

KOCAELİ ÜNİVERSİTESİ * FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**POLİMER MATRİSLİ KOMPOZİTLERDE PARTİKÜL
TAKVİYESİNİN MALZEME İÇ YAPISINA, MEKANİK VE
TRİBOLOJİK ÖZELLİKLERE ETKİSİ**

DOKTORA TEZİ

Y. Müh. Onur ÇOBAN

**Anabilim Dalı: Makina Mühendisliği
Danışman: Prof. Dr. TAMER SINMAZÇELİK**

KOCAELİ, 2011

**POLİMER MATRİSLİ KOMPOZİTLERDE PARTİKÜL
TAKVİYESİNİN MALZEME İÇ YAPISINA, MEKANİK VE
TRİBOLOJİK ÖZELLİKLERE ETKİSİ**

DOKTORA TEZİ

Y. Müh. Onur ÇOBAN

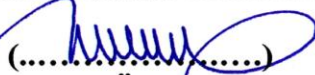
Tezin Enstitüye Verildiği Tarih: 05 EKİM 2011

Tezin Savunulduğu Tarih: 27 EKİM 2011

**Tez Danışmanı
Prof.Dr. Tamer SINMAZÇELİK**


(.....)

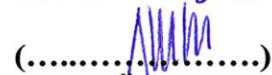
**Üye
Prof.Dr. İsmail CÜRGÜL**


(.....)

**Üye
Prof.Dr. Muzaffer ZEREN**


(.....)

**Üye
Prof.Dr. Ahmet ÜNAL**


(.....)

**Üye
Doç.Dr. Güralp ÖZKOÇ**


(.....)

KOCAELİ, 2011

ÖNSÖZ VE TEŞEKKÜR

Polimer malzemeler gelişen teknoloji ile birlikte diğer geleneksel malzemelere kıyasla daha yaygın olarak kullanılmaktadır. Tercih edilme nedenlerinden en önemlisi olan düşük yoğunlukları sayesinde yüksek özgül özellikler sergilemeleridir. Endüstriyel alanda artan rekabet ile birlikte gelişen ARGE çalışmalarının çoğu optimum malzeme özelliğini minimum maliyet ile sağlayabilmek için yapılmaktadır. Polimer malzemelerin optimum özelliklerinin en düşük maliyet ile sağlanmasında en önemli etken üretim şartlarıdır. Üretim şartları iyi optimize edilirse düşük maliyet ile istenilen malzeme özelliği sağlanabilmektedir. Bu amaçla çalışma kapsamında polimer ve kompozitlerinin üretim şartlarının malzeme iç yapısına, mekanik ve tribolojik özelliklere etkisi incelenmiştir.

Sahip olduğu bilgi birikimi ve tecrübesiyle çalışmalarında desteğini eksik etmeyen, meslek hayatıma kazandırdığı iş disiplini ile bana örnek olan değerli hocam Prof. Dr. İsmail CÜRGÜL'e teşekkür ederim. Makine Mühendisliği Bölüm Başkanı Prof. İbrahim UZMAN'a Malzeme Laboratuvar imkanlarını kullanmama olanak sağladığı için teşekkür ederim. Arş. Gör. Mak. Y. Müh. Mustafa Özgür BORA'ya, Yrd. Doç. Dr. İsa TAŞKIRAN'a, başta sayın rektörümüz Prof. Dr. Sezer Ş. KOMSUDOĞLU olmak üzere tüm Kocaeli Üniversitesi'ne ve yine başta Doç. Dr. Volkan GÜNAY olmak üzere TÜBİTAK-MAM Malzeme Enstitüsü'ne çalışmalarım sırasında vermiş oldukları destek nedeniyle teşekkürlerimi sunarım. Ayrıca maddi ve manevi her konuda destek ve yardımlarını esirgemeyen, beni cesaretlendiren aileme ve yakınlarıma teşekkür ederim. Hayatıma anlam katan değerli hayat arkadaşım İlknur ÇOBAN'a bu süreçte bana her konuda destek olması nedeniyle teşekkür ederim.

Bu çalışmanın ortaya çıkmasında büyük emeği olan, bana kılavuzluk eden ve sürekli cesaretlendiren danışmanım Prof. Dr. Tamer SINMAZÇELİK'e sonsuz şükran ve teşekkürlerimi sunarım.

İÇİNDEKİLER

ÖNSÖZ VE TEŞEKKÜR	i
İÇİNDEKİLER	ii
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	iv
TABLOLAR DİZİNİ	vi
SİMGELER DİZİNİ.....	vii
ÖZET.....	ix
İNGİLİZCE ÖZET	x
BÖLÜM 1. GİRİŞ	1
1.1. Termoplastik malzemelerin ekstrüzyon ve enjeksiyonda kalıplama ile üretimi ...	1
1.2. Deney tasarımı yöntemi kullanılarak ekstrüder ve enjeksiyonlu kalıplama üretim yöntemi parametrelerinin optimizasyonu.....	3
1.3. Termoplastik esaslı kompozitler	5
1.3.1. Matris malzemesi: Poli(fenilen sülfid) (Poly(phenylene sulphide))	7
1.3.2. Takviye elemanı: Alumina (Al_2O_3) partikülü	8
1.4. Tez çalışmasının amacı ve içeriği	11
BÖLÜM 2. LİTERATÜR TARAMASI	13
2.1. Termoplastik malzemeden ekstrüzyon ve enjeksiyonlu kalıplama yöntemi ile üretim parametrelerinin deney tasarımı ile optimizasyonu	13
2.2. Isıl işlem uygulamasının termoplastik ve kompozitlerinin özelliklerine etkisi ..	15
2.3. Partikül takviyeli termoplastik kompozitlerin özellikleri	18
BÖLÜM 3. DENEYSEL ÇALIŞMA.....	33
3.1. Kullanılan Malzemeler.....	33
3.2. Ekstrüzyon ve Enjeksiyonlu Kalıplama Yöntemi İle Termoplastik ve Termoplastik Esaslı Kompozit Malzeme Üretimi.....	34
3.3. Taguchi Deney Tasarımı Metodu.....	37
3.4. Isıl İşlem Uygulaması	40
3.5. Üretilen Termoplastik ve Termoplastik Esaslı Kompozit Malzemelerin Özelliklerinin İncelenmesi İçin Kullanılan Test ve Analiz Metotları.....	40
3.5.1. Mekanik testler.....	40
3.5.1.1. Barkol sertlik testi	40
3.5.1.2. Çekme testi.....	41
3.5.1.3. Izod darbe kırılma testi.....	42
3.5.2. Termal analiz metotları	43
3.5.2.1. Diferansiyel taramalı kalorimetre (DTK).....	43
3.5.2.2. Termogravimetrik analiz (TGA)	43
3.5.2.3. Dinamik mekanik termal analiz (DMTA).....	44
3.5.3. Tribolojik inceleme metodları.....	48
3.5.3.1. Katı partikül erozyonu aşınma testi.....	48
3.5.3.2. Adeziv aşınma testi	49
3.5.3.3. Yüzey çizilme (Scratch) testi	51
3.5.4. Termal iletkenlik ölçümü	52
3.5.5. Elektrik iletkenliği ölçümü.....	52

3.5.6. Morfolojik analiz metotları	53
3.5.6.1. Taramalı elektron mikroskobu (TEM) ile inceleme.....	53
3.5.6.2. Optik mikroskop ile inceleme	54
3.5.6.3. Bilgisayarlı mikro-tomografi ile inceleme	54
BÖLÜM 4. BULGULAR ve TARTIŞMA	55
4.1. PPS Malzemesinin Üretim Parametrelerinin Çekme Özelliklerine Göre Optimizasyonu	55
4.2. Isıl İşlem Uygulamasının PPS'nin Özelliklerine Etkisi	57
4.3. Al ₂ O ₃ / PPS Kompozitlerinin Özellikleri	63
4.3.1. Termal özellikler	63
4.3.2. Mekanik özellikler	66
4.3.2.1. Barkol sertlik testi sonuçları.....	66
4.3.2.2. Çekme testi sonuçları	67
4.3.2.3. Izod darbe testi sonuçları	69
4.3.3. Dinamik mekanik özellikler	71
4.3.4. Termal kararlılık özellikleri	74
4.3.5. Tribolojik özellikler	76
4.3.5.1. Katı partikül erozyonu aşınma özellikleri	76
4.3.5.2. Adeziv aşınma özellikleri.....	79
4.3.5.3. Yüzey çizilme (Scratch) özellikleri.....	88
4.3.6. Termal iletkenlik özellikleri	89
4.3.7. Dielektrik özellikler	90
4.3.8. Al ₂ O ₃ takviyeli PPS kompozitlerinin incelenen özelliklerinin genel sonuç tablosu	91
4.4. Isıl işlem uygulamasının Al ₂ O ₃ /PPS kompozitlerinin dinamik mekanik özelliklerine etkisi	93
BÖLÜM 5. SONUÇLAR ve ÖNERİLER	95
KAYNAKLAR	104
KİŞİSEL YAYINLAR VE ESERLER	114
ÖZGEÇMİŞ	117

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1: Ekstrüderin kısımları	1
Şekil 1.2: Enjeksiyon makinası kısımları	3
Şekil 1.3: Moleküler düzen a) amorf yapı ve b) yarı kristalin yapı	6
Şekil 1.4: Poli(fenilen sülfid)'in kimyasal yapısı.....	8
Şekil 1.5: Partikül takviye tipleri	10
Şekil 3.1: DSM XPLORE marka ekstrüzyon cihazı (Micro-Compounder)	34
Şekil 3.2: DSM XPLORE marka enjeksiyon cihazı	35
Şekil 3.3: DSM XPLORE marka enjeksiyon cihazı iletim ünitesi	35
Şekil 3.4: Minitab programında yapılan Taguchi tasarımı.....	38
Şekil 3.5: Barkol sertlik test cihazı	41
Şekil 3.6: Shimadzu marka universal çekme test cihazı	41
Şekil 3.7: Ceast 9050 darbe test cihazı ve Izod darbe test düzeneği.....	42
Şekil 3.8: TA Instruments Q-Series DTK (Q200) cihazı	43
Şekil 3.9: TA Instruments Q-Series TGA (Q50) cihazı	44
Şekil 3.10: Depolama modülü E', kayıp modül E", ve kayıp faktör Tan δ arasındaki dinamik mekanik ilişki.....	45
Şekil 3.11: Uygulanan frekans (f) değerinde sinüzoidal değişime sahip gerilme genliği (ϵ) ile gerilme (σ) arasındaki faz açısı (δ) farkı.....	45
Şekil 3.12: Dinamik mekanik termal analizler esnasında kullanılan üç nokta eğme testi düzeneği ve bu düzeneğe tespit edilmiş numune	47
Şekil 3.13: Dinamik Mekanik Termal Analiz (DMTA Q800) cihazı	47
Şekil 3.14: Katı partikül erozyonu aşınma test düzeneği.....	48
Şekil 3.15: Aşındırıcı alumina (Al_2O_3) partikülleri (120 mesh)	49
Şekil 3.16: "Plint" marka "Pin on Ring" tipi çok amaçlı sürtünme aşınma cihazı	50
Şekil 3.17: Çok amaçlı sürtünme aşınma test düzeneği şematik gösterimi	51
Şekil 3.18: Yüzey çizilme (Scratch) test cihazı ve Rockwell S-218 tipi batıcı uç.....	52
Şekil 3.19: LaserComp Fox-50 marka termal iletkenlik ölçüm cihazı	52
Şekil 3.20: JEOL JSM-6335F marka taramalı elektron mikroskobu.....	53
Şekil 3.21: Leica S8 APO Stereo Mikroskop	54
Şekil 3.22: Skyscan 1173 marka bilgisayarlı mikro-tomografi	54
Şekil 4.1: Isıl işlem uygulanmış optimize PPS numunelerinin DTK sonuçları	57
Şekil 4.2: Saf PPS ve 4 saatlik ısıtma işlemi uygulanmış numunelerin DTK sonuçları..	58
Şekil 4.3: Isıl işlem görmüş optimize saf PPS numunelerinin DMTA analizleri	61
Şekil 4.4: Isıl işlem görmüş optimize saf PPS numunelerinin çekme özellikleri	62
Şekil 4.5: Al_2O_3 /PPS kompozitinde Al_2O_3 dağılımının 3 boyutlu (3D) görüntüsü ...	63
Şekil 4.6: Tek boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin termal özellikleri	64
Şekil 4.7: Karışık boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin termal özellikleri	65
Şekil 4.8: Al_2O_3 / PPS kompozitlerinin barkol sertlik testi sonuçları	67
Şekil 4.9: Tek boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin mekanik özellikleri .	68
Şekil 4.10: Karışık boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin mekanik özellikleri.....	68
Şekil 4.11: Tek boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin kırılma özellikleri .	70

Şekil 4.12: Karışık boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin kırılma özellikleri	71
Şekil 4.13: Tek boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitinin dinamik mekanik özellikleri.....	72
Şekil 4.14: Karışık boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitinin dinamik mekanik özellikleri.....	73
Şekil 4.15: Tek boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitinin termal kararlılıkları ...	74
Şekil 4.16: Karışık boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin termal kararlılıkları.....	75
Şekil 4.17: Al_2O_3 /PPS kompozitlerinin katı partikül erozif aşınma özellikleri	77
Şekil 4.18: Ağırlıkça %15 Al_2O_3 takviyeli PPS kompozitlerinin erozif aşınmaya maruz kalan yüzeylerinin fotoğrafları (15°).....	78
Şekil 4.19: 63 μ m'lik takviye alumina partikülünün kumlamaya karşı direnci sonrası parçalanmış hali	79
Şekil 4.20: Tek boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitinin adeziv aşınma özellikleri.....	80
Şekil 4.21: Karışık boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitinin adeziv aşınma özellikleri.....	81
Şekil 4.22: Saf PPS'nin adeziv aşınma sonrası çekilen TEM fotoğrafları (x50 ve x500)	81
Şekil 4.23: Tek boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin adeziv aşınma sonrası çekilen TEM fotoğrafları (x50).....	83
Şekil 4.24: Tek boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin adeziv aşınma sonrası çekilen TEM fotoğrafları (x500).....	84
Şekil 4.25: Karışık boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin adeziv aşınma sonrası çekilen TEM fotoğrafları (x50).....	85
Şekil 4.26: Karışık boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin adeziv aşınma sonrası çekilen TEM fotoğrafları (x500).....	87
Şekil 4.27: Karışık boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin yüzey çizilme özellikleri.....	88
Şekil 4.28: Al_2O_3 /PPS kompozitlerinin termal iletkenlik özellikleri	89
Şekil 4.29: Al_2O_3 /PPS kompozitlerinin elektriksel iletkenlik özellikleri.....	91
Şekil 4.30: Isıl işlem uygulamasının Al_2O_3 /PPS kompozitlerinin dinamik mekanik özelliklerine etkisi	94

TABLÖLAR DİZİNİ

Tablo 3.1: Fortron 1200 L1 kodlu granül haldeki PPS malzemesinin mühendislik özellikleri.....	33
Tablo 3.2: Temin edilen Aluminaların (Al_2O_3) özellikleri	33
Tablo 3.3: Üretim parametreleri ile en düşük ve en yüksek değerleri	36
Tablo 3.4: PPS polimerine takviye edilen tek boyutlu partikül oranları.....	37
Tablo 3.5: Karışık boyutlu alumina partiküllerinin takviye oranları	37
Tablo 3.6: Deney tasarımı için belirlenen seviye ve faktörler	37
Tablo 3.7: L27 (3^7) Taguchi tasarımı	39
Tablo 3.8: Katı partikül erozyonu aşınma testi parametreleri.....	49
Tablo 4.1: Taguchi ve ANOVA metotları ile PPS'nin mekanik özelliklerinin optimizasyonu	55
Table 4.2: Optimize edilen PPS malzemesi çekme özellikleri	56
Table 4.3: Al_2O_3 /PPS kompozitlerinin özelliklerinin genel sonuç tablosu.....	92

SİMGELER DİZİNİ

S/N	: Sinyal gürültü oranı
η	: “en büyük en iyi” durumu için S/N oranı
y_i	: Deneyde elde edilen değer
n	: Her bir test denemesi için tekrarlı numune sayısı
T_{10}	: %10'luk ağırlık kaybına denk gelen bozunma sıcaklığı
T_M	: Termogravimetrik analizde parçalanma sıcaklığı
E^*	: Kompleks modül (MPa)
E'	: Depolama modülü (MPa)
E''	: Kayıp modül (MPa)
f	: Frekans (f)
$V_{aş}$	: Aşınma hacmi (mm ³)
h	: Aşındırıcı disk kalınlığı (mm)
r	: Aşındırıcı disk yarıçapı (mm)
a	: Aşınma izi boyu (mm)
b	: Aşınma izi genişliği (mm)
C_p	: Numune kapasitansı
ϵ_0	: Vakum altındaki dielektrik sabit (F/cm)
A	: Alan
d	: Kalınlık
Φ	: Paketleme oranı
T_g	: Camsı geçiş sıcaklığı (°C)
T_m	: Erime sıcaklığı (°C)
$\tan \delta$	: Kayıp faktör

Kısaltmalar

TEM	: Taramalı elektron mikroskopu
PP	: Polipropilen
PPS	: Poli(fenilen sülfid)
PEEK	: Poli(eter eter keton)
PEI	: Polieterimid
Al_2O_3	: Aluminyum oksit, alumina
EPDM	: Etilen-propilen dien monomer
ABS	: Akrilonitril-bütadiyen-stiren
PS	: Polistren
PVDF	: poli(vinilden florid)
DMTA	: Dinamik mekanik termal analiz
DTK	: Diferansiyel taramalı kalorimetre
TGA	: Termogravimetrik analiz
$CaCO_3$	: Kalsiyum karbonat
PMMA	: Poli(metil metakrilat)
ATH	: Alüminyum trihidroksit

TiO ₂	: Titanyum oksit
AlN	: Aluminyum nitrit
BN	: Bor nitrür
SiC	: Silisyum katbit
PBT	: Poli(butilen teraftalat)
EVA	: Etilen vinil asetat
PPO	: Poli(fenilen oksit)
PE	: Polietilen
ANOVA	: Analysis of variance (varyans analizi)

POLİMER MATRİSLİ KOMPOZİTLERDE PARTİKÜL TAKVİYESİNİN MALZEME İÇ YAPISINA, MEKANİK VE TRIBOLOJİK ÖZELLİKLERE ETKİSİ

Onur ÇOBAN

Anahtar Kelimeler: Polimer kompozit, ekstrüder, enjeksiyon, Taguchi metodu, ısıtıl işlem, partikül takviyesi, mekanik özellikler, termal özellikler, tribolojik özellikler

Özet: Doktora tezi kapsamında poli(fenilen sülfid) (PPS) ve kompozitlerinin üretim şartlarının ve partikül takviyesinin malzeme özelliklerine etkileri incelenmiştir. Numuneler ekstrüder ve enjeksiyon cihazları ile üretilmiştir. Polimer malzeme üretim parametreleri mekanik özellikler açısından Taguchi metodu yardımıyla optimize edilmiştir. Optimize edilen üretim parametreleri ile yapılan üretimler sonrası optimum polimer malzeme özelliklerinin daha da iyileştirilmesi amacıyla numunelere ısıtıl işlemler uygulanıp malzemelerin termal ve mekanik özellikleri incelenmiştir. Polimerlerin kısıtlı özelliklerini iyileştirmek için genellikle tek boyutlu partikül takviyesi kullanılırken bu çalışmada karışık boyutlu partikül takviyesinin malzeme iç yapısına ve termal, mekanik, tribolojik ve ayrıca iletkenlik gibi özellikleri üzerindeki etkileri araştırılmıştır.

