites: An Overview. *Cogent Engineering, 5*(1), 1-13

Yang, C. Q., Wang, X. L., Jiao, Y.J., Ding, Y. L., Zhang, Y. F., Wu, Z. S. (2016). Linear Strain Sensing Performance of Continuous High Strength Carbon Fibre Reinforced Polymer Composites. *Composites Part B: Engineering, 102,* 86-93.

Yu, L., Dean, K., Li, L. (2006). Polymer Blends and Composites from Renewable Resources. *Progress in Polymer Science, 31*(6), 576-602.

Yun I. S., Hwang S. W., Shim J. K., Seo K. H. (2016). A Study on the Thermal and Mechanical Properties of Poly (Butylene Succinate)/Thermoplastic Starch Binary Blends. *International Journal of Precision Engineering Manufacturing - Green Technology, 3*(3), 289–296.

Zhang, X., Xie, T., Yang, G. (2006). Isothermal Crystallization and Melting Behaviors of Nylon 11/Nylon 66 Alloys by In Situ Polymerization. *Polymer, 47*(6) 2116-2126.

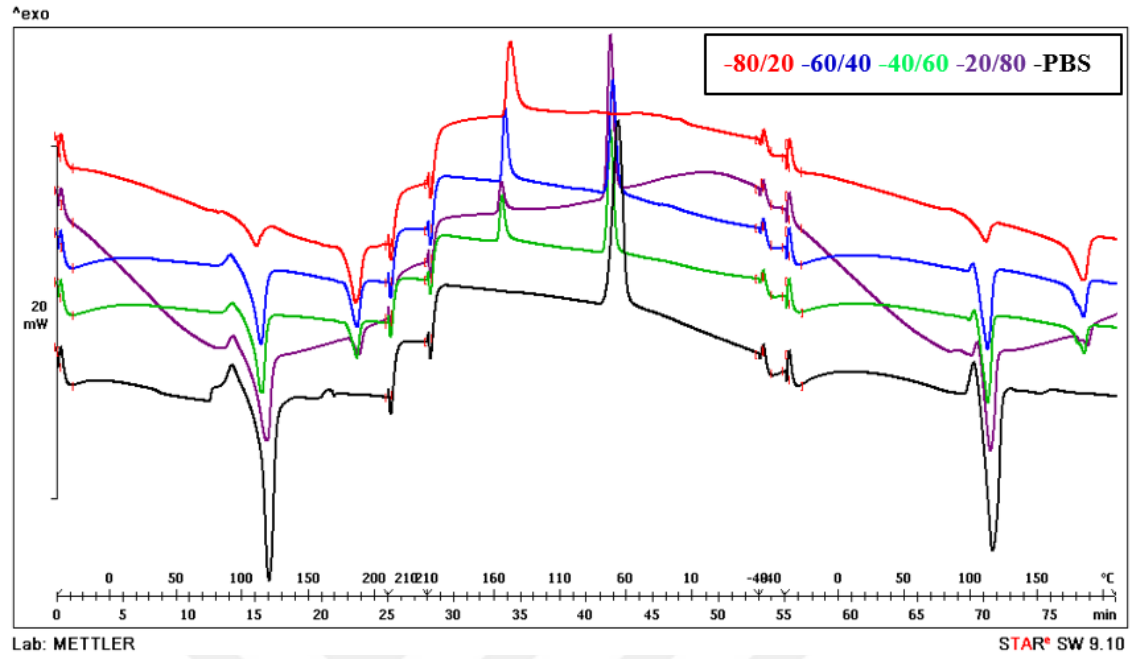
Zhong, Y., Godwin, P., Jin, Y., Xiao, H., (2020). Biodegradable Polymers and Green-Based Antimicrobial Packaging Materials: A Mini-Review. *Advanced Industrial and Engineering Polymer Research, 3*(1), 1-31.

Zengin, F. (2020). The Production of Chopped Glass Fiber Reinforced PPS Composite Via Exturusion and Injection Moulding and Characterization Studies. Master Thesis, Marmara University, Institute for Graduate Studies in Pure and Applied Sciences, Istanbul, 638084.