Mekanik özellikler açısından üretim parametreleri optimizasyonu sağlanan PPS'nin termal, mekanik ve termomekanik özellikleri ısıtıl işlem yöntemi ile geliştirilmiştir. Ayrıca karışık boyutlu alumina (Al_2O_3) partikülleri takviyesi ile PPS kompozitlerinin termal, mekanik, termomekanik ve özellikle tribolojik özelliklerinde kayda değer sonuçlar elde edilmiştir.

PARTICLE REINFORCING EFFECT ON THE MATERIAL MICRO-STRUCTURE, MECHANICAL AND TRIBOLOGICAL PROPERTIES OF POLYMER MATRIX COMPOSITES

Onur ÇOBAN

Keywords: Polymer composite, extruder, injection, Taguchi method, thermal treatment (annealing), particle reinforcing, mechanical properties, thermal properties, tribological properties

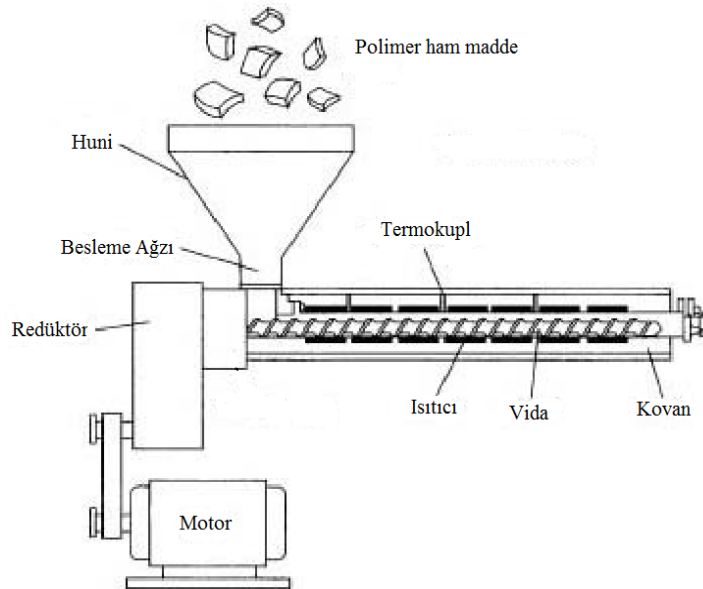
Abstract: In this study, effect of process parameters and particle reinforcing on the material properties of poly(phenylene sulphide) (PPS) and their composites were investigated. Samples were manufactured by extruder and injection molding processes. Polymer processing parameters were optimized according to mechanical properties by Taguchi method. Thermal treatment methods were applied for much improvement of optimized polymer material properties. While mono sized particle reinforcing was used for developing the limited polymer properties in this study mixed particle reinforcing effect on the material micro-structure, thermal, mechanical, tribological and also conductivity properties were investigated.

Thermal, mechanical and thermomechanical properties of PPS of which the process parameters optimization was done according to the mechanical properties were developed by thermal treatment method. And also significant results were obtained with mixed sized alumina (Al_2O_3) particle reinforcement on the mechanical, thermomechanical and especially tribological properties of PPS composites.

BÖLÜM 1.GİRİŞ

1.1. Termoplastik malzemelerin ekstrüzyon ve enjeksiyonda kalıplama ile üretimi

Termoplastik malzemelerden ve bunların takviyeli kompozitlerinden ürün eldesinde ekstrüder ve enjeksiyonda kalıplama sıkça kullanılan yöntemlerdir. Bu iki yöntem birbirinden bağımsız şekilde bireysel olarak üretim yapabildikleri gibi beraber de ürün eldesinde kullanılabilir. Termoplastik polimer ekstrüzyonu yüksek hacimlere sahip ham polimerin ergitilip sürekli halde katı profile dönüştürülmesi şeklinde bir üretim prosesidir. Bu üretim yönteminde küçük granül halindeki termoplastik ham madde Şekil 1.1’de görüldüğü gibi besleme hunisine ve oradan da ekstrüderin ısıtıcı haznesi (kovan) içine doğru yollanır. Polimerin erime sıcaklığına göre ayarlanan sıcaklıktaki bölümün içinde ergimeye başlayan termoplastik malzeme vida veya vidaların döndürülmesi ile ilerlemeye zorlanır.



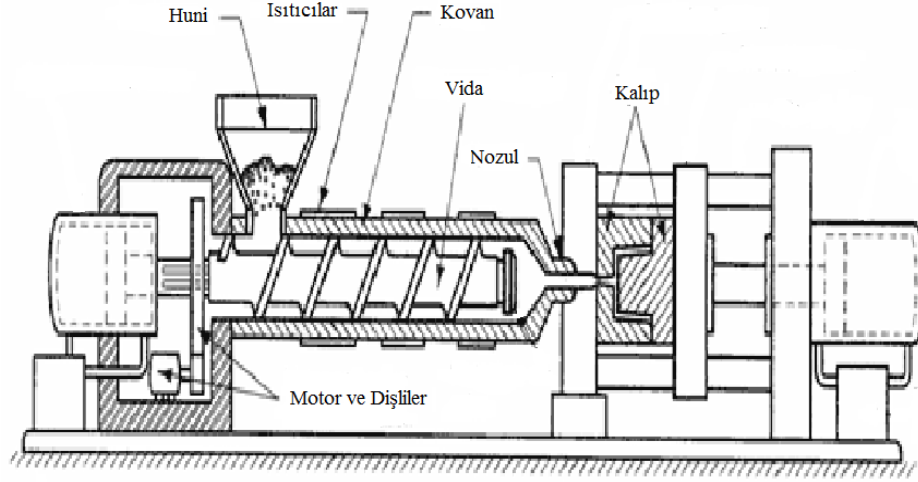
Şekil 1.1: Ekstrüderin kısımları [1]

Vidaların dönmesi esnasında vidaların tasarımına bağı olarak malzemeye uygulanan kayma kuvvetleri sayesinde hem ilerleme hem de karışma olayı meydana gelmektedir. Ergiyerek karışan ve ilerleyen malzeme vidayı geçerek istenilen ürün şekline göre tasarlanan bir kafadan geçerek profil halinde katılaştırılır ve istenilen ebatlarda kesilerek ürün haline dönüştürülür. Bu üretim yöntemi sürekli bir süreçtir. Ekstrüzyon makineleri test numunesi üretiminde kullanılan küçük laboratuvar tipi cihazlar olabildiği gibi endüstriyel çapta sürekli üretim yapan yüksek kapasitede çalışan büyük boyutlardaki makineler de olabilir.

Termoplastik polimer ekstrüzyonu başlı başına üretim yapılabilen bir prosestir. Ancak bunun yanında “karıştırma ekstrüzyonu” (compound extrusion) olarak tabir edilebilen benzer bir proses de termoplastik malzemelerin enjeksiyonlu kalıplanması için hazır hale getirilmesini sağlayan bir ön prosestir. Bu proseste bir veya iki polimerin karıştırılması veya takviyeli polimerlerin üretilmesi işlemleri gerçekleştirilebilir. Karıştırma ekstrüzyonunda sürekli üretimden ziyade grupça üretim söz konusudur ve makinenin ağızından çıkan ergiyik malzeme sıcak haldeki bir iletim ünitesi ile enjeksiyon cihazına aktarılır ve ikinci proses olan kalıplama işlemi enjeksiyon makinesinde gerçekleştirilir. Bu makinelerde çift vidalı karıştırma işlemi uygulanır. Yine aynı şekilde bu makinelerin da boyutları laboratuvar tipinden endüstriyel tiplere kadar değişmektedir.

Enjeksiyonlu kalıplama ile üretim termoplastik polimer ekstrüzyonuna benzer işlemlere sahiptir. Ekstrüzyonda olduğu gibi enjeksiyonlu kalıplamada da malzeme besleme hunisi yardımıyla makinenin ısıtılan haznesine yani kovanına doğru yol alırken bir yandan da ergimeye başlayan malzemenin hem karışmasını hem de ilerlemesini sağlayan vidalar dönme hareketini gerçekleştirir. Vidanın dönmesi ile ilerleyen ergiyik haldeki malzeme bu sefer ekstrüzyondakinin aksine profil halinde sürekli hat olarak değil de istenilen ebatlardaki parçalar için tasarlanan kalıpların içine basılıp soğutulması ile üretim gerçekleştirilir. Ayrıca çok yüksek üretim miktarları için çok gözlü ve boşluklu kalıplar, çok büyük hacimli karmaşık yapıları üretimler için bu işleme uygun kalıplar sertleştirilmiş çelikten yapılar

kullanılmaktadır. Bu metot ile yüksek hacim ve üniformluk, yüksek parça hassasiyeti ve tasarım esnekliği gibi avantajlara sahip ürünlerin eldesi sağlanabilir.



Şekil 1.2: Enjeksiyon makinası kısımları [2]

Şekil 1.2.'de görüldüğü gibi ekstrüzyona benzer şekilde kendi ergiyik malzemesini hazırlayıp ekstrüzyondan farklı olarak kendi sistemi içinde ürün kalıbına basarak üretim yapan enjeksiyonlu kalıplama üretim yönteminin yanı sıra karıştırma ekstrüzyonundan elde edilen ergiyik malzemeyi kullanarak kendi bünyesinde sadece enjeksiyonlu kalıplama işlemini yapan üretim yöntemi ve makineleri de mevcuttur. Bu sistemde, yukarıdaki paragraflarda açıklandığı gibi ergiyik malzeme sıcak bir iletim ünitesi ile karıştırma ekstrüzyonundan alınıp enjeksiyon cihazında ürün kalıbına basılır. Bu üretim yöntemi de sürekli bir hat olarak değil de parça parça üretim gerçekleştirmektedir. Ayrıca sadece laboratuvar uygulamaları amacıyla kullanılmaktadır.

1.2. Deney tasarımı yöntemi kullanılarak ekstrüder ve enjeksiyonlu kalıplama üretim yöntemi parametrelerinin optimizasyonu

Deney tasarımı, son yıllarda kalite felsefesine göre ürün ve üretim süreçlerinin tasarlanması ve değişkenliğini etkinleştiren faktörlerin kontrol altına alınması amacıyla uygulanan istatistiksel bir yöntemdir. Bilgi ve teknoloji üreten insanlar toplam kalite yönetimi çerçevesinde kalite değişkenlerini daha iyi duruma getirecek

faktörlerin uygun değerlerini bulmak ve bu kaliteyi sağlayacak yeni, sürekli, düşük maliyetli alternatif tasarım veya yöntemler bulmak zorundadırlar. Bu nedenle içinde bulundukları sistem üzerinde etkili olan tüm faktörlerin ve düzeylerinin istenilen kalite açısından denenmesi gerekmektedir. Böylece bu deneysel düzenleme sayesinde istenilen kalite düzeyine ulaşılabacaktır ancak sürekli tekrar gerektiren bu deneysel düzenleme hem maliyet hem de zaman kaybına neden olacaktır. Bu nedenle bağımsız değişkenlerin bağımlı değişkeni nasıl etkilediğini araştırmak için gerekli tasarımları hazırlayan ve çözümlerini veren istatistik dalı olarak bilinen “Deney tasarımı”na başvurulmalıdır. Deney tasarımı uygulamalarını sektörel olarak sınırlandırmak mümkün değildir. Yeni bir proses geliştirilirken veya varolan prosesin iyileştirilmesinde kullanılan önemli bir araçtır.

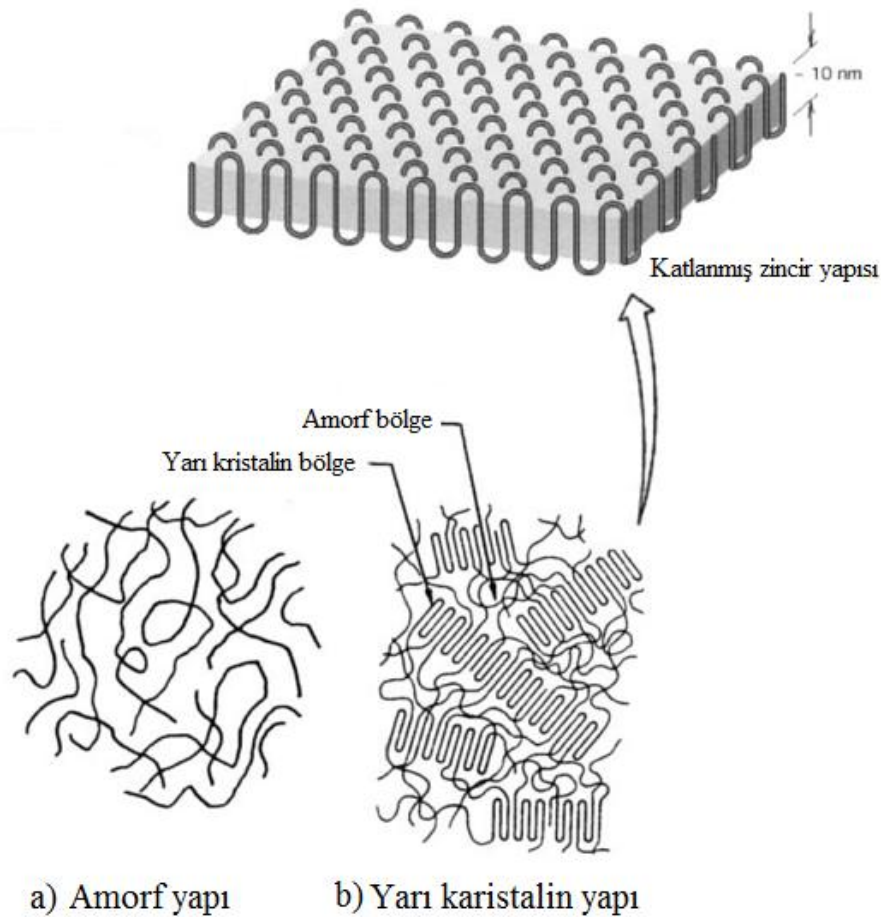
Deney tasarımı 1920’lerde İngiliz istatistikçi Sir Ronald Fisher tarafından, tarım alanında araştırmalar yaparken bulunmuş ve geliştirilmiştir. Yöntem kısa sürede Amerika’da da tarım alanında uygulanmaya başlanmış ve Amerika’nın bu sektörde dünyada lider konuma gelmesine büyük katkı sağlamıştır. Daha sonraları 1950’li yıllara kadar kimya ve ilaç sanayinde de kullanılmasına rağmen imalat sektöründeki uygulamalar 1970’lere kadar çok kısıtlı kalmıştır. Amerika 1970’li yıllarda Japon sanayi kalitesinin gelişmesini araştırması ile 1980’li yıllarda imalat sektöründe de deney tasarımı uygulamaya başlamıştır. Deney tasarımı o tarihlerde Japonya’da profesör Genichi Taguchi tarafından yoğun bir şekilde uygulanmaktaydı. Taguchi deney tasarımı kurumsal yenilik ve çözümler getirememiştir. Ancak imalat sektöründeki başarılı uygulamalar ile yöntemin bu sektörde de kabul görmesini sağlamıştır [3].

Taguchi’nin geliştirdiği yöntem, kaliteyi tasarım aşamasında ürün doğasına katmak ile sağlanabileceğini savunur. Bu nedenle kalitenin, ürün yada prosesin tasarım aşamasında başlayıp süregelen diğer aşamalarda da geliştirilmesi gerektiği algılanır. Taguchi yönteminin asıl amacı hedef değer etrafındaki değişkenliği azaltmaktır. Bunu sağlamak için, bu değişkenliğe neden olabilecek faktörler tanımlanmalı ve kontrol edilemeyen faktörlerin etkisinin en aza indirildiği ürün veya proses tasarlanmalıdır [4].

Deney tasarımı yönteminin felsefesi doğrultusunda ekstrüder ve enjeksiyonlu kalıplama yöntemleri ile üretilen termoplastik ve takviyeli kompozitlerinin arzu edilen özelliklerde bir başka değişle kalitede olmalarını sağlamak amacıyla Taguchi deney tasarımı yöntemi kullanılabilir. Öte yandan bu iki üretim yönteminin birlikte uygulanarak elde edilen ürünlerin özelliklerini etkileyebilecek hazne (kovan) sıcaklığı, karıştırma vida hızı, karıştırma süresi, kalıp sıcaklığı, enjeksiyonda basma basıncı ve ütüleme süresi gibi sayılabilecek bir dizi faktör ve değerleri bulunmaktadır. Bu faktörlerin ürün özelliklerini ne derecede etkilediği, kontrol altına alınabileceklerin kontrol altına alınması ve alınamayacakların etkisinin en aza indirgenmesi sağlanabilir.

1.3. Termoplastik esaslı kompozitler

Günümüzde dünya çapında üretilen polimerlerin yaklaşık %85'ini termoplastikler oluşturmaktadır. Termoplastik malzemeler termosetlere göre daha sünek ve tokurlar. Tekrar tekrar eritilip soğutulularak şekillendirilebilirler. Ancak her bir yeni üretimde ortaya konulan ürünün özelliklerinde molekül yapıdaki değişim nedeniyle düşüş görülür. Termoplastikler Şekil 1.3'de görüldüğü gibi amorf veya yarıkristalin yapıda olabilirler ve bu iki sınıfta anılırlar. Amorf termoplastiklerde moleküller rasgele düzen alır, bunun tersine yarı kristal polimerlerde kristalin bölgelerde moleküller düzenli şekil alır. Amorf termoplastikler camsı geçiş sıcaklıkları (T_g) ile karakterize edilirler ki bu sıcaklığın üstünde modülleri hızla düşer ve viskoz özellikler sergilerler. Ayrıca amorf termoplastikler camsı geçiş sıcaklıklarının üstündeki sıcaklıklarda işlenirler. Farklı camsı geçiş sıcaklıklarına sahiptirler, örneğin poli(vinil klorür) 65°C ve poli(amid-imid)'inki 295°C . Yarı kristalin termoplastikler, %20 ile %90 arasında değişebilen farklı kristallenme oranlarına sahip olabilirler. Buna ilaveten kristalin fazın erime sıcaklığının (T_m) üzerindeki veya bir arada bulunan amorf fazın camsı geçiş sıcaklığının (T_g) üzerindeki sıcaklıklarda işlenirler. Erime sıcaklıkları poli(eter keton)'unki gibi (365°C) yüksek veya düşük yoğunluklu polietileninki gibi (110°C) düşük olabilir. Soğuma esnasında kristallenme tercihen birkaç saniye içinde olacak şekilde çok hızlı olmalıdır. İlave kristallenme ise soğumadan daha sonra bir kaç saat içinde yapılabilmektedir.



Şekil 1.3: Moleküler düzen a) amorf yapı ve b) yarı kristalin yapı

Polimerlerin karmaşık moleküler doğası nedeniyle tamamıyla %100 kristalin yapı elde etmek mümkün değildir. Termoplastiklerde zincirler arasında çapraz bağlanma olmaz. Bunun yanı sıra dallanma olabilir ki bu da moleküler hareketliliği azaltır. Zincirler arasında zayıf van der Waals bağları vardır; bu bağlar termal zorlanmalarda ve gerilme altında kolayca kırılırlar. Termoplastik parçaların termosetlere oranla kaynak edilebilirliği ve bağlantı yapılabilirliği daha kolaydır.

Yeryüzünde üretilen termoplastiklerin %70'ine yakını düşük maliyetli ticari polimerler olan farklı yoğunluklardaki polietilenler, izotaktik polipropilen, polisitren, ve poli(vinil klorür) oluşturmaktadır. Bir sonraki performanslı ve ucuz olanları ise akrilikler, akrilo nitril bütadien sitren terpolimerler ve yüksek darbe dirençli polisitrenlerdir. Asetallar, poliamidler, polikarbonatlar, polyesterler, poli(fenilen oksit)'ler artan oranla yüksek performans uygulamalarında kullanılırlar. Sıvı kristal

polimerler, polisulfonlar, poliimidler, poli(fenilen sülfid) ve poli(eter keton) gibi uzman polimerler yüksek camsı geçiş ve erime sıcaklıkları nedeniyle ileri teknolojik alanlarda kullanılırlar.

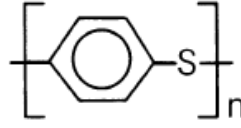
Termoplastik malzemeler özellikle havacılık ve otomotiv endüstrilerinde yüksek sıcaklıklarda dahi yüksek performans düşük maliyet gibi gereksinimler için termoset kompozitlere oranla daha geniş yer almaktadır. Termoplastiklerin başlıca teknolojik avantajlarını aşağıdaki şekilde sıralayabiliriz:

- Düşük üretim çevrim zamanı
- Termoset malzemelere kıyasla yüksek tokluk ve darbe direnci
- Tekrar şekillendirilebilme imkanı
- Yüksek hata giderilebilme imkanı
- Bölgesel füzyon birleştirme ile bağlama ve montaj imkanı
- Uzun süreli raf ömrü
- Geri dönüşümü mümkün
- İyi kimyasal direnç

Günümüzde yüksek performans gerektiren teknolojik yapılarda genellikle poli(propilen) (PP), poli(fenilen sülfid) (PPS), poli(etereterketon) (PEEK) ve poli(eterimit) (PEI) gibi termoplastikler kullanılmaktadır. Yüksek performans sergileyen termoplastik malzemeler arasında yüksek kristallenme oranı (%65) ve camsı geçiş sıcaklığına (85°C) sahip PPS; ayrıca yüksek servis sıcaklığı (240°C), iyi boyut ve ısı kararlılığı, yüksek sertlik ve rijitliği, kimyasallara ve alev karşı yüksek direnci ve özellikle termosetimsi davranışı sayesinde endüstriyel uygulamalar için dikkat çekici bir aday olmaktadır.

1.3.1. Matris malzemesi: Poli(fenilen sülfid) (Poly(phenylene sulphide))

Poli(fenilen sülfid) (PPS), sülfür atomlarının bağlı olduğu aromatik fenil halkalarından oluşan bir organik polimerdir (Şekil 1.4).



Şekil 1.4: Poli(fenilen sülfid)'in kimyasal yapısı

PPS yarı kristalin yapıya sahip yüksek performanslı bir mühendislik polimeridir. Yoğunluğu 1,35-1,4 g/cm³ arasındadır. Düşük nem emme özelliğine sahip PPS ayrıca yüksek sıcaklıklarda dahi düşük sürünme özelliği ile dikkat çekmektedir. %65 gibi yüksek kristallenme kabiliyetine sahip PPS'nin camsı geçiş sıcaklığı yaklaşık 85°C ve erime sıcaklığı da yaklaşık 285°C civarındadır. Sürekli servis sıcaklığı en yüksek 240°C olan bu polimerin kısa zamanlı dayanabileceği en yüksek sıcaklık değeri de 270°C'yi bulmaktadır. Ayrıca PPS polimeri 200°C'nin altında hiçbir çözücü tarafından çözülmemektedir. Bu sayede otomotiv ve havacılık uygulamalarındaki çözücülerden, yağlayıcılardan ve kimyasal ortamlardan etkilenmemektedir. Düşük duman emisyonu ve gaz geçirgenliği ile özellikle NASA'nın çalışmalarında 1977'den beri yer almıştır. PPS kompozitleri; Amerika Federal Havacılık Kurulu'nun uçakların içinde kullanılacak malzemeler için gerekli gördüğü yangın güvenlik testini geçebilmiştir.

En ünlü PPS polimeri üreticileri Ticona (Fortron) ve Chevron Philips (Ryton) firmalarıdır. PPS polimeri üretim açısından kalıplanabilir, ekstrüde edilebilir veya yüksek toleranslarda işlenebilir özelliklere sahiptir. Kalıplama sonrası iyi mekanik özellikler ve termal kararlılık sergilerler. PPS endüstriyel olarak kömür kazanlarında filtre bezi, kağıt üreticisi keçesi, elektriksel izolasyon için membran (ince zar), conta, salmastra olarak kullanılmaktadır. Ayrıca elektrik elektronik endüstrisinde elektrik fişi, priz, bobin, röle ve elektrik anahtarı gibi yerlerde de kullanımı yaygınlaşmıştır. Otomotiv endüstrisinde de hava emme sistemi, pompa, subap, conta ve egzoz gaz geri dönüş sistemi parçalarında yaygın bir şekilde kullanımı sürmektedir.

1.3.2. Takviye elemanı: Alumina (Al₂O₃) partikülü

Saf halde polimerler endüstriyel uygulamalarda yeterli özellikler sergileyememektedir. Çünkü her geçen gün gelişen teknoloji ile birlikte

malzemelerden beklenen özellikler de artmaktadır. Bu nedenle polimerlerin farklı takviye elemanları ile istenilen özelliklerinin güçlendirilmesi yoluna gidilmektedir. Bu amaçla polimerler, elyaf yada partikül malzemeler ile takviye edilmektedir. Endüstriyel uygulamalarda arzu edilen özellikler açısından hem elyaf hem de partikül takviyeli polimer kompozitler araştırılıp geliştirilmiştir.

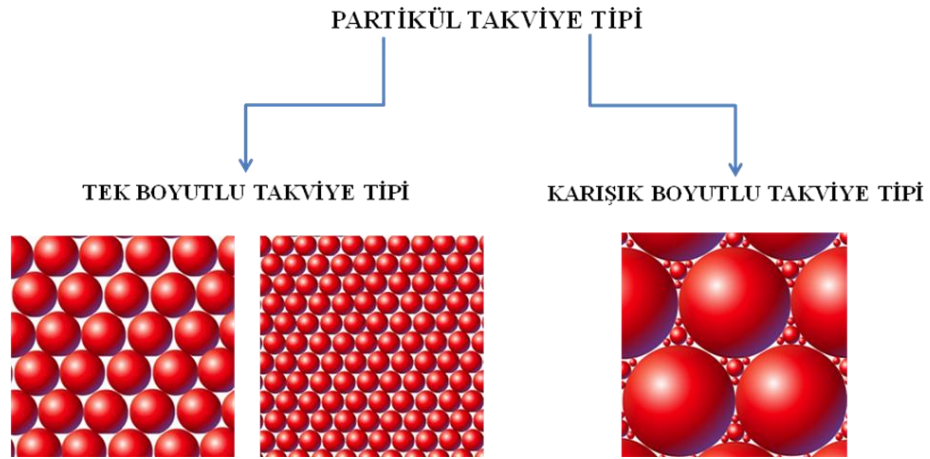
Polimerlerin partiküller ile takviyesi başlangıçta maliyeti düşürmek amacıyla yapılmıştır. Sonraları bu partiküllerin polimerlerin özelliklerini olumlu yönde değiştirebilecek kabiliyetlerinin olduğu gerçeği ortaya çıkmıştır. Polimerlerin partiküller ile takviye edilmesinin başlıca nedenlerini aşağıda görüldüğü şekilde sıralayabiliriz [5]:

- Düşük maliyet
- Yüksek üretim miktarı
- Yoğunluk kontrolü
- Optik etkiler (yarı saydamlık)
- Termal iletkenlik
- Termal genleşme kontrolü
- Elektriksel özellikler (anti-statik)
- Manyetik özellikler
- Alev geciktirme
- Artan mekanik özellikler (sertlik, rijitlik, aşınma ve yırtılma direnci) vb...

Tabi ki her bir partikül tipi bütün bu avantajları sağlayamamaktadır. Her bir tür bazı avantajları sağlarken diğer avantajlar açısından hiçbir katkısı bulunmamaktadır. Polimerlerin partiküller ile takviye edilmesi sonucu yukarıda sayılan yararların meydana gelmesinde kuşkusuz partikülün boyutu, şekli ve yüzey kimyası önemli rol oynamaktadır. Düşük en-boy oranına sahip partikül takviye elemanlarının ilavesi polimerler üzerine özellikle mekanik açıdan yararlı etkiler sağlar. Bu iyileştirmeler bilhassa takviye elemanının tipine ve hangi yöntemle takviye edildiğine bağlıdır. Matris ile partikül arasındaki güçlü ara yüzey dayanımı (kristalleme oranı, yoğunluk) sayesinde bir “Young modülü” artışı gözlemlenebilir. Buna ilaveten düşük en-boy oranına sahip takviye elemanlı polimerlerin sürünme direnci artar ve fiber takviyeli

polimerlerde olduğu gibi anizotropi ve üretim sınırlandırmaları ile göze çarpmazlar [6]. Dayanım her ne kadar takviye oranı ile ters orantılı olmasa da takviye elemanının matris malzemesi ile iyi ara yüzey oluşturması gerekmektedir. Bu hususta partikül takviye elemanları daha avantajlıdır, çünkü oluşturulacak iyi ara yüzey dayanımları sayesinde daha düzgün gerilme dağılımı sağlarlar.

Alumina (Al_2O_3); yüksek sertlik, dayanım ve modülü, yüksek termal iletkenlik özellikleri nedeniyle literatür araştırmalarında sıkça tercih edilen bir seramiktir [7-10]. Bu çalışmalara genel bir bakış yapıldığında kullanılan alumina büyüklüklerinin nano boyuttan mikro boyuta kadar değiştiği söylenebilir. Polimer kompozitlerde arzu edilen özelliklerin elde edilmesi için nano boyutlu partiküllerin çok küçük hacimlerdeki (<%5) takviyesi yeterli olurken mikron boyutlu partiküllerin çok yüksek hacimlerde (>%20) takviyesi gerekmektedir. Nano teknolojinin son yıllarda ilerleyen gelişimine karşın maliyet ve üretim esnasında karşılaşılan iyi dağıtılamama (topaklanma) problemleri henüz tatmin edici çözüme ulaşamamıştır. Bu nedenle polimerlerin partiküller ile takviyesinde maliyet açısından nano boyutlu partiküllerden ziyade mikron boyutlu partiküllerin kullanımı daha uygun olacaktır.



Şekil 1.5: Partikül takviye tipleri

Partiküllerin polimer matris içindeki paketleme davranışı, yüksek oranlarla takviye edilen polimer kompoziti tasarlama ve anlamada partikül/partikül etkilerinin hangi takviye oranında önemli ve kritik bir faktör olduğunu belirleyen önemli ve kritik bir faktördür. Maksimum paketleme oranı, partiküllerin birbirleri ile sürekli temas ağını

oluşturmadığı ve ayrıca boşlukların henüz oluşmadığı en yüksek hacimsel takviye oranıdır [5]. Şekil 1.5'te görüldüğü gibi tek boyutlu partikül takviyesinden ziyade karışık boyutlu partikül takviyesi ile polimer matris içinde maksimum paketleme oranı elde edilebilir. Maksimum paketlemenin gerçekleştiği durumda partiküller birbirleri ile en yakın konumda oldukları için kompozit yapı içinde fiziksel olarak görevlerini daha iyi şekilde yapacaklardır.

1.4. Tez çalışmasının amacı ve içeriği

Polimer ve kompozitlerinin özelliklerini üretim öncesinde, üretim esnasında ve üretim sonrasında etkileyen bir takım faktörler vardır. PPS'nin özelliklerinin iyileştirilmesi amacıyla alumina partiküllerin kullanılması üretim öncesi şartlarından biridir. Bu amaçla önceki paragraflarda da belirtildiği gibi nano boyuttan mikron boyuta kadar değişen büyüklüklerde alumina partikülleri kullanılmıştır. Düşük maliyet açısından az miktardaki nano boyutlu partikül kullanımı alternatif bir yol iken mikron boyutlu partiküllerin de az miktarlarda kullanımı ile polimer kompozitlerin özelliklerinin iyileştirilmesine olanak sağlayacak bir yöntem olarak tek boyutlu partikül takviyesinden ziyade karışık boyutlu partikül takviyesinin alternatif bir yol olacağı düşünülmektedir.

Bu amaçla tez çalışması kapsamında PPS polimerinin termal, mekanik, termomekanik, tribolojik, termal ve elektriksel iletkenlik özelliklerinin geliştirilmesi amacıyla maliyet de göz önünde bulundurularak mikron boyutlu (1-100 μm) partiküllerin kullanımına karar verilmiştir. Ancak; mikron boyutlu partiküllerin ilavesinde, tek boyutlu takviye tipinden ziyade özellikle karışık boyutlu takviye tipinin PPS kompozitlerinin arzu edilen özellikleri üzerindeki etkileri incelenecektir.

Polimer ve kompozitlerinin özelliklerini üretim esnasında etkileyen başlıca faktörlerden biri de üretim yöntemi ve/veya prosedürüdür. Uygun üretim yönteminin seçimi ile iş bitmezken ürün özelliklerin iyileştirilmesi amacıyla üretim şartlarının da optimize edilmesi gerekmektedir. Üretim sırasında kullanılan parametrelerin optimizasyonuna yönelik yıllardır kullanılan deneysel tasarım metotları mevcuttur.

Bu yöntemler arasında en çok kullanılan metotlardan “Taguchi Deney Tasarımı Metodu”, üretilmesi düşünülen ürünün optimum kalitede olmasında etkili olan üretim parametreleri ve seviyelerini belirlemede kullanılmaktadır.

Tez çalışmasının bu bölümünde, PPS polimerinin ekstrüder ve enjeksiyonun beraber uygulandığı üretim yönteminde elde edilen ürünün özelliklerini etkileyebilecek üretim parametre ve seviyeleri mekanik özellikler açısından “Taguchi Deney Tasarımı Metodu” kullanılarak optimize edilmiştir. Optimum üretim parametreleri ile üretilecek PPS ürünlerinin arzu edilen mekanik özelliklerinin doğrulama testleri ile tekrarlanabilirliği sağlanmıştır.

Polimer ve kompozitlerinin özelliklerinin iyileştirilmesinde üretim sonrası yapılan uygulamalardan en önemlisi (tavlama) ısıt işlemlerdir. Isıt işlemler; malzemenin iç yapısında özellikle kristallenme oranı ve düzeni üzerinde etkili olan bir yöntemdir. Geçmiş yıllarda bu amaçla polimer ve kompozitlerine ısıt işlemler uygulanarak çeşitli özelliklerinin iyileştirilmesine çalışılmıştır.

Tez kapsamında PPS polimerinin çeşitli ısıt işlemler ile termal, mekanik ve termomekanik özelliklerinin geliştirilmesi çalışılmıştır. Ayrıca optimum ısıt işlem yöntemi ile Al_2O_3 /PPS kompozitin de termomekanik özellikleri iyileştirilmeye çalışılmıştır.

BÖLÜM 2. LİTERATÜR TARAMASI

2.1. Termoplastik malzemeden ekstrüzyon ve enjeksiyonlu kalıplama yöntemi ile üretim parametrelerinin deney tasarımı ile optimizasyonu

Termoplastik ürünlerin eldesinde endüstriyel anlamda en çok kullanılan yöntemler ekstrüzyon ve enjeksiyondur. Bu üretim prosesleri esnasında termoplastik ürünün arzu edilen özelliklerini etkileyecek birçok proses parametresi olacaktır. Bu hususta termoplastik ürünün optimum özelliklere sahip olmasını sağlayabilecek parametre ve seviyelerinin belirlenmesi gerekmektedir. Arzu edilen en iyi özelliklerin sağlanması konusunda optimum proses parametrelerini ve onların değerlerini belirlemek için Taguchi deney tasarımı yönteminden faydalanılabilir.

Literatürde polimerlerin ve kompozitlerinin ekstrüzyon ve enjeksiyonlu kalıplama işlenmelerini konu alan ve ayrıca bu malzemelerin optimum özelliklerini sağlamak amacıyla Taguchi yönteminden de faydalanan birçok çalışma mevcuttur. Shokoohi ve diğ. çift vidalı ekstrüder proses parametrelerinin polipropilen/etilen-propilen-dien-monomer/polyamid 6 üçlü karışımlarının mekanik özelliklerine olan etkilerini Taguchi deney tasarımı yöntemini uygulayarak araştırmışlar ve özellikle darbe dayanımı değerlerinin önemli ölçüde proses parametrelerine bağlı olduğunu rapor etmişlerdir [11]. Khosrokhavar ve diğ. poli(propilen) (PP), etilen-propilen dien monomer (EPDM) ve Cloisite 15A termoplastik elastomer nanokompozitlerini çift vidalı ekstrüder kullanarak hazırlamışlar ve proses şartlarının PP/EPDM/organokil nanokompozitleri üzerindeki etkilerini deney tasarımı yöntemi yardımıyla incelemişlerdir [12]. Bir başka çalışmada ise maleik etilen-propilen-kauçuk ile toklaştırılmış polyamid 6 malzemesinin ve kısa fiber takviyeli kompozitlerinin mikro yapıları ve mekanik özellikleri farklı ekstrüzyon parametreleri ile Taguchi deney tasarımı yöntemi yardımıyla detaylı bir şekilde incelenmiştir ve en önemli parametre

olarak fiber boyunu ciddi bir şekilde kısaltan ve polimerlerin 240°C üzerinde termo-mekaniksel bozunmalarına sebep olan “karıştırma sıcaklığını” göstermişlerdir [13]. Kuo ve diğ. enjeksiyonlu kalıplama şartlarının yüksek moleküler ağırlıklı polietilen polimerinin çekme özelliklerine etkilerini incelemişler ve enjeksiyonla üretilen parçaların mekanik özelliklerinin artırılması için Taguchi deney tasarımı yönteminin uygun olduğunu rapor etmişlerdir [14]. Bir başka çalışmada da; enjeksiyon parametrelerinin akrilonitril-bütadien-stiren (ABS) malzemesinin mekanik özelliklerine etkileri Taguchi deney tasarımı yöntemi kullanılarak optimize edilmiş ve çekme özellikleri açısından en etkin parametrenin “karıştırma sıcaklığı” olduğu vurgulanmıştır [15].

Yukarıdaki çalışmalarda da belirtildiği gibi ekstrüzyon ve enjeksiyon proses parametrelerinin termoplastik ve kompozitleri üzerindeki etkilerinin optimizasyonu Taguchi deney tasarımı yöntemi de kullanılarak araştırılmıştır. Bu çalışmaların yanı sıra Young ve Baird, enjeksiyonlu kalıplama üretim parametrelerinin poli(fenilen sülfid) ve eritilerek işlenebilen cam takviyeli kompozitlerinin mekanik özelliklerine etkilerini incelemişlerdir [16]. Ancak çalışmada en iyi mekanik özellikler açısından proses parametreleri optimizasyonu gerçekleştirilmemiştir.

Tüm bu sayılan çalışmalarda polimer ve kompozitlerinin arzu edilen özelliklerini etkileyen proses parametreleri ve etki dereceleri belirlenip bir kısmında da optimum proses parametreleri rapor edilmiştir. PPS polimeri ve kompozitlerinin ekstrüder ve enjeksiyonun birlikte kullanıldığı proses ile üretiminde yer alan parametrelerin bu malzemelerin mekanik özellikleri açısından optimizasyonu ve hangi parametrenin hangi değerinin en etkin olduğu literatür araştırması sürecinde rastlanmamıştır. Özellikle partikül takviyeli termoplastik kompozitlerin ekstrüderde hazırlanıp enjeksiyon cihazında kalıba basılması işlemlerinde yapılacak olan bir parametre optimizasyonu bu türden farklı polimerlerin farklı takviyeli kompozitlerinin en iyi özelliklerini sağlayabilmeleri için yol gösterici bir çalışma olacağı düşünülmektedir. Burada özellikle kullanılacak polimer ve takviye elemanı genel özelliklerinin, proses parametreleri ve değerlerini ne ölçüde etkilediği de incelenecektir.