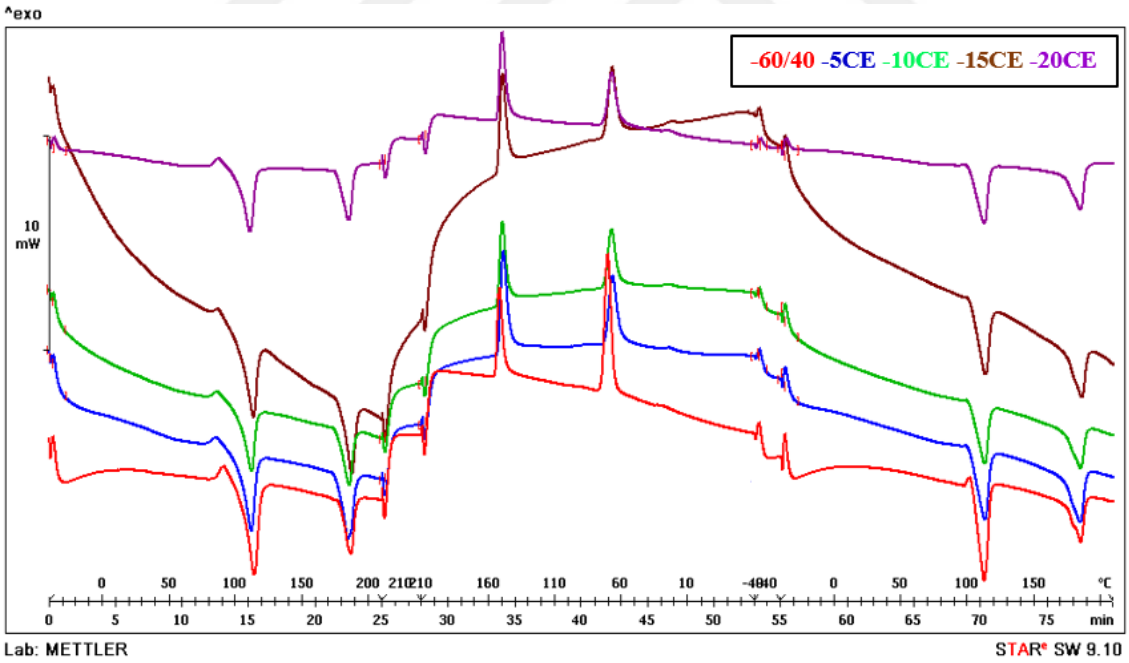
Zor, M.(2022). Kompozit Malzeme Mekaniği Ders Notları: Dokuz Eylül Üniversitesi, Makine Mühendisliği Bölümü.

EKLER

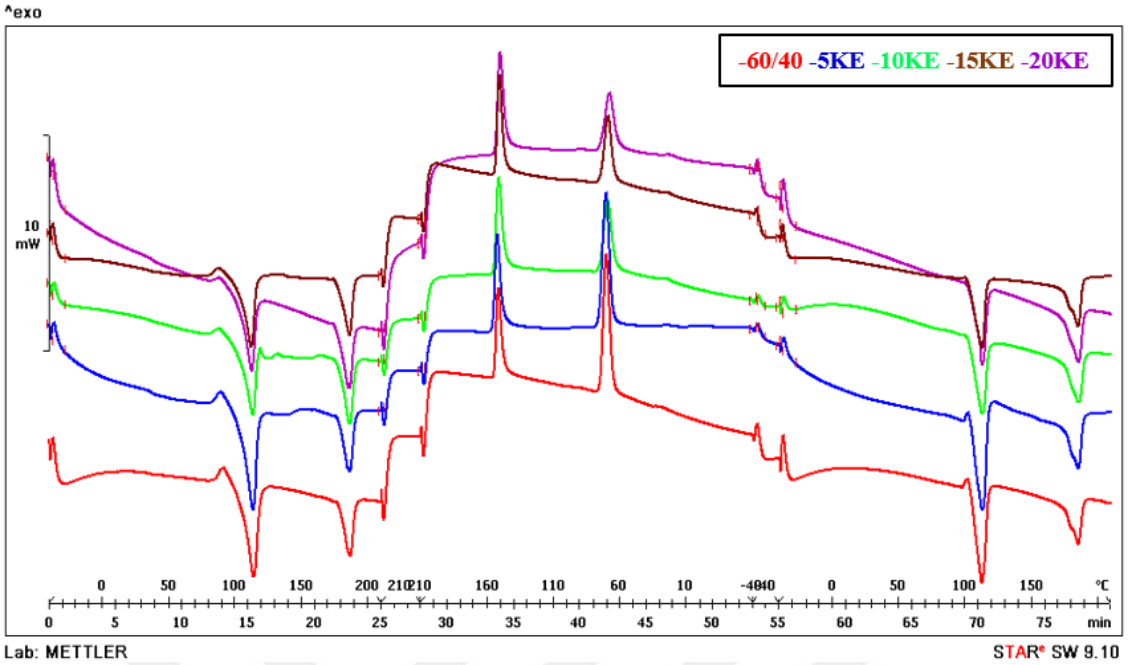
Ek-A



Şekil A.1. Saf PBS ve PA11/PBS karışımlarının DSC eğrileri



Şekil A.2. 60PA11/40PBS/CE kompozitlerinin DSC eğrileri



Şekil A.3. 60PA11/40PBS/KE kompozitlerinin DSC eğrileri

KİŞİSEL YAYIN VE ESERLER

Gokcek S., Uçpınar Durmaz B., Aytaç A. (2022). Preparation of PA11/PBS Blends and Investigation of the Properties", *2. International Cappadocia Scientific Research Congress*, Cappadocia, Nevşehir, 17-19 June 2022.

Gokcek S., Ucpınar Durmaz B., Aytac A. (2022). Investigation of the Properties of Carbon Fiber Reinforced PA11/PBS Composites, *TASHKENT 2st International Congress on Modern Sciences,* Tashkent Chemical-Technological Institute, Tashkent, Uzbekistan, 16-17 December 2022.

ÖZGEÇMİŞ

İlk, orta ve lise öğrenimini Kocaeli'nde tamamladı. 2015 yılında Konya Teknik Üniversitesi Kimya Mühendisliği bölümünde lisans eğitimine başladı ve 2019 yılında bölüm üçüncüsü olarak eğitimini tamamladı. 2020 yılında Kocaeli Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı'nda başladığı tezli yüksek lisans eğitimine halen devam etmektedir. Temmuz 2020 yılından itibaren İzmit Belediyesinde Kimya Mühendisi olarak çalışmaktadır.