2.2. Isıl işlem uygulamasının termoplastik ve kompozitlerinin özelliklerine etkisi

Termoplastik ve kompozitleri üzerinde yapılan ısıt işlemlerin malzeme yapısı üzerindeki etkileri uzun yıllardır ilgi kaynağıdır. Kristallenme oranı ve düzeni ile malzemelerin fiziksel ve mekanik özelliklerine yapılan katkılar çok önem arz etmektedir. Burada bahsetmiş olduğumuz ısıt işlem bir tavlama yöntemidir ve malzemenin yaşlandırılması değil bilakis katı hal durumunda iyileştirilmesi işlemidir. Termoplastik malzemeler için tavlama işlemi camsı geçiş sıcaklığı (T_g) ile erime sıcaklığı (T_m) arasındaki sıcaklıklarda yapılabilir.

Isıt işlemler malzemelerin özelliklerini iyileştirmek amacıyla saf haldeki bir polimere veya takviyeli kompozitlerine de uygulanmaktadır [17-18]. Literatürde bildirilen ve endüstriyel uygulamalarda; özellikle takviyeli kompozitlerdeki takviye elemanının üretim sonrası yapı içindeki dağılımını homojenleştirmek ve arzu edilirse bir ağ yapısı oluşturup kompozit malzemenin iletkenlik özelliklerini arttırmak için veya takviye elemanlarının çekirdeklenme kabiliyetleri sayesinde malzemedeki kristallenme oranını ve düzenini iyileştirmek için yapılan ısıt işlem çalışmaları mevcuttur. Örneğin laboratuvar şartlarında ekstrüder, enjeksiyon veya basma ile kalıplama yöntemleri ile küçük miktarlarda üretilen takviyeli termoplastik kompozitlerin iletkenlik özelliklerinin artırılabilceğı bilinmektedir. Ancak polimer bilimcileri ve endüstriyel uygulamacılar açısından bir soru işareti mevcuttur: laboratuvardaki küçük miktartlı üretimlerden ziyade endüstriyel uygulamalardaki büyük miktartlı üretimler takviyeli kompozitlerde yine aynı iletkenlik özelliklerini sağlayabilecek mi? Bu sorunun cevabı niteliğindeki bir çalışmada karbon nanotüp ve nanofiber takviyeli polistren (PS) kompozitlerinin ekstrüzyon ile üretimlerinde görülen düşük iletkenlik özelliklerini camsı geçiş sıcaklığı üzerinde yapılan ısıt işlemler ile tekrar toparlamışlardır [19]. Bu toparlanmayı takviye edilen karbon nanotüp ve nanofiberlerin üretim sonrası PS içinde ekstrüzyon yönündeki dağılımlarının ısıt işlemler ile daha izotropik bir dağılıma dönüşmeleri şeklinde açıklamışlardır. Takviye elemanlarının tekrardan düzenlenmesini, ısıt işlem esnasında yüksek sıcaklık ile gevşeyen polimer zincirlerinin yardımına dayandırmışlardır. Ayrıca takviye miktarının artması ile ısıt işlem sonrası iletkenlik

özelliklerindeki toparlanmanın daha düşük sıcaklıklarda veya daha kısa ısıl işlem sürelerinde meydana gelebileceğini rapor etmişlerdir. Bir başka çalışmada da Deng ve diğ. aynı amaç doğrultusunda ısıl işlemler yardımıyla karbon nanotüp takviyeli iki bileşenli bir polimerin elektrik iletkenliği özelliklerini takviye elemanlarının izotropik dağılımı ve perkolasyon eşiğinin yani birleşik ağ yapısını oluşturan takviye elemanı miktarının azaltılmasını sağlamışlardır [20]. Han ve diğ. ise ısıl işlemler ile polimerin amorf bölgesindeki zincir parçaları sayısını azaltarak tokluğun arttırılabileceğini vurgulamışlardır [21]. Liu ve diğ. de ısıl işlemlerin poli(vinilden florür) (PVDF) polimerinin sıcaklık artışına bağlı olarak oluşan ikincil geçişi (β transition) üzerindeki etkilerini dinamik mekanik termal analiz (DMTA) ve diferansiyel taramalı kalorimetre (DTK) metodları yardımıyla araştırmışlardır [22].

PPS gibi yarı kristalin termoplastiklerde, enjeksiyonla kalıplanan parçaların mekanik özellikleri ve boyutsal kararlılıkları kalıplama işlemindeki polimerin morfolojisi ile geliştirilebilir. Bu sebeple küçük toleranslarda üretilmesi düşünülen mühendislik parçalarının enjeksiyonlu kalıplanmasında polimerin kristalizasyon özelliklerinin iyi bilinmesi gerekir. Üretim esnasında elde edilebilecek kristallenme miktarı ile ilgili bilgi kalıp sıcaklığı ve kalıp açılma zamanı gibi kalıplama parametrelerinin belirlenmesinde kritik rol oynar. İstenilen kristallenme oranı ve düzeni, üretim parametrelerinin optimizasyonu ile elde edilebilir. Bu optimize proseste PPS gibi mühendislik polimerleri yüksek sıcaklıktaki kalıplara basılırlar ki bu işlem proses süresini bir hayli uzatmaktadır. Buna ilaveten kristallenme oranının da sürekli gelişen teknoloji ile birlikte yetersiz kaldığı göz önüne alındığında arzu edilen kristallenme oranı ve düzenini sağlamak üzere farklı bir yol denenebilir.

Günümüzde artık üretimin istenilen kalite ve miktarda olmasını sağlamak için termoplastik malzeme genellikle eritilip, soğutulur ve ardından istenilen kristallenme derecesi sağlanmak üzere ısıl işlemlere maruz bırakılır [23]. Soğuma sonrası polimer yapıda kristallenmenin yetersiz kaldığı camsı bölgelerin ısıl işlemler ile kristallenmesi sağlanır ve bu sayede malzemede yüksek T_g elde edilmiş olur [24]. PPS termoplastiğinin yüksek kristallenme kabiliyeti dolayısıyla özellikle yüksek mekanik dayanım gereken uygulamalar için takviyeli kompozitlerinin ısıl işlemler

yardımla kristallenme oranı ve düzenine bağılı olarak deęişim gösterecek mekanik özelliklerini araştıran bir dizi çalışma mevcuttur.

Freddy ve diğ. %20 oranında kırılmış fiberli keçe takviyeli PPS kompozitine 140 ve 204°C’de uygulanan tavlamanın (ısıl işlem) malzemelerin dinamik mekanik özellikleri üzerindeki etkilerini incelemiştir [24]. Yapılan incelemeler sonucunda, dinamik modül ve camsı geçiş sıcaklığı değerlerinin kritik ısıl işlem süresinden sonra önemli derecede arttığını, bunun yanında malzemenin kayıp faktörü ile ölçülen sönümleme kabiliyetinin de aynı oranda düştüğünü rapor etmişlerdir. Ayrıca düşük ısıl işlem sıcaklığının, malzemedeki uygun kristallenme oranı ve düzenini sağlamak için daha kontrollü bir proses oluşturacağını vurgulamışlardır.

Lee ve diğ. yukarıdaki çalışmanın devamında, %20-40 oranında cam fiber takviyeli PPS kompozitlerinin kristallenme derecelerinin ısıl işlem etkisi ile deęişimlerini araştırmışlardır [25]. Diferansiyel taramalı kalorimetre (DTK) ölçümlerinde görülen ekzotermik ısı deęişimleri ile bir önceki çalışmanın yorumlarını doğrulayacak şekilde; düşük ısıl işlem sürelerinin ancak kristalleşmemiş amorf bölgelerini tekrar kristallendirmeye çalıştığı şeklinde açıklanmıştır. Bu da göstermektedir ki kısa süreli ısıl işlem sonrası yapıda hala kristallenmemiş amorf bölgeler mevcuttur.

Yine aynı şekilde kritik ısıl işlem süresinden daha uzun sürelerde yapılan ısıl işlemler sonrası malzemelerin DTK ölçümlerinde, amorf bölgelerin tekrar kristallenmeye çalıştığı ekzotermik ısı deęişiminin oluşmadığı aksine ısıl işlemler ile amorf bölgelerde kristalleşen yapının DTK eğrisinde endotermik ısı deęişimi şeklinde belirttiğı görülmüştür. Bu da göstermektedir ki belirli bir ısıl işlem sıcaklığı için ancak kritik ısıl işlem süresinden sonra amorf yapıdaki moleküller kristalleşme için tahrik olabilmektedir. Boey ve diğ. bir başka çalışmada ise cam fiber takviyeli PPS kompozitlerine uyguladıkları farklı ısıl işlemlerin polimerin kristallenme oranına ve bu oranın lineer olmayan eğilme sürünme oranına etkilerini rapor etmişlerdir [26].

2.3. Partikül takviyeli termoplastik kompozitlerin özellikleri

Termoplastiklerin en büyük dezavantajlarından biri yüksek sıcaklıklarda yumuşama eğilimleridir. Bu olay meydana geldiğinde modül düşer ve zincirler yavaş yavaş sürünmeye başlar. Bu dezavantajın önüne geçebilmek için çok yıllar önceden başlayan çalışmalar yapılmaktadır. Bu konuda ilk örneklerden birisi PP'nin talk ile takviye edilmesidir. Aslında termoplastiklerin mineral malzemeler ile takviye edilmesi modüllerinin ve ısı altında deforme olma sıcaklıklarının yükselmesini sağlamaktadır. Endüstriyel anlamda başlarda dolgu elemanı olarak yani üretim maliyetlerini düşürmek amacıyla kullanılan takviye elemanları daha sonraları ilerleyen teknoloji ile birlikte termoplastiklerin özelliklerini güçlendirmek amacıyla da kullanımları gerçekleştirilmiştir. Burada önemli olan nokta takviye elemanının maliyeti termoplastik polimere kıyasla daha düşük ise, tatmin edici proses kabiliyeti ve ürün özellikleri yitirilmeden mümkün olduğu kadar fazla miktarda takviye edilmelidir ancak; takviye elemanı termoplastik polimerden daha yüksek maliyetli ise tatmin edici özellikleri sağlayacak kadar az miktarda kullanılmalıdır.

Takviye elemanı olan partiküllerin özellikle inorganiklerin polimer matrisin yapısını dolayısıyla meydana gelen kompozitin özelliklerini önemli ölçüde etkilediği bilinen bir gerçektir. Partiküller polimer matrislerin yapılarını birkaç yönden etkileyebilir:

- Proses esnasında moleküler ağırlık kaybı
- Kütleme prosesinin etkisi ile moleküler ağırlık ve çapraz bağ modifikasyonları
- Yüzey-aktif madde (surfactant), plastikleştirici, stabilizatör, anti-oksidant ve oksidasyon ürünleri gibi polar ve düşük moleküler ağırlıklı türlerin adsorbsiyonu
- Yarı kristalin polimerlerde kristalizasyon hızı ve yüzdesi
- Partikül yüzeyleri ve ara partikül boşlukları nedeniyle polimer biçimine etki.

Polimerlerin birçok özelliği moleküler ağırlığına bağlıdır ve bu özellik tipik olarak bozunmayı sınırlandırıcı şartları belirlemede çok önemli rol oynar. Partikül takviyesi

de polimerlerin bozunma miktarını önemli ölçüde etkiler. Olağan bozunma etkisi proses esnasında mekanik etkileşme ve partikül polimer ara yüzeyindeki kimyasal etkileşim nedeniyle artış gösterir. Bu artış özellikle aşırı kayma kuvvetlerinin olduğu yüksek viskozite durumu gibi partiküllerin yüksek takviye oranlarındaki şartlarda çok daha etkin bir hal alır. Polimerlerin özellikleri bir başka açıdan da zincirlerinin şekil uygunluğuna bağlıdır. Katı partiküllerin varlığında polimer ile partikül arasındaki etkileşim sonucu bu zincir şekil uygunluğu önemli derecede etkilenir. Katı partikül öncelikle polimer moleküllerinin kendi çevrelerindeki şeklini kısıtlayacaktır. Bu etki doğrultusunda, çok noktalı bağlanma halinde zincir molekülleri yüzeye paralel yönde genişleyerek tepki gösterir. Bu genleşme ile o yöndeki efektif moleküler boyut iki katına çıkar. İkincil olarak; polimer molekülleri moleküler ağırlık ve sıcaklıklarına bağlı olarak bir hayli büyük hacimler tutabilir. Yüksek partikül takviye oranlarında özellikle çok küçük boyutlularında, partiküller arası boşluklar neredeyse partikül boyutunu veya daha küçük değerleri alır. Bu da; polimer moleküllerinin gergin şekil almaya zorlanmalarını sağlar.

Partikül takviyeli polimer kompozitlerin özelliklerini etkileyen en önemli parametrelerden biri de polimerin kristallenme davranışdır. Termoplastik polimere ilave edilen partikül çekirdeklenme ajanı olarak görev yaptığı gibi kristalizasyonun termodinamik ve kinetik şartlarını değiştiren unsur olarak da görev yapabilir. Sonuçta kristal modifikasyonu, kristalin birimlerinin boyutu ve kristalin fazın miktarı da değişebilir. Partiküllerin polimer yapısı üzerindeki en büyük etkisi çekirdeklenme ajanı görevi yapabilme kabiliyetidir. Bu bağlamda yapılan çalışmalardan Okamoto ve diğ. nano kil takviyeli PP kompozitlerinde kil partiküllerinin polimer matrisin kristalizasyonu için çekirdeklenme ajanı olarak görev yaptığı ancak lineer büyüme oranı ve kristallenme oranının önemli derecede etkilenmediği belirtilmiştir [27]. PP polimerine takviye edilen talkın çok güçlü bir çekirdeklenme etkisi yarattığı bir çok kez ispatlanmıştır [28]. Herhangi bir takviye elemanının herhangi bir polimerin kristalizasyon davranışına olan etkileri ayrıntılı şekillerde çalışılmıştır. Ancak takviye elemanı boyutu ve takviye miktarının polimerin kristalizasyon davranışı üzerine etkilerini inceleyip araştıran çok az çalışma mevcuttur.

Dolgu elemanı veya güçlendirici eleman olarak kullanılabilen partiküllerin boyutları birkaç on mikrondan nano boyuta kadar değişmektedir. Özellikle termoplastiklere kıyasla yüksek sertlik, rijitlik ve termal dayanımları nedeniyle termoplastiklerin mekanik dayanımlarını, tribolojik ve termal kararlılık özelliklerini güçlendirmek amacıyla kullanılmaktadırlar. Partikül takviyesi ile termoplastik polimerin fiziksel ve kimyasal özellikleri bir çok yönden değişikliğe uğrar. Termoplastikler kompozitlerin özelliklerinin partiküller ile iyileştirilmesinde partikülün şekli, boyutu, dağılım durumu ve yüzey kimyası çok önemli rol oynamaktadır [29]. Bu amaçla partikül takviyeli termoplastik kompozitlerin özelliklerinin partikül parametrelerine bağlı olarak değişimlerini inceleyip araştıran bir çok çalışma mevcuttur. Mekanik özellikler açısından genellikle çekme modülü (rijitlik), akma dayanımı ve kırılma tokluğu gibi değerler araştırılmaktadır. Polimerlere kıyasla daha rijit yapıya sahip mikro veya nano boyuttaki inorganik partiküller ile polimerlerin çekme dayanımı ve modül değerlerinin artabileceği birçok araştırmacı tarafından rapor edilmiştir [30-34]. Partikül boyutunun termoplastik kompozitlerin mekanik özellikleri üzerine son derece önemli etkileri vardır. PP kompozitlerde belirli bir takviye oranında küçük boyutlu kalsiyum karbonat partiküllerinin yüksek dayanımlar sağladığı vurgulanmaktadır [35]. Özellikle son zamanlarda gelişen nano teknoloji ile birlikte nano partikül takviyeli termoplastik kompozitlerin mekanik özelliklerinde kayda değer gelişmeler olduğu bilinmektedir. Örneğin Sumita ve diğ. nano partiküllerin mikron boyutlu partiküllere kıyasla daha yüksek rijitlik ve akma dayanımı sağladıklarını söylemişlerdir [36]. Bunun yanında yüksek yoğunluklu polietilenin kırılma tokluğu değerlerinin küçük boyutlu partiküller ile daha da yüksek değerlere ulaştığı rapor edilmiştir [37]. Cho ve diğ. de araştırmaları sonucunda partikül boyutunun azalması ile polimer kompozitlerin çekme dayanımlarının artacağını belirtirken partikül boyutunun çekme modülü üzerine pek etkisinin olmadığı söylenmektedirler [38]. Suprapakorn ve diğ. 1, 5 ve 20 mikronluk kalsiyum karbonat (CaCO_3) takviyeli polibenzoksazin kompozitlerinin elastik modül değerlerinin partikül boyutuna bağlı olarak değişim göstermediklerini rapor etmişlerdir [39]. Ayrıca Singh ve diğ. de çalışmalarında alumina takviyeli polyester kompozitlerinin elastik modül değerlerinin partikül boyutuna göre değişmediğini vurgulamışlardır [40].

Termoplastik kompozitlerin mekanik özelliklerinin partikül miktarına önemli derecede bağlı olduğu bilinmektedir [41]. Yüksek rijitlikleri sayesinde ilave edildikleri termoplastiklerin de rijitliklerini yani modül değerlerini büyük ölçüde arttırmaktadırlar ve bu artış takviye oranı ile doğru orantılıdır. Ancak partikül miktarının artması ile çekme dayanımı özellikleri zayıflamaktadır. Bu zayıflama etkisi ancak mikron boyuttan nano boyuta geçişte yerini artışa çevirmektedir.

Akma dayanımı parçaların tasarımı esnasında anahtar rol oynar. Partiküller bazı zamanlarda polimerlerin akma dayanımlarını arttırdıkları için takviye edilir. Bu etki ile eğer modül artmış ise partiküller ayrıca güçlendirici olarak da anılırlar. Aslında yapıdaki güçlenme polimer fazının değişmesi şeklinde açıklanabilir. Buradaki faz değişimi polimerin partikül ile etkileşimi sonucu oluşan ara yüzey olarak tarif edilir. Polimer ile partikül arasında oluşan bu ara yüzey dayanımının arttırılması ile mekanik özelliklerin de artması kaçınılmazdır.

Termoplastiklerin partiküller ile takviye edilmesinin bir başka amacı da tribolojik özelliklerinin iyileştirilmesidir. Bazı uygulamalarda (fren balatası veya kavrama) yüksek sürtünme katsayısı ve düşük aşınma miktarı istenirken, bazı uygulamalarda da (dişli veya yatak) düşük sürtünme katsayısı ve düşük aşınma miktarı arzu edilir. Polimer kompozitlerin tribolojik özelliklerini belirlemek için birçok standart test metodu mevcuttur. Bu test metotları genel olarak aşınma türlerine göre uygulanır. Literatürde de partikül takviyeli termoplastik kompozitlerin çoğunlukla adhezif aşınma (sliding wear) veya katı partikül erozyonu aşınma (solid particle erosion) davranışları incelenip araştırılmaktadır. Özellikle adeziv aşınma araştırmalarında partikül boyutunun nano seviyelerde ve takviye miktarının çok az oranlarda olması (hacimce %1-3) termoplastik kompozitlerin aşınma dirençlerini önemli ölçüde arttırmıştır [42]. Schwartz ve Bahadur nano alumina takviyeli PPS kompozitlerinin adeziv aşınma davranışlarını incelemeleri sonucunda, takviyeli kompozitlerde transfer filmi oluştuğunu ve bu filmin bütün kompozitlerde güçlü yapışma dayanımı sayesinde aşınmayı azalttığını belirtmişlerdir [43]. Nano alumina partiküllerinin transfer filmi aşındırıcı yüzeye bağlama kabiliyeti sonucu artan bağlanma dayanımı sayesinde düşük aşınma miktarları elde edilmiştir. Ancak hacimce %3 ve daha fazla

alumina takviyesi ile PPS kompozitlerinin aşınma miktarlarının arttığı vurgulanmıştır. Zhao ve Bahadur bir başka çalışmada yine partikül takviyeli PPS kompozitinin adhezif aşınma davranışlarını “pin-on disk” metodu ile incelemişler ve PPS kompozitlerin aşınma oranlarının NiS takviyesi ile düştüğünü ancak PbSe ile arttığını rapor etmişlerdir [44]. Bunun yanında her iki takviye elemanı ile PPS kompozitlerinin sürtünme katsayısı değerlerinin azaldığı belirtilmiştir. Polimer transfer filmi oluşumunda takviye elemanları farklı etkiler sergilemiştir. Takviyesiz PPS polimerinde iyi bir transfer filmi oluşmuş ancak kalın ve taneli bir hal almıştır. NiS takviyesinde ince ve uniform bir film oluşmuşken PbSe takviyesinde transfer film oluşmamıştır. Ayrıca NiS takviyeli PPS kompozitlerinde oluşan transfer filmlerinin X-ışınli fotoelektron spektroskopisinde yapılan incelemeleri sonucunda takviye elemanı ile karşı aşındırıcı disk yüzeyi metali (Fe) arasında kimyasal reaksiyon olduğu vurgulanmıştır. Bunun yanında PbSe takviyesinde böyle bir reaksiyon olmadığı belirtilmiştir. Sonuç olarak takviye elemanı ile karşı aşındırıcı yüzey arasında meydana gelen kimyasal reaksiyon ile birlikte gelen aşınma oranı düşüşünü, reaksiyon sonucu oluşan bileşimin transfer filmi ile aşındırıcı yüzeyi birbirine uyumlu yapıp aralarındaki yapışmayı arttırması ile açıklamışlardır. Daha farklı inorganik partikülleri (Ag_2S , CuS , ZnF_2 ve SnS) PPS termoplastığıne takviye ederek meydana gelen kompozitin adhezif aşınma davranışını inceleyen çalışma da mevcuttur [45]. Deforme olabilen ve matris ile iyi yapışma sergileyen CuS ve Ag_2S takviyeli kompozitlerin aşınma oranı, takviyesiz PPS’ninkinden daha düşük çıkmıştır. İlaveten deforme olmayan ancak matris ile zayıf yapışma sergileyen SnS ve ZnF_2 takviyeli kompozitlerin aşınma oranı, takviyesiz PPS’ninkinden daha yüksek çıkmıştır. Aşınmanın azaldığı PPS kompozitlerinde ayrıca iyi transfer filmi oluşumu da gözlenmiştir.

Katı partikül erozyonu tipik bir aşınma modu olup küçük katı partiküllerin malzeme yüzeyine tekrarlı darbeleri ile oluşan malzeme kaybı olarak tarif edilebilir. Katı partikül erozyonunun etkileri uzun yıllardır araştırılmaktadır. Ayrıca bu yöntem kumlama ve yüksek hızlı su jeti ile kesme gibi bazı hususlar için faydalı bir metot olabildiği gibi bazı mühendislik uygulamalarında, örneğin jet türbinleri, boru hatlarında ve partiküllü malzeme taşıyan vanalarda ciddi bir problem teşkil

etmektedir. Katı partikül erozyonu, içinde birçok prosesi barındıran karmaşık bir olaydır. Ana proses olarak katı partiküllerin hedef malzeme yüzeyine çarpması ile oluşan mekanik darbe görülse de; erozyon esnasında karşıt malzemeler arasında oluşan termal, kimyasal ve fiziksel reaksiyonlar da ikincil prosesler olarak gösterilebilir. Geçmiş yıllara bakılırsa öncelikli bakış açısı olarak geleneksel malzemelerin erozyon aşınma davranışları incelenmiştir. Buna rağmen polimer matrisli kompozitlerin erozyon aşınma davranışları ancak geçtiğimiz kırk yıl boyunca incelenmiştir. Bu incelemelerde ilgi odağı olarak uçak, taşıma ve proses endüstrilerinde katı ve sıvı partikül erozyonuna maruz kalabilecek kompozitler gösterilebilir. Polimer kompozitlerin kullanıldığı tozlu ortamlara örnekler olarak, kum taşıyan boru hatları, petrol rafinesindeki çamurlar, helikopter pervane kanadı, pompa pervane kanadı, yüksek hızlı araçlar ve uçaklar, su türbinleri, uçak motor kanatları, roket parçaları, araç ön siperlikleri verilebilir.

Literatürde katı partikül erozyonunda iki tip erozyon modu tanımlanmıştır; darbe açısı ile değişen erozyon oranına bağlı olarak; gevrek ve sünek erozyon. Darbe açısı, aşındırıcı partiküllerin hareket yönü ile hedef malzeme arasındaki açı olarak tarif edilir. Erozyon oranının maksimuma ulaştığı tipik olarak 15° - 30° gibi orta dereceli çarpma açılarında, hedef malzemenin vermiş olduğu tepki sünek olarak belirtilir; buna karşın eğer erozyon oranı artan çarpma açısı ile birlikte sürekli artıp dik çarpma açısı olan 90° 'de maksimuma ulaşıyorsa, hedef malzemenin vermiş olduğu tepki gevrek olarak belirtilir [46]. Katı partiküllerin hedef malzemeye 90° ile dik bir şekilde gönderilmesinde aşınarak ağırlığının azalması beklenen hedef malzemenin ağırlığı, ilk gönderilen partiküllerin “inkübasyon” yani gömülmesi ile önce artar daha sonra gönderilen partiküller ile kararlı hale gelir. Gevrek erozyon tepkisi malzemenin çatlak oluşumu nedeni ile ayrılması, sünek erozyon tepkisi de malzemenin kesilmesi (cutting) veya sabanlanması (ploughing) ile ilgilidir.

Farklı tipteki polimer matrisli kompozitler için erozyon davranışındaki farklılıkların birincil sebebi olarak takviye elemanının miktarı, tipi, dağılımı ve özellikleri gösterilebilirken ikincil sebep olarak matris malzemesinin tipi ve özellikleri ile takviye elemanı ile aralarında oluşan bağlanma kalitesi gösterilebilir. Makine veya

yapı bileşeni tasarımının ve aşınmayı azaltmak veya kontrol etmek için malzeme seçiminin her adımında aşınmaya yön veren yukarıdaki değişkenlerin etkileri iyi irdelenmelidir. Bu konu ile ilgili birçok çalışma mevcut olmasına rağmen daha hala açıklanamamış bir sürü soru vardır. Polimer kompozitlerin erozif aşınma davranışlarını araştıran çalışmaların birçoğu fiber takviyeli kompozitler üzerine ve çok azı da partikül takviyeli kompozitler üzerine yapılmıştır.

Dinamik mekanik termal analiz (DMTA), polimer karışımları ve kompozitlerinde polimer segmentlerinin gevşemesini, ana zincir ve yan gruplarının hareketlerini, polimerin karışabilirliğini, termal bozunma davranışını ve en önemlisi camı geçiş sıcaklığını inceler. Bu nedenle polimer yapılarının karakterizasyonu konusunda çok güçlü bir tekniktir. DMTA basitçe tarif edilecek olursa; numunelere dalgalı (salınımlı) kuvvet uygulanır ve malzemenin vereceği tepki analiz edilir. Mekanik tasarım açısından çok önemli bir parametre olan T_g 'nin yanı sıra yine çok önemli bir tasarım parametresi olan kayıp faktör ($\tan \delta$) de bu analizde ele alınır.

Termoplastik polimerlerin takviye elemanının etkisi ile dinamik mekanik (termomekanik) özelliklerindeki değişimler uzun yıllardır araştırılan bir alandır. Joni ve diğ. poli(metilmetakrilat) (PMMA) polimerinin küçük boyutlu alüminyum trihidroksit (ATH) partikülleri ile dinamik mekanik özelliklerinin iyileştiğini rapor etmişlerdir [47]. Partiküllerin polimerlere göre yüksek rijitlikleri sayesinde takviye edildikleri polimerlerin rijitliklerini dolayısı ile depolama modülü değerlerini de artırır. Bu artış belirli bir orana kadar devam eder. Gutierrez ve diğ. de çalışmalarında PP'nin talk ile ilavesi sonucu depolama modülü değerlerinin sürekli arttığını vurgulamışlardır [48]. Bunun yanında talkın çekirdeklenme etkisi ile polimerin kristalizasyonunun hızlandığını ve sonucunda da düşük T_g 'li, yüksek hareket kabiliyetine sahip amorf fazın elde edildiğini rapor etmişlerdir. Hamming ve diğ. nano TiO_2 takviyeli PMMA kompozitlerinin DMTA analizleri sonucunda TiO_2 partiküllerinin ilavesi PMMA kompozitlerinin T_g 'sini ve elastik modülünü arttırdığını rapor etmişlerdir. Ayrıca polimer kompozitlerin dinamik mekanik özelliklerinin partikül dağılımına ve polimer ile etkileşimine önemli derecede bağlı olduğu vurgulanmıştır [49]. Goyal ve diğ. de alüminyum nitrit (AlN) takviyeli PEEK

kompozitlerinin dinamik mekanik özelliklerini incelemişlerdir [50]. Takviye elemanı AlN ile PEEK kompozitlerinin depolama modülü değerinde %500'lere varan ve T_g değerinde de 19°C'lere varan artışlar elde etmişler. Bunun yanında $\tan\delta$ 'nın maksimum değeri ile altında kalan alanın da düşürüldüğünü belirtmişlerdir. Bu olumlu sonuçların sağlanmasında özellikle takviye elemanı ile PEEK arasındaki güçlü etkileşimin ve artan kristallenme oranının büyük rolü olduğu vurgulanmıştır. Bir başka çalışmada da Siengchin, alumina takviyeli polistiren kompozitlerinin dinamik mekanik incelemeleri sonucunda, depolama modülü değerlerinin arttığını ve bu artışın da takviye elemanının uniform dağılımına bağlı olduğunu belirtmiştir [51]. Benzer bir sonuç da Lai ve diğ. tarafından rapor edilmiştir. Nano silika takviyeli PEEK kompozitlerinin dinamik mekanik özelliklerini inceleyen araştırmacılar nano silika takviyesi ile PEEK polimerinin depolama modülü değerlerinin arttığını ancak T_g değerlerinin ise etkilenmediğini vurgulamışlardır [52]. Yine aynı şekilde bu çalışmada da takviye elemanının polimer yapı içinde uniform dağılımının modül üzerine çok etkin olduğu rapor edilmiştir.

Herhangi bir malzemenin ömrü boyunca kullanılabilirliği, kullanıldıkları ortamdaki dayanıklılıklarına bağlıdır. Termoplastikler modern polimer endüstrisinde birçok alanda yer aldığından beri servis ömrü boyunca dayanımları yapılan araştırmaların çok önemli kısımlarını oluşturur. Bozunma; metallerde korozyona benzeyen geri dönüşü olmayan bir değişimdir. Termoplastiklerin bozunması; malzeme kalitesini önemli ölçüde düşüren küçük yapı değişimlerini içeren birçok fiziksel ve kimyasal proses içerir. Birçok uygulama alanı için termoplastiklerin servis ömürleri dışarıdan ilave edilebilen elemanlar ile ayarlanabilir. Bu amaçla birçok araştırmacı termoplastiklerin termal kararlılıklarını partikül takviyesi ile kontrol altına almaya çalışmaktadır. Palza ve diğ. nano silika takviyeli PP kompozitlerinin termal kararlılık özelliklerini termogravimetrik analiz (TGA) metodu ile incelemişler ve maksimum bozunmanın meydana geldiği sıcaklığın nano silika takviyesinden etkilenmediği rapor edilmiştir [53]. Yine PP polimerinin termal özelliklerini iyileştirmek için nano kil takviyesini kullanan Golebiewski ve diğ. PP nanokompozitlerinin termal bozunma sıcaklıklarının daha yüksek değerlere ötelendiğini belirtmişlerdir [54]. Bir başka çalışmada inorganik silika ve titanya takviyeli PMMA kompozitlerinin termal

kararlılıkları Wang ve diğ. tarafından araştırılmış ve TGA sonuçlarına göre PMMA'nın termal kararlılık özelliklerinin düşük miktarlardaki ($<0,2\%$) inorganik takviyesi ile önemli derecede geliştirildiği belirtilmiştir [55]. Benzer olarak yine PMMA polimerinin termal kararlılık özelliklerini iyileştirmek isteyen Kandare ve diğ. ağırlıkça yaklaşık $\%3-4$ oranında bakır hidroksi metakrilat takviyesi ile $\%50$ ağırlık kaybının olduğu sıcaklığın yaklaşık 35°C ötelenmesini sağlamışlardır [56]. Poliimit polimerinin termal kararlılık özellikleri Gao ve diğ. tarafından silika ve baryum titanat takviyesi ile kontrol edilmeye çalışılmıştır [57]. Analiz sonuçlarına göre her iki takviye elemanı da poliimitin bozunma sıcaklığını arttırmışlar ancak silika baryum, titanata göre daha iyi sonuçlar vermiştir. Poliimitin bozunma sıcaklığının üst değerlere ötelenmesinde polimerin segmental hareketliliğini kısıtlayan, inorganik bileşenler ile polimer arasında meydana gelen ağ yapısının neden olduğu vurgulanmıştır. Jung ve diğ. mikro ve nano bor nitrür (BN) takviyeli yüksek yoğunluklu polietilen polimerinin termal özelliklerini incelemişlerdir [58]. Yüksek yoğunluklu polietilenin BN takviyesi ile termal bozunma sıcaklığının arttığını belirtmişlerdir. Ayrıca nano boyutta BN takviyesi ile mikro boyuttaki BN takviyesine nazaran daha yüksek termal bozunma sıcaklığı değerlerinin elde edildiği ve nano BN takviyesinin de düşük takviye oranlarının ($<20\%$) daha iyi sonuçlar verdiği vurgulanmıştır. Bir başka çalışmada da lineer düşük yoğunluklu polietilenin termal, mekanik ve elektriksel özelliklerini geliştirmek için farklı boyutlardaki silikon karbit (SiC) partiküllerini kullanan Ren ve diğ. takviye oranının artması ile polimerin termal kararlılığının arttığını belirtmişlerdir. Silikon karbitin polimerin termal kararlılığına olan etkisi iki şekilde açıklanmıştır. Birincisinde, SiC partiküllerinin yüksek termal iletkenlikleri sayesinde polimerin iç sıcaklığını saf polimere kıyasla daha yüksek değerlere taşır ve bu da polimerin düşük sıcaklıklarda daha fazla bozunmasına neden olur. İkincisi ise, SiC partikülleri polimere kıyasla yüksek ısı kapasiteleri sayesinde daha fazla ısı akışı absorbe ederler. İlave edilecek olursa; amorf bölgelerde yer alan silikon karbitler birbirleriyle yakın temas halinde olurlar. Bu yakın temas durumu matrisin modülünün artmasını, amorf bölgenin moleküler zincir hareketliliğinin azalmasını, bazı fiziksel bağlanma noktaları, intermoleküler kuvvetlerin güçlenmesini ve termal kararlılığın artmasını sağlar [59].

Son yıllarda yapılan çalışmalar ile polimer kompozitler artan termal iletkenlikleri sayesinde özellikle elektrik ve elektronik endüstrisinde metallerin yerini alabilecek yeni imkanlar sunmaktadır. Örneğin mikro elektronik parçaların gitgide minyatürleşmesi ve güçlerinin artması sonucu, performansları ve güvenilirlikleri açısından ısı yayma kabiliyetleri kritik hal almıştır. Bu nedenle yüksek termal iletkenlik istenen malzemelerin geliştirilmesi ilgi çekici bir alan haline gelmiştir. Bu amaçla da polimerler kendilerine kıyasla çok daha yüksek termal iletkenliğe sahip karbon veya seramik gibi (silika, alumina, alüminyum nitrit) elemanlar ile takviye edilirler. Yüksek termal iletkenlik uygun takviye elemanı ve miktarı ile sağlanabilir. Bu güne kadar da birçok araştırmacı polimer kompozitlerin termal iletkenliklerinin artırılması için kullanılan yüksek termal iletkenliğe sahip partiküllerin etkilerini çalışmışlardır.

Sanada ve diğ. epoksi polimerinin termal iletkenlik özelliklerini karbon nanotüp ve nano alumina ile geliştirmeye çalışmışlardır. Epoksinin termal iletkenliğinin geliştirilmesi için karbon nanotübün aluminadan daha iyi sonuç verdiğini belirtmişlerdir [60]. Bir başka çalışmada da; alumina (Al_2O_3) partiküllerinin boyutu ve miktarının yüksek yoğunluklu polietilenin termal iletkenliği üzerine etkilerini araştıran Zhang ve diğ. artan Al_2O_3 miktarı ile termal iletkenliğin arttığını belirtirken partikül boyutunun küçülmesi ile daha iyi sonuçlar alındığını vurgulamışlardır [61]. Bu sonuçların aksine epoksi ve poli(vinilden florid) (PVDF) matrislerinin termal iletkenliklerini iyileştirmek amacıyla AlN partikülünü kullanan Xu ve diğ. artan partikül miktarı ile termal iletkenliğin arttığını söylerken büyük partiküllerin daha iyi sonuçlar verdiğini belirtmişlerdir [62]. Bu sonucu destekleyen bir başka çalışmada; bor nitrür (BN) takviyeli poli(butilen teraftalat) (PBT) kompozitinin termal iletkenlik özelliklerini inceleyen Ng ve diğ. yüksek termal iletkenlik için büyük boyutlu BN'lerin küçük boyutlu olanlarına kıyasla daha etkin olduğunu belirtmişlerdir [63]. Güneş pillerinin ısı yayma kabiliyetlerini arttırmak amacıyla arkalarındaki etilen vinil asetat (EVA) tabakasının termal iletkenliğinin iyileştirilmesini araştıran Lee ve diğ. deneysel çalışma sonucunda; takviye miktarının hacimce %20'den fazla olması durumunda termal iletkenlikte etkin sonuçlar alınabileceğini belirtmişlerdir [64].

Polimer malzemeler farklı dielektrik özellikleri sayesinde elektrik elektronik endüstrilerinde çok farklı amaçlar için farklı uygulama alanlarında yer alırlar. Örneğin; düşük maliyet, kolay üretilebilirlik ve düşük dielektrik sabiti gibi özellikleri sayesinde elektronik paketleme uygulamalarında yaygın olarak kullanılırlar. Bu uygulamalarda kullanılan polimerler termal özelliklerinin artırılması amacıyla yüksek termal iletkenliğe ve düşük termal genleşme katsayısına sahip seramikler ile takviye edilirler. Ancak; elektronik paketleme uygulamalarında kullanılacak polimerlerde düşük dielektrik sabiti değeri aranmaktadır. Bu nedenle elektronik paketlemede kullanılacak polimerler termal özelliklerinin iyileştirilmesi için seramik partikülleri ile takviye edilirken dielektrik özellikleri de incelenmesi gereken önemli bir konu haline gelmiştir. Son yıllarda bu amaçla yapılan birçok çalışma mevcuttur [65-68]. Bir başka açıdan bakıldığında yüksek dielektrik sabiti değerlerinin arandığı uydu yayını alıcısı ve cep telefonu doğrusal amplifikatörü gibi uygulamalarda kullanılan baskı devre kartları, poli(tetrafloretilen) (PTFE), poli(fenilen sülfid) (PPS), poli(fenilen oksit) (PPO) gibi polimerlerin seramikler ile takviyesi sonucu üretilirler. Yüksek dielektrik sabitine sahip seramikler takviye edildikleri polimerin dielektrik özelliklerini önemli ölçüde etkilemektedir. Bu amaçla da yapılan birçok çalışma mevcuttur [69-72].

Elektrik elektronik endüstrilerinde kullanılan parçalara genel bir bakış yapıldığında tasarlanacak malzemelerin dielektrik sabiti değerlerinin uygulama alanının özelliklerine bağlı olarak değiştiği görülmektedir. Bir kısım uygulamalar için düşük dielektrik sabiti değeri aranırken bir kısım uygulamalar için yüksek dielektrik sabiti değerleri aranmaktadır.

Sertlik testi kolay yapılabilirliği ve tahribatsız oluşu nedeniyle malzemelerin mekanik özellikleri hakkında bilgi sahibi olmak için yaygın olarak kullanılan bir tekniktir. Polimer ve kompozitleri için en çok kullanılan sertlik test yönteminde sertlik değeri olarak malzeme yüzeyine batmaya çalışan yüke karşı konulan direnç alınır ki bu direnç değeri bir sayıdan ibaret olmak ile beraber tasarım sürecinde kullanılamaz. Polimerlerin yetersiz görülen özelliklerini iyileştirmek amacıyla yapılan partikül takviyesi sonucu meydana gelen kompozit malzemenin arzu edilen

özelliklerinin incelenmesinin yanı sıra özellikle mekanik özellikleri hakkında bilgi veren sertlik değerleri de araştırılmaktadır. Goyal ve diğ. AlN takviyeli PEEK kompozitlerinin yoğunluk, erime sıcaklığı, kristalizasyon, termal kararlılık ve morfolojik özelliklerinin yanı sıra sertlik değerlerini de incelemişlerdir [73]. Ağırlıkça %50 oranında takviye edilen AlN ile PEEK kompozitinin vikers sertlik değerinin 24 kg/mm^2 'den 35 kg/mm^2 'ye çıktığını belirtmişlerdir. Bir başka çalışmada ise Goyal ve diğ. mikro ve nano boyutlu AlN ve Al_2O_3 takviyeli PEEK kompozitlerinin mikro sertlik özelliklerini incelemişlerdir [74]. Deneysel verilere göre PEEK kompozitlerinin mikro sertliklerinin artan seramik partikül oranı ile birlikte arttığını belirtmişlerdir. Ayrıca belirli bir takviye oranı için nano boyutlu partikülün mikro boyutlu partiküle kıyasla polimerin sertlik değerlerini daha çok arttırdığı vurgulanmıştır. Son olarak da PEEK/AlN kompozitlerinin mikro sertlik değerlerinin PEEK/ Al_2O_3 kompozitlerinininkinden daha yüksek çıktığını rapor etmişlerdir. Nano kil takviyeli poliamid'in yüzey çizilme ve normal sertlik özelliklerini araştırarak Sinha ve diğ. artan nano kil oranına bağlı olarak yüzey çizilme sertliğinin azaldığını ancak normal sertlik değerlerinin arttığını vurgulamışlardır [75]. Bilhassa aşınma özelliklerini iyileştirmek amacıyla polimerlere takviye edilen sert partiküllerin meydana gelen kompozitin aşınma özellikleri üzerine etkilerini inceleyen çalışmalar da mevcuttur. Yu ve diğ. seramik partikülleri ile takviye ettikleri PPS kompozitlerinin sürtünme ve aşınma davranışlarını incelemek için yaptıkları çalışmada ayrıca elde ettikleri kompozitlerin sertlik ölçümelerini de yapmışlardır [76]. Takviye ettikleri Al_2O_3 , Si_3N_4 , SiC, Cr_3C_2 gibi sert partiküllerin PPS'nin sertliğini önemli ölçüde arttırdığını tespit etmişlerdir.

Malzemelerin yüzey mekanik özelliklerinin geliştirilmesinde en eski ve en yaygın olarak kullanılan teknik "yüzey çizilme testi" (Scratch test) tekniğidir. Gerek endüstriyel gerekse araştırma amaçlı olmak üzere başarılı bir şekilde kullanılan bu test tekniğinin uygulama alanları arasında; malzemelerin bağlı sertliklerinin belirlenmesi, kaplama boya ve ince filmlerin karakterizasyonu ve malzemelerin sert cisimlere karşı gösterdikleri aşınma davranışının modellenmesi gösterilebilir. Bu yöntemde sert bir batıcı uç belirli bir yük ile malzeme yüzeyine bastırılır ve yüzeye

paralel olarak hareket ettirilir. Test sonucunda malzemenin mekanik olarak yüzey çizilme işlemine karşı gösterdiği direnç elde edilmiş olunur.

Polimer malzemelerin yüzeyleri genellikle hasarlara karşı çok hassastır. Polimer malzeme yüzeyinde oluşabilecek çizikler malzemenin servis süresince farklı yükleme durumlarında gerilme artışına ve yığılmasına neden olabilir. Bu durum ayrıca malzemenin mekanik dayanımının da düşmesine yol açacaktır. Bu nedenle polimer malzeme yüzeylerinin mekanik özelliklerinin geliştirilmesi önemli bir hal almıştır. Bu amaçla birçok mineral takviye elemanı polimerlerin yüzey çizilme dayanımlarının geliştirilmesi amacıyla takviye edilip incelenmiştir. Ancak son zamanlarda bu amaç için kullanımı daha da yoğunlaşan inorganik nano malzemeler tercih edilip polimer malzemelere takviye edilerek yüzey çizilme davranışlarının geliştirilmesi çalışmaları yürütülmüştür. Polietilen malzemesinin yüzey deformasyonunun düşürülmesinde nanokilin nasıl bir rol oynayacağını inceleyen Mudaliar ve diğ. ağırlıkça %4-8 oranında nanokil takviyesi ile PE'nin kristallenme oranının ve mekanik nedeni yüzey hasar direncinin arttığını belirtmişlerdir [77]. Bir başka çalışmada yine nanokilin takviyesi ile polibutir polimerinin yüzey hasarlanma direncini inceleyen Misra ve diğ., nanokil takviyesi ile kompozit malzemenin plastik deformasyonlara karşı daha dirençli olduğunu vurgulamışlardır [78]. Benzer amaçlarla etilen-propilen ile poli(propilen) malzemelerinin yüzey hasarlanma davranışlarını iyileştirmek amacıyla takviye elemanı olarak ortalama boyutu 8 µm olan kalsiyum silikat kullanan Misra ve diğ. kullandıkları polimer malzemelerin yüzey hasarlanma dirençlerinin kalsiyum silikat takviyesi ile iyileştiğini rapor etmişlerdir [79]. Bu çalışmalarda özellikle takviye edilen partikül ile polimer arasındaki ara yüzey mukavemetinin iyileştirilmesi ile kompozit malzemenin yüzey hasarlanma direncinin artacağı vurgulanmıştır. Benzer yorumu Amerio ve diğ. akrilik nanokompozit kaplamalar için yapmışlardır [80].

Polimer kompozitlerin yüzey çizilme dayanımlarını ve aşınma davranışlarını inceleyen çalışmaları kapsayan ve yorumlayarak özetleyen birkaç (review) yayın da yapılmıştır [81-82]. Ancak yukarıda sadece belirli bir kısmı açıklanan literatür çalışmalarına genel bir bakış yapıldığında polimer malzemelerin yüzey hasarlanma

dirençlerinin geliştirilmesi amacıyla kullanılan partiküllerin hep tek boyutlu olduğu tespit edilmiştir. Yani kullanılan partiküllerin hep ya belirli bir mikron veya nano boyutta olduğu görülmüştür. Bu noktadan yola çıkarak karışık boyutlu partikül takviyesinin polimer malzemelere takviye edilerek yüzey çizilme dirençlerinin geliştirilebileceği düşünülmektedir. Bu nedenle çalışılması düşünülen polimer malzemenin tek boyutlu partikül ile takviyesinin yanında karışık boyutlu partikül takviyesi ile yüzey çizilme direncindeki değişimler incelenecektir.

Son 40 yıla bakıldığında partikül takviyeli polimer kompozitlerin mekanik özelliklerinin iyileştirilmesi ilgi odağı olmuşken bu konuda yapılan ve yayımlanan birçok yayın olduğu görülmektedir. Bu gelişme doğrultusunda bir araştırma yapıldığında partikül miktarı, boyutu ve matris ile yaptığı arayüzeyin özelliklerine bağlı olarak rijitlik, gerilme ve kırılma tokluğu değerlerinin incelendiği açıktır.

Genellikle sert partikül bileşeni takviyesi ile sünek polimer malzemenin gerilme-genleme tepkisi düşünüldüğünde gevrekleşeceği tahmin edilir. Ancak kırılma tokluğu söz konusu olduğunda kırılma davranışının ne kadar karmaşık olduğu ve sert partikül miktarının artması ile kırılma tokluğunun arttırılabileceği düşünülerek yapılan birçok çalışma mevcuttur. Thio ve diğ. izotaktik poli(propilen)'in kırılma tokluğunu düşük oranda kalsiyum karbonat takviyesi ile önemli ölçüde arttırmışlardır [83]. Ayrıca çalışmalarında küçük partiküllerin büyüklere kıyasla daha düşük iyileşmeler sağladığı rapor edilmiştir. Bir başka çalışmada Singh ve diğ. düşük oranda alüminyum takviyesi ile polysterin kırılma tokluğunun partikül boyutunun düşmesi ile daha yüksek değerlere ulaştığını bunun yanında yüksek oranda alüminyum takviyesinde ise kırılma tokluğunun büyük boyutlu partiküller ile daha yüksek değerlere ulaştığını vurgulamışlardır [84]. Polipropilenin darbe tokluğunu arttırmaya yönelik çalışma yapan Zhang ve diğ., polimer matrise 1 µm'lik ve 50 nm'lik kalsiyum karbonat (CaCO₃) takviye etmişlerdir [85]. Elde edilen polipropilen kompozitlerin Izod darbe deneyleri sonucunda darbe tokluğu değerlerinin partikül boyutu ve miktarına önemli derecede bağlı olduğunu belirtmişlerdir. Aynı takviye oranı için küçük boyutlu partiküllerin büyük boyutlu partiküllere nazaran kırılma tokluğunu daha fazla iyileştirdiği rapor edilmiştir.

Literatüre bakıldığında partikül takviyesi ile polimer kompozitlerin kırılma tokluğu değerlerinin genellikle benzer şekilde etkilendiği açıktır. Kırılma olayına morfolojik açıdan bakıldığında partikül boyutunun özellikle daha da ön plana çıktığı söylenebilir. Kırılma, malzemede var olan bir çatlakın belirli bir kuvvet altında ilerlemesi ile malzemenin ayrılması olarak tanımlanabilir. Burada en önemli nokta çatlakın ilerleyebilme kabiliyetidir. Bu kabiliyet ile kırılma tokluğu neredeyse doğru orantılıdır.

Morfolojik açıdan da kırılma tokluğunun artırılması için çatlakın ilerleme kabiliyetinin azaltılması sağlanmalıdır. Bu nedenle takviye edilecek partikülün boyutu ne kadar büyük olursa çatlakın o partikül etrafında dolaşp yoluna devam etmesi o denli geç olacaktır. Ancak burada dikkat edilmesi gereken bir diğer nokta ise partikül ile matris arasında meydana gelen arayüzeyin mukavemetidir. Partikülün etrafı matris tarafından ne kadar iyi ıslanmış veya sarılmış ise arayüzey mukavemeti o derece iyi demektir. Bu sayede çatlakın ilerleme esnasında matristen sonra karşılaacağı partikül etrafındaki arayüzeyde ilerlemesi o derece zor olacaktır.

Çalışma kapsamında mekanik, termal ve tribolojik açıdan polimer kompozitlerin özelliklerinin iyileştirilmesi amacıyla tek boyutludan ziyade karışık boyutlu partikül takviyesinin çalışılacağı belirtilmiştir.

BÖLÜM 3. DENEYSEL ÇALIŞMA

3.1. Kullanılan Malzemeler

Tez çalışmasında termoplastik polimer malzeme olarak Ticona firmasından temin edilen Fortron 1200L1 firma kodlu granül haldeki poli(fenilen sülfid) (polyphenylene sulphide-PPS) kullanılmıştır (Tablo 3.1) [86].

Tablo 3.1: Fortron 1200 L1 kodlu granül haldeki PPS malzemesinin mühendislik özellikleri

Özellik	Değeri (Birimi)	Test Standardı
Yoğunluk	1,35 (gr/cm ³)	ISO 1183
Akma Dayanımı	88 (MPa)	ISO 527
Akma Genlemesi	3,4 (%)	ISO 527
Eğme Dayanımı	141 (MPa)	ISO 178
Eğme Modülü	4000 (MPa)	ISO 178

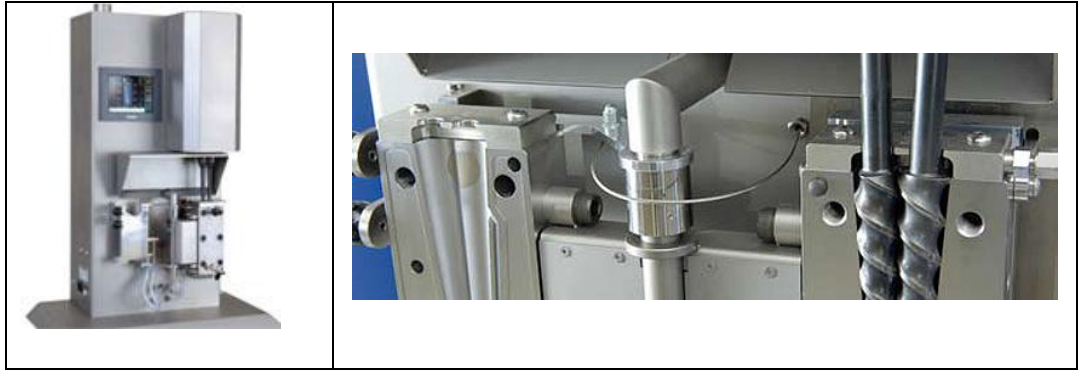
Takviye edici partikül olarak 2 farklı büyüklükte alumina (Al₂O₃) malzemesi kullanılmıştır. Merck firmasından temin edilen partiküllerin özellikleri Tablo 3.2’de gösterilmiştir [87].

Tablo 3.2: Temin edilen Aluminaların (Al₂O₃) özellikleri

Partikül Adı	Firma	Ortalama Boyut	Sembolü
Aluminyum Oksit	Merck	≈63 µm	Al ₂ O ₃
Aluminyum Oksit	Merck	≈1 µm	Al ₂ O ₃

3.2. Ekstrüzyon ve Enjeksiyonlu Kalıplama Yöntemi İle Termoplastik ve Termoplastik Esaslı Kompozit Malzeme Üretimi

PPS polimeri ve Al_2O_3 partikül takviyeli PPS kompozitlerinin üretimi için ekstrüzyon cihazında mikro karıştırma ve enjeksiyon cihazında kalıplama yöntemleri kullanılmıştır. Üretimi düşünülen PPS polimerinin nemini almak için 24 saat boyunca 75 °C'deki fırında kurutulmuştur. Ekstrüzyon işlemi için DSM XPLORE firmasının üretmiş olduğu 15 ml'lik hazneye sahip çift vidalı mikro karıştırıcısı (Micro-Compounder) kullanılmıştır (Şekil 3.1) [88].



Şekil 3.1: DSM XPLORE marka ekstrüzyon cihazı (Micro-Compounder)

Maksimum 400 °C ve 250 d/dk'da çalışabilen bu cihazda sıcaklık kontrolünü sağlayan 9 adet termokupul bulunmaktadır. Ekstrüder cihazı, beslenen polimerik malzemenin sıcaklıkla beraber eritilip karıştırılması işlemini yapmaktadır. Ekstrüder cihazında hazırlanan ergiyik haldeki karışım malzemesinin arzu edilen standart test numunesi kalıbına basılması için DSM XPLORE firmasının üretmiş olduğu 12 ml'lik hazneye sahip enjeksiyonlu kalıplama (Injection Moulding) cihazı kullanılmıştır (Şekil 3.2) [88]. Ekstrüzyonda ergiyik halde hazırlanan malzeme enjeksiyon cihazına bir iletim ünitesi ile aktarılmaktadır (Şekil 3.3). Maksimum 400 °C'lik çalışma sıcaklığına sahip taşınır halde olan iletim ünitesi elle alınıp mikro karıştırıcının çıkışına dayanır, eriyiğin ünite içine dolduğundan emin olduktan sonra ünite enjeksiyon cihazındaki yerine yerleştirilmiş ve ergiyik haldeki malzemenin maksimum 200 °C'de çalışabilen numune kalıbına maksimum 16 bar'a ulaşabilen bir basınçla basılması sağlanmıştır.



Şekil 3.2: DSM XPLORE marka enjeksiyon cihazı



Şekil 3.3: DSM XPLORE marka enjeksiyon cihazı iletim ünitesi

Bu cihazlar ile üretimi gerçekleştirmek için termoplastik polimer ve takviye edici partikül malzemelerinden belirlenen ağırlıklarda tartımlar alınarak ön karışımlar hazırlanmıştır. Cihazlar ve enjeksiyon cihazına bağlı azot gazı ünitesi açılmıştır. Cihazların kontrol panellerinden gerekli üretim parametrelerinin belirlenen değerleri girilmiş ve ısıtıcıları çalıştırılmıştır. Daha sonra açılan gaz ünitesi ile enjeksiyon cihazının belirlenen basıncı ayarlanmıştır. Cihaz ekipmanları yerlerine yerleştirilip ısıları ayarlanan seviyelere getirildikten sonra ekstrüzyon cihazının haznesine malzeme besleme hunisi yerleştirilip vidaları aynı yönde döndürülmeye başlanır. Polimer malzeme ve partiküller vidalar yardımıyla belirli bir hızda besleyiciden karışma haznesine doğru ilerler. Karışma haznesi dikey olup eriyen ve karışan malzemeler haznenin en alt bölmesinden geri besleme kanalı ile geriye en yukarıya yönlendirilmiştir ki karışma işlemi etkin bir şekilde sürekli devam etsin. Belirlenen süre zarfında karıştırma işlemi gerçekleştirilen ergiyik haldeki malzeme ekstrüzyon çıkışına dayandırılan iletim ünitesine alınmıştır ve bu ünite enjeksiyon cihazında basılmak üzere yerine yerleştirilmiştir. İletim ünitesi içinde yer alan piston ergiyik

malzeme içine doldukça arka taraftan çıkmaya başlamıştır. Enjeksiyon cihazında yerine yerleştirilen iletim ünitesinin dışarı çıkan pistonu basma işleminin tetiklenmesi ile iletim ünitesinin öndeki ağzı kalıbın ağzına dayandırılıp piston belirli bir basınçla ittirilmiştir. Basma işlemi bittikten sonra sıcak haldeki ergiyik malzeme belirli bir sıcaklıkta bekletilen ve soğutulabilen kalıbın içinde katılaşarak kalıbın şeklini almış ve ürün olarak elde edilmiştir. Kalıp yerinden çıkarılarak kalıp yarıları özel bir açma aleti ile açılmıştır. Üretilen numuneler kalıptan alınarak üzerlerine test kodları yazılmış ve test bölümüne alınmıştır.

Ekstrüzyon ve enjeksiyon cihazında üretimin gerçekleşmesini sağlayan etkin 7 adet parametre belirlenmiştir. Literatür incelemeleri, çalışılması düşünülen polimer malzemesinin (PPS) özellikleri ve üretimi gerçekleştirecek olan cihazların çalışma kapasiteleri göz önüne alınarak hangi 7 parametre ile ve bu parametrelerin hangi değerleri arasında çalışılması gerektiğine karar verilmiştir (Tablo 3.3).

Tablo 3.3: Üretim parametreleri ile en düşük ve en yüksek değerleri

Cihaz	Parametre	En Düşük Değer	En Yüksek Değer
Ekstrüzyon	Karıştırma Sıcaklığı (°C)	290	340
Ekstrüzyon	Karıştırma Devri (d/dk)	100	250
Ekstrüzyon	Karıştırma Süresi (s)	180	300
Enjeksiyon	İletim Ünitesi Sıcaklığı (°C)	290	340
Enjeksiyon	Kalıp Sıcaklığı (°C)	140	150
Enjeksiyon	Enjeksiyon Basıncı (Bar)	8	12
Enjeksiyon	Ütuleme Basıncı (Bar)	8	12
Enjeksiyon	Ütuleme Süresi (s)	5	15

Saf PPS ürünlerinin yanı sıra polimerin özelliklerinin iyileştirilmesi amacıyla ağırlıkça %25 oranına kadar tek boyutlu 1 veya 63 μm 'lik Al_2O_3 partikülleri ile takviye yapılmıştır. Tek boyutlu Al_2O_3 takviyesi oranları Tablo 3.4'te gösterilmiştir.

Tablo 3.4: PPS polimerine takviye edilen tek boyutlu partikül oranları

	Takviye Oranları (ağırlıkça %)				
1µm	5	10	15	20	25
63µm	5	10	15	20	25

Tek boyutlu alumina ilavesinin yanı sıra farklı boyutlarda alumina karışım takviyesinin de PPS polimeri özellikleri üzerine olumlu etki yapacağı düşünülerek Tablo 3.5'teki gibi bir takviye oranı düzenlemesi yapılmıştır.

Tablo 3.5: Karışık boyutlu alumina partiküllerinin takviye oranları

Ağırlıkça bağlı alumina oranları	PPS matrisine ağırlıkça takviye oranı (toplam)	
%75*63µm+%25*1µm	%10	%15
%50*63µm+%50*1µm	%10	%15
%25*63µm+%75*1µm	%10	%15

3.3. Taguchi Deney Tasarımı Metodu

PPS polimeri ile ekstrüder ve enjeksiyon cihazlarında üretilecek ürünün özelliklerinin arzu edilen optimum seviyelere getirilebilmesi için üretim öncesi Taguchi deney tasarımı metodu kullanılmıştır. Üretimde belirlenen parametrelerin en düşük ve en yüksek değerlerine göre deney tasarımına uygun olarak seviye ve faktörler Tablo 3.6'da gösterilmiştir.

Tablo 3.6: Deney tasarımı için belirlenen seviye ve faktörler

Parametreler	1. Seviye	2. Seviye	3. Seviye
Karıştırma Sıcaklığı (°C)	300	320	340
Karıştırma Devri (d/d)	50	75	100
Karıştırma Süresi (s)	180	240	300
Kalıp Sıcaklığı (°C)	140	145	150
Enjeksiyon Basıncı (Bar)	8	10	12
Ütüleme Basıncı (Bar)	8	10	12
Ütüleme Süresi (s)	5	10	15

7 faktör ve 3 seviye için L27 Taguchi deseni kullanılmıştır. Şekil 3.4'te görüldüğü üzere 3 seviye ve 2-13 faktör sayısı olduğu zaman kullanılan matristir.

Designs	Single-level designs			
	2 level	3 level	4 level	5 level
L4	2-3			
L8	2-7			
L9		2-4		
L12	2-11			
L16	2-15			
L16			2-5	
L25				2-6
L27		2-13		
L32	2-31			

Single-level ☒ Mixed 2-3 level ☐ Mixed 2-4 level ☐ Mixed 2-8 level

Help OK

Şekil 3.4: Minitab programında yapılan Taguchi tasarımı

Tablo 3.7'de denemesi yapılacak 27 farklı kombinasyon bulunmaktadır. Tüm kombinasyonları denemek istersek tam faktöriyel deney için 2187 adet deneme yapılması gerekirken, kısmi faktöriyel ile 27 adet deney gerçekleştirilecektir ki bu da hem maliyet hem de zaman açısından tasarruf sağlayacaktır.

Deneyisel sonuçlardan birçok sinyal-gürültü (signal-to-noise) (S/N) oranı hesaplanmıştır. PPS polimerinden üretilen ürünlerin özelliklerinin en yüksek değerlerini elde edebilmek için “en büyük en iyi” karakteristiği kullanılmıştır. Analizler için “en büyük en iyi” karakteristiğini tanımlayan aşağıdaki formül kullanılabilir:

$$\eta = -10 \log_{10} \left(\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \frac{1}{y_i^2} \right) \quad (3.1)$$

Bu eşitlikte “ η ” “en büyük en iyi” durumu için S/N oranını; “ y_i ” deneyde elde edilen değeri; “ n ” ise her bir test denemesi için tekrarlı numune sayısını ifade etmektedir. S/N oranlarının yanı sıra hangi parametrenin ürün özelliklerini hangi derecede etkilediğini tespit edebilmek için varyans analizleri de “analysis of variance” (ANOVA) deneysel veriler üzerinde kullanılmıştır.

Tablo 3.7: L27 (3⁷) Taguchi tasarımı

Deney No	Karıştırma Sıcaklığı	Karıştırma Devri	Kalıp Sıcaklığı	Karıştırma Suresi	Enjeksiyon Basıncı	Ütüleme Basıncı	Ütüleme Suresi
1	300	50	145	3	8	8	5
2	300	50	145	3	10	10	10
3	300	50	145	3	12	12	15
4	300	75	150	4	8	8	5
5	300	75	150	4	10	10	10
6	300	75	150	4	12	12	15
7	300	100	155	5	8	8	5
8	300	100	155	5	10	10	10
9	300	100	155	5	12	12	15
10	320	50	150	5	8	10	15
11	320	50	150	5	10	12	5
12	320	50	150	5	12	8	10
13	320	75	155	3	8	10	15
14	320	75	155	3	10	12	5
15	320	75	155	3	12	8	10
16	320	100	145	4	8	10	15
17	320	100	145	4	10	12	5
18	320	100	145	4	12	8	10
19	340	50	155	4	8	12	10
20	340	50	155	4	10	8	15
21	340	50	155	4	12	10	5
22	340	75	145	5	8	12	10
23	340	75	145	5	10	8	15
24	340	75	145	5	12	10	5
25	340	100	150	3	8	12	10
26	340	100	150	3	10	8	15
27	340	100	150	3	12	10	5

3.4. Isıl İşlem Uygulaması

Ekstrüder ve enjeksiyon cihazlarında optimize edilen parametre ve seviyeleri ile üretilen saf PPS malzemelerinin arzu edilen özelliklerinin iyileştirilmesi amacıyla numuneler elektrikli fırında 150 ve 200 °C'lik sıcaklıklarda 1, 2 ve 4 saatlik ısıtım işlem uygulamalarına maruz bırakılmışlardır. Üretilen saf PPS numunelerinin ısıtım işlem sırasında ve sonrasında termal kalıntı gerilmeler ile deforme olmamaları için 10 mm kalınlığındaki çelik plakalar arasına dizilip ısıtılan fırına o şekilde sokulmaları sağlanmıştır. Isıtım işlem süresi dolan numuneler çelik plakalar arasında dışarı çıkartılıp hava da soğumaları sağlanmıştır. Isıtım işlem uygulamaları ile saf PPS numunelerinin termal, mekanik ve termomekanik özellikleri incelenmiştir.

Saf PPS'nin arzu edilen özellikler açısından en iyi sonucu veren ısıtım işlem prosedürü ayrıca alumina takviyeli PPS kompozitlerine dinamik mekanik özelliklerinin geliştirilmesi amacıyla uygulanmıştır.

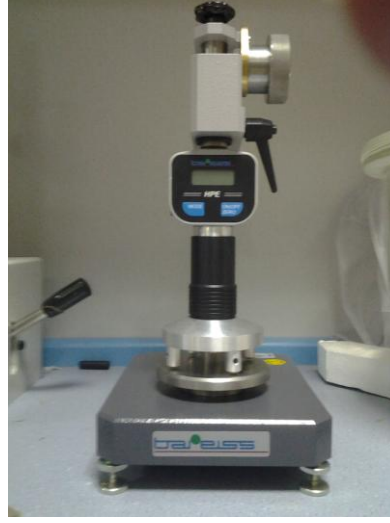
3.5. Üretilen Termoplastik ve Termoplastik Esaslı Kompozit Malzemelerin Özelliklerinin İncelenmesi İçin Kullanılan Test ve Analiz Metotları

3.5.1. Mekanik testler

3.5.1.1. Barkol sertlik testi

Üretilen saf ve alumina takviyeli PPS kompozitlerinin sertlik değerlerinin ölçülmesi için Şekil 3.5'te gösterilen "Zwick Barcol Tester" cihazı kullanılmıştır. Bu cihaz ASTM D2583 standardına göre özellikle düz yüzeye sahip sert plastiklerin veya yumuşak metal olarak alüminyumun sertliklerinin dijital olarak ölçülmesinde kullanılır. Sertliği ölçülecek numune; yüzeyine batırılmaya çalışacak iğnenin altına getirilir ve iğne kol yardımıyla malzeme yüzeyine batırılır. Batmaya karşı dijital ekranda beliren değerin 10 saniye sonra okunarak kaydedilmesi ile sertlik değeri ölçülmüş olur. Her bir numune grubu için standart sapma faktörü göz önünde

bulundurularak farklı yerlerden olmak üzere en az 8 ölçüm alınıp ortalamaları hesaplanarak sertlik değerleri belirlenmiştir.



Şekil 3.5: Barkol sertlik test cihazı

3.5.1.2. Çekme testi

ISO 527-2/5A standardındaki kalıba göre elde edilen numunelerin çekme özelliklerinin tespiti için “Shimadzu AG-X Universal Tester” (Şekil 3.6) cihazı kullanılmıştır. ISO 527-2 standardına göre 1 mm/dk’lık çekme hızı ile testler uygulanmış ve Trapezium-X Programı ile veriler kaydedilmiştir.

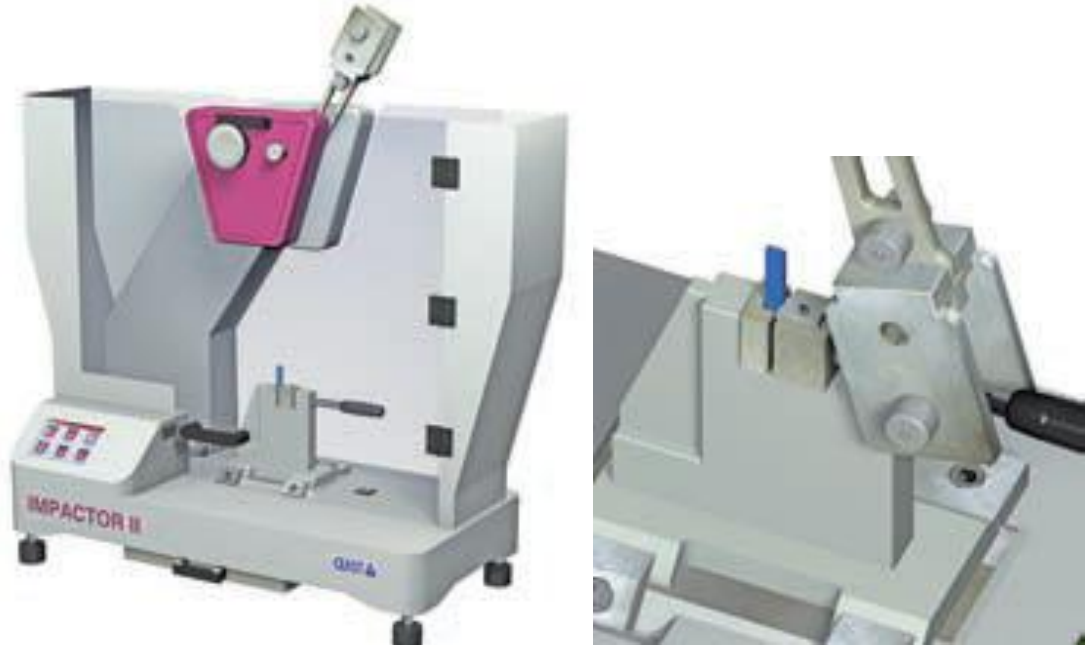


Şekil 3.6: Shimadzu marka universal çekme test cihazı

3.5.1.3. Izod darbe kırılma testi

Partikül takviyeli polimer kompozitlerin kırılmaya karşı gösterdikleri dirençleri ve kırılma davranışlarını incelemek üzere Izod darbe testleri Ceast&Instron firmasının Şekil 3.7’de gösterilen enstrumante edilmiş Ceast 9050 sarkaç tipi cihazı kullanılarak yapılmıştır. ISO 180 standardına göre hazırlanan numunelere (4mmx10mmx80mm) 2 mm’lik çentik açıldıktan sonra Şekil 3.7’de gösterilen Izod darbe düzeneğindeki yerine dikine yerleştirildikten sonra iyice sıkılarak sabitlenmiştir. 150°’de salınımına hazır halde tutulan çekicin enerjisi 22 J’dür.

Testler enstrumante edilen cihaz ile yapıldığından sonuçlar data aktaran DAS 8000 cihazı yardımıyla bilgisayardaki programa aktarılmaktadır. Bir milisaniyede 2000 data alınımıyla gerçekleştirilen testlerde sonuçlar zamana (ms) bağlı olarak kuvvet (N), enerji (J) ve deformasyon (mm) parametrelerine bağlı olarak incelenmiştir.



Şekil 3.7: Ceast 9050 darbe test cihazı ve Izod darbe test düzeneği

3.5.2. Termal analiz metotları

3.5.2.1. Diferansiyel taramalı kalorimetre (DTK)

DTK bir malzemenin ısı emilimini yada ısı kaybını sıcaklığın fonksiyonu olarak ölçer ve kaydeder. Malzemenin sıcaklığa göre verdiği tepkiler o maddenin yapısı, saflığı ve dayanıklılığı gibi özellikleri hakkında bilgi verir. Üretilen numuneler sıcaklığa bağlı yapısal özelliklerinin belirlenmesi için DTK cihazında teste tabi tutulmuştur (Şekil 3.8). Literatür incelemeleri sonucunda PPS malzemesinin DTK analizlerinde uygulanacak test programı belirlenmiştir. PPS malzemesinin tüm kristalleri dahil eridiği sıcaklık olarak belirlenen 340°C'ye 10°C/dk'lık sıcaklık artışı ile gidilerek test numunesinin sıcaklığa bağlı yapısal özelliklerindeki değişimler cihazın bilgisayar ortamındaki TA Universal Analysis programı ile takip edilip kaydedilmiştir. Testlerde yaklaşık 10 mg'lık numuneler alüminyum kaplar (PAN) içinde sızmayacak şekilde hazırlanmıştır.



Şekil 3.8: TA Instruments Q-Series DTK (Q200) cihazı

3.5.2.2. Termogravimetrik analiz (TGA)

Numuneler ağırlıkça yaklaşık 15 mg olarak tartılıp Şekil 3.9'daki "TA Instruments TGA Q50" cihazının kefesine yerleştirilmiştir. Hazırlanan numuneler oda sıcaklığından 1000°C'ye 20°C/dk'lık ısıtma hızı ile ısıtılarak numunenin sıcaklığa bağlı ağırlık değişimi sonuçları incelenmek üzere kayıt edilmiştir. Sıcaklığa bağlı ağırlık kaybı sonuçları grafiğe dökülerek %10'luk ağırlık kaybına denk gelen

bozunma sıcaklığı (T_{10}) değerleri karşılaştırılmıştır. Ayrıca; ağırlık kaybının birinci derece türevinin analiz programında çizdirilmesi ile elde edilen eğrinin maksimum tepe noktasına denk düşen sıcaklık yani parçalanma sıcaklığı (T_m) değerleri de yine araştırma amacıyla kayıt edilmiştir.



Şekil 3.9: TA Instruments Q-Series TGA (Q50) cihazı

3.5.2.3. Dinamik mekanik termal analiz (DMTA)

Dinamik mekanik termal analiz (DMTA); malzemelerin viskoz ve elastik davranışlarını anlatan dinamik ve termal malzeme özellikleri hakkında bilgi veren bir tekniktir. Bu dinamik testte zamanın periyodik fonksiyonu olan genlemedeki değişimler ölçülür. Yorulma testlerinin aksine, dinamik mekanik özellikler kalıcı deformasyonların olmadığı düşük genlemelerde ölçülür. Eğer bir sinüs dalga salınımlı gerilim tamamen elastik bir katıya uygulanırsa deformasyon ve genleme gerilmeyle birlikte tamamen aynı fazda olacaktır. Aynı sinüs dalga salınımlı gerilim viskoelastik bir katıya uygulanırsa genleme gerilmenin “ δ ” açısı kadar faz kayması gerçekleşir yani girdi ile yanıt arasında faz farkı oluşmaktadır Belirli bir frekansta ($\omega=2\pi f$) zamanın fonksiyonu olarak uygulanan gerilme aşağıda verilmiştir:

$$\sigma(t)=\sigma_0.\sin(\omega t+\delta) \quad (3.2)$$

Karışık dinamik modül (E^* ; uzama modunda) şu şekilde kullanılabilir:

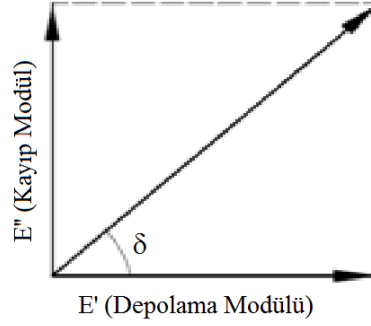
$$E^*=E'+i.E'' \quad (3.3)$$

Bu ifade $i = \sqrt{-1}$. E' olduğu zaman geçerlidir. Kayıp enerjinin depolanan enerjiye oranı $\tan \delta$ (kayıp faktör) olarak adlandırılan faz açısının tanjantıdır. Bu eşitlik

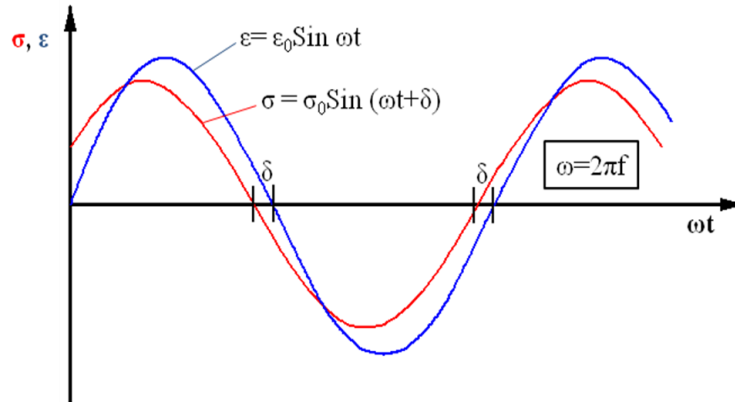
$$\tan \delta = [E''(\omega)]/[E'(\omega)] \quad (3.4)$$

şeklinde tanımlanmıştır. Çok iyi bilinen modüller arasındaki bu ilişki Şekil 3.10'da gösterilmiştir.

Şekil 3.11'de gerilme genliği (ϵ) ile gerilme (σ) arasındaki faz açısı farkı açıkça görülmektedir. Aşağıdaki şekilde ilk önce gerilme değeri daha sonra belirli bir gecikme ile gerilme genliği değeri sıfır olmaktadır.



Şekil 3.10: Depolama modülü E' , kayıp modül E'' , ve kayıp faktör $\tan \delta$ arasındaki dinamik mekanik ilişki



Şekil 3.11: Uygulanan frekans (f) değerinde sinüzoidal değişime sahip gerilme genliği (ϵ) ile gerilme (σ) arasındaki faz açısı (δ) farkı

Modül deęerleri sıcaklıkla beraber malzemenin moleküler yapısındaki hareketler nedeniyle deęişirler. Polimerlerin zincir hareketleri ve özellikle camsı geiş sıcaklığı, modülü ve $\tan \delta$ 'yı etkileyecektir.

DMTA ölçümleri sıcaklığa baęlı olarak aşığıdaki temel özellikleri verir:

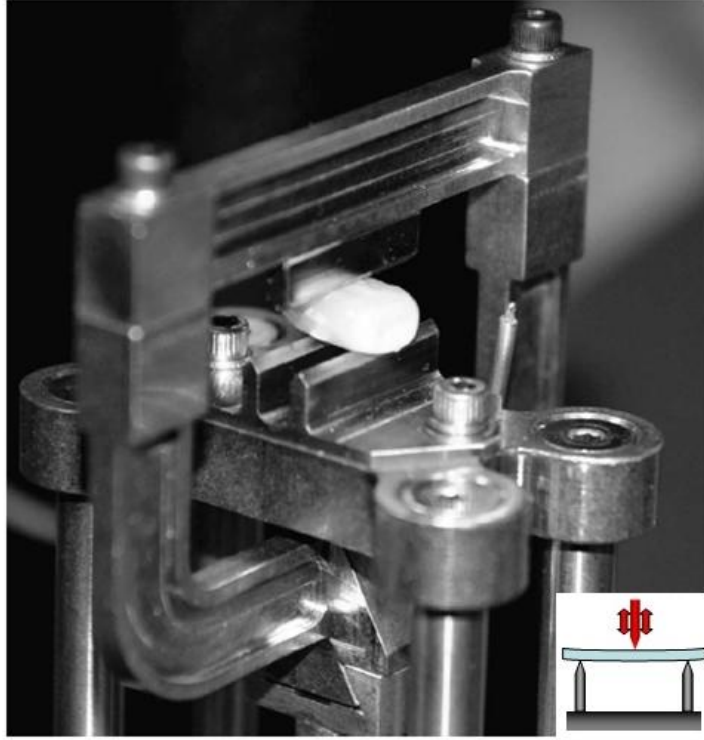
- polimerin ne kadar enerji depoladığını gösteren elastik modülünü (E').
- polimerin ısı olarak enerji dağıtabilme kabiliyetini gösteren viskoz modülünü (E'').

E' ve E'' sırasıyla dinamik depolama modülü ve dinamik kayıp modülü olarak da ima edilir ve ilki malzemenin rijitliğini dięeri ise malzemenin içindeki enerji sönümlene kabiliyetini anlatır. Dinamik mekanik termal analiz (DMTA) elastik modül (veya depolama modülü, E'), viskoz modül (veya kayıp modül, E'') ve iki modül arasındaki ilişkiyi ($\tan \delta$), ısıtma hızının, frekansın veya zamanın fonksiyonu olarak belirleyen test sistemidir. Sonuçlar genelde sıcaklığa göre E' , E'' ve $\tan \delta$ olarak çizilir. DMTA polimerlerde camsı geiş sıcaklığı gibi deęişimleri belirler ve ürün geliştirme veya kalite kontrol amaçlı kullanılmasına olanak sağlar. DMTA, DSC'nin (Diferansiyel taramalı kalorimetre) çözünürlüğünün belirleyemediğı küçük deęişim bölgelerini bile belirleyebilmektedir.

Test yöntemi: Test numunesi iki destek noktasından sabit ve orta destek noktasından hareketli tutucular arasına yerleştirilir ve sonra fırın içine kapatılır. Test numunesi için deney girdileri; frekans, genlik ve sıcaklık aralığıdır. Test numunesinin tutucu çeneler arasına nasıl yerleştirildiğı ve deney esnasında çenenin nasıl hareket ettiğı Şekil 3.12'de gösterilmiştir.

Numune boyutu: Test numuneleri ISO çok amaçlı test numunesidir. Boyutu standartlar toleransı kabulünde 28x4x2 mm'dir.

Test modu: Üç nokta eğme modu seçilerek deneyler yapılmıştır. DMTA çalışmaları 25°C –145°C aralığında 5°C/dakika ısıtma hızı ve 1 Hz'lik eğme frekansı ile yapılmıştır (Şekil 3.12).



Şekil 3.12: Dinamik mekanik termal analizler esnasında kullanılan üç nokta eğme testi düzeneği ve bu düzeneğe tespit edilmiş numune

Deney Cihazı: Dinamik mekanik termal analizler için TA Instruments firmasının ürettiği DMTA Q800 tipi cihaz kullanılmıştır (Şekil 3.13).



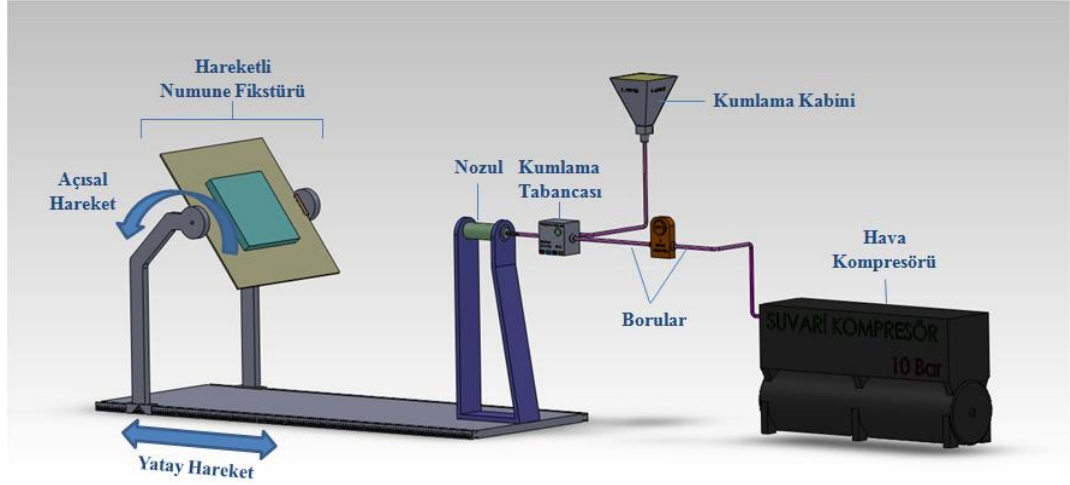
Şekil 3.13: Dinamik Mekanik Termal Analiz (DMTA Q800) cihazı

3.5.3. Tribolojik inceleme metodları

3.5.3.1. Katı partikül erozyonu aşınma testi

Katı partikül erozif aşınma davranışı özel olarak tasarlanan Şekil 3.14'te şematik olarak gösterilen kumlama düzeneği ile gerçekleştirilmiştir. Kumlama düzeneği basınçlı hava kompresörü, basınçlı hava tankı, kumlama kabini, numune fikstürü ve kumlama tabancası elemanlarından oluşmaktadır. Kumlama tabancası kumlama kabini içerisine sabitlenmiş ve kabin dışarısından bir pedal vasıtasıyla kontrol edilebilmektedir. Kumlama basıncı da kabin dışarısına yerleştirilen bir basınç regülatörü ile ayarlanabilmektedir.

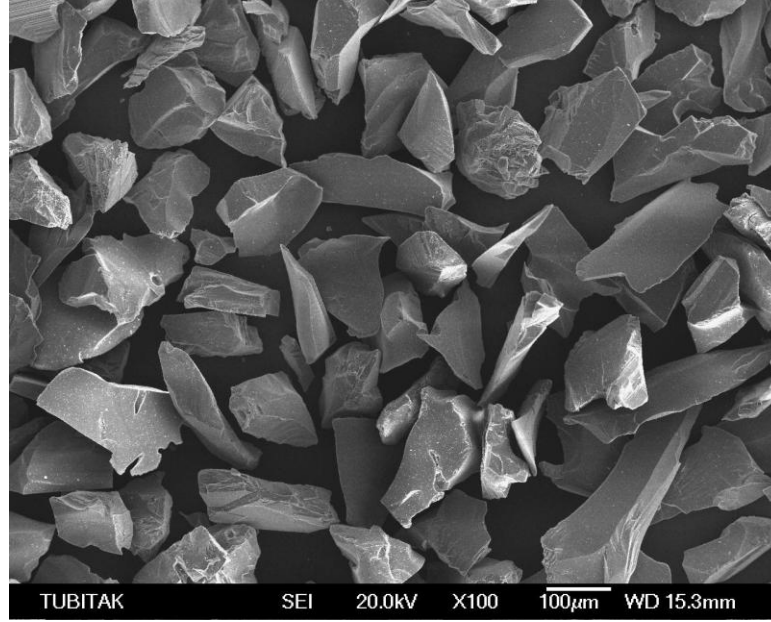
Kumlama kabini içerisine numunenin sabitlenmesi ve numune üzerine istenilen açılarda kum püskürtülmesini sağlayan özel bir numune tutucusu yerleştirilmiştir. Bu düzenek ile kabin içerisine sabitlenmiş kumlama tabancası, numunenin açıl olarak 15'er derece döndürülmesine olanak veren tutucunun hareketi ile numune üzerine istenilen açılarda kum püskürtebilmektedir. Kumlama işlemleri sırasında numuneler bu tutucu kullanılarak kumlama tabancasından 10 mm uzaklıkta tutulmuştur.



Şekil 3.14: Katı partikül erozyonu aşınma test düzeneği

Malzemelerin katı partikül erozyonunu incelemek için en etkin aşındırıcı olarak Şekil 3.15'te görüldüğü gibi çok keskin köşelere ve sertliğe sahip olan alumina (Al_2O_3) partikülü seçilmiştir. Seçilen alumina partikülleri 120 mesh boyut grubunda olup

temin edildiği hali ile kullanılmıştır. Katı partikül erozyonu aşınma testi parametreleri ve değerleri Tablo 3.8’de verilmiştir.



Şekil 3.15: Aşındırıcı alumina (Al_2O_3) partikülleri (120 mesh)

Tablo 3.8: Katı partikül erozyonu aşınma testi parametreleri

Aşındırıcı Partikül Boyutu (mesh)	Püskürtme Basıncı (bar)	Süre (s)	Kütleli Debi (gr/s)	Çarpma Açısı (°)
120	3	10	6,73	15-30-45-60-90

3.5.3.2. Adeziv aşınma testi

Saf ve Al_2O_3 takviyeli PPS kompozitlerinin sürtünme aşınması özellikleri Şekil 3.16’da gösterilen “Plint” marka “Pin on Ring” tipi çok amaçlı sürtünme aşınma test cihazı ile incelenmiştir. Sürtünme ve aşınma düzeneği Şekil 3.17’de gösterilmiştir. Deney başlangıcında çizgisel temas halinde olan aşındırıcı ve numune yüzeyleri arasında ilerleyen aşınma ile düzlemsel temas hali oluşmaya başlar. Aşındırıcı parça olarak kullanılan diskin çapı 60 mm olup kalınlığı 2 mm’dir ve SAE 1040 çeliğinden yapılmıştır. Yüzey pürüzlülük değeri 0,04-0,05 μm arasındadır. Aşınma deneyleri oda sıcaklığında kontrol edilen laboratuvar şartlarında 10 N’luk yük altında 200

d/d'lık devir sayısında toplamda 2000 devir olacak şekilde yapılmıştır. Her bir numune için standart sapmalar göz önüne alınarak en az üç tekrar yapılmıştır. Deney esnasında cihaz üzerindeki dijital ekrandan okunan sürtünme kuvveti değerleri kaydedilmiştir. Aşınan yüzeyler hiçbir müdahalede bulunmadan fotoğrafları çekilerek optik mikroskobun programının analiz kısmında boyutları ölçülmüştür.

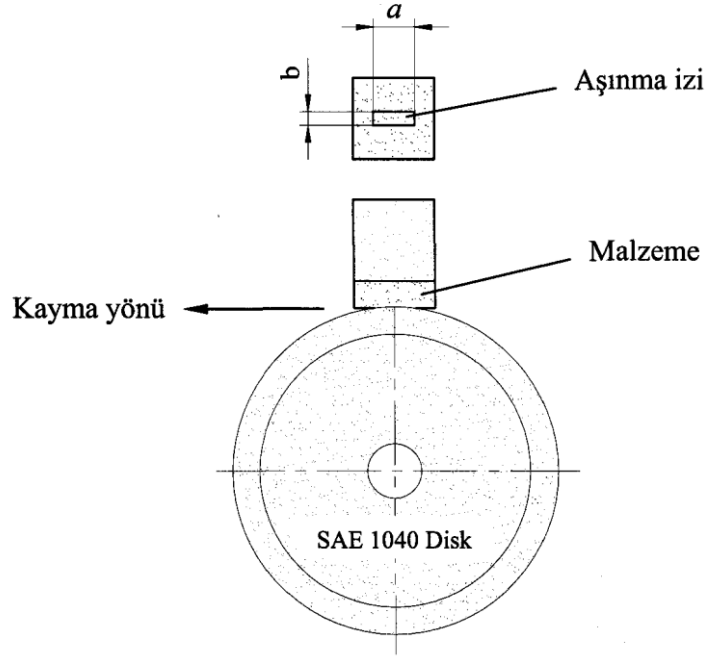


Şekil 3.16: “Plint” marka “Pin on Ring” tipi çok amaçlı sürtünme aşınma cihazı

Aşınma hacmi hesabı ölçülen boyutlar da kullanılarak aşağıdaki formül yardımıyla hesaplanmıştır:

$$V_{aş} = h \cdot r^2 \left[\frac{\pi \cdot \text{ArcSin}\left(\frac{a}{2r}\right)}{180} - \frac{1}{2} \cdot \text{Sin}\left(2 \cdot \text{ArcSin}\left(\frac{a}{2r}\right)\right) \right] \quad (3.7)$$

- $V_{aş}$: aşınma hacmi (mm³)
 h : aşındırıcı disk kalınlığı (mm)
 r : aşındırıcı disk yarıçapı (mm)
 a : aşınma izi boyu (mm)
 b : aşınma izi genişliği (mm)



Şekil 3.17: Çok amaçlı sürtünme aşınma test düzeneği şematik gösterimi

3.5.3.3. Yüzey çizilme (Scratch) testi

Partikül takviyeli polimer kompozitlerin yüzey çizilme dayanımları ve aşınma davranışlarının belirlenmesi amacıyla yüzey çizilme testleri Şekil 3.18’de gösterilen “CSM Micro Scratch Tester” cihazı kullanılarak yapılmıştır. Testlerde temas yarıçapı 200 μm olan Rockwell S-218 tipi küresel elmas uç kullanılmıştır. Numuneler düzlemsel test düzeneğine sabitlendikten sonra batıcı ucun üzerine normal yük uygulanır. Yüzey pürüzlülüğü etkisini ortadan kaldırmak için 0,03 N’luk bir yükleme ile ön çizilme testi gerçekleştirilir. Bir tur gidip gelen uç numunenin yüzey pürüzlülüğü etkisini ortadan kaldırdıktan sonra 10 N’luk esas yükleme ile mekaniksel olarak gerçek yüzey çizilme testi gerçekleştirilir. Yüzey çizilme hızı 30 mm/dak. ve uzunluğu da 10 mm olarak ayarlanmıştır. Herbir numune için 3 test tekrarı yapıp ortalama değerleri rapor edilmiştir. Deneysel analizlerde yüzey çizilme davranışları sürtünme katsayısı ve kalıntı derinlik parametrelerinin fonksiyonu olarak incelenmiştir.



Şekil 3.18: Yüzey çizilme (Scratch) test cihazı ve Rockwell S-218 tipi batıcı uç

3.5.4. Termal iletkenlik ölçümü

Saf ve Al_2O_3 takviyeli PPS malzemelerinin termal iletkenlik ölçümleri için Şekil 3.19’da gösterilen “LaserComp Fox50” marka cihaz kullanılmıştır. Fox50 serisi ASTM C518 ile uyumlu olup termal iletkenlikleri 0,1 W/mK ile 10 W/mK aralığında olan polimerler, kompozitler, seramikler ve camlar için tasarlanmıştır. 0-25 mm kalınlık aralığındaki numunelerin termal iletkenlik katsayıları ölçülebilmektedir.



Şekil 3.19: LaserComp Fox-50 marka termal iletkenlik ölçüm cihazı

3.5.5. Elektrik iletkenliği ölçümü

Dielektrik iletkenliği ölçümleri için 2 mm kalınlığında üretilen numunelerden 10 mm çapında disk şeklinde hazırlanan numunelerin her iki yüzeyi elektrot tabakası oluşturmak için gümüş ile kaplanmıştır. Ölçümler 20 Hz-1 MHz frekans aralığında

ve oda sıcaklığında “Agilent 4284A LCR Meter” cihazı ile yapılmıştır. Dielektrik sabiti hesaplamaları için aşağıdaki formül kullanılmıştır.

$$\epsilon' = \frac{C_p d}{\epsilon_0 A} \quad (3.5)$$

Burada C_p numunenin kapasitansıdır, ϵ_0 vakum altındaki dielektrik sabittir ve $8,85 \times 10^{-4}$ F/cm olarak alınmıştır, A numunenin yüzey alanı ve d ise numunenin kalınlığıdır.

$$\sigma_{ac} = \frac{\omega C_p d \tan \delta}{A} \quad (3.6)$$

Alternatif akım iletkenliği hesaplamaları için 3.6 nolu eşitlik kullanılmıştır. Bu eşitlikte σ_{ac} iletkenlik, ω açısal frekans, C_p kapasitans, d kalınlık, $\tan \delta$ dielektrik kayıp faktörü, A aktif yüzey alanıdır.

3.5.6. Morfolojik analiz metotları

3.5.6.1. Taramalı elektron mikroskobu (TEM) ile inceleme

Üretimi yapılan partikül takviyeli polimer kompozit malzemelerin çalışma doğrultusunda tahribatlı testleri yapıldıktan sonra numune yüzeyleri ve hasar mekanizmalarının incelenmesi amacıyla TÜBİTAK'ta bulunan “JEOL JSM-6335F” marka taramalı elektron mikroskobu kullanılmıştır (Şekil 3.20). Hasara uğrayan numune yüzeyleri inceleme öncesi altın ile kaplanılarak hazırlanmıştır.



Şekil 3.20: JEOL JSM-6335F marka taramalı elektron mikroskobu

3.5.6.2. Optik mikroskop ile inceleme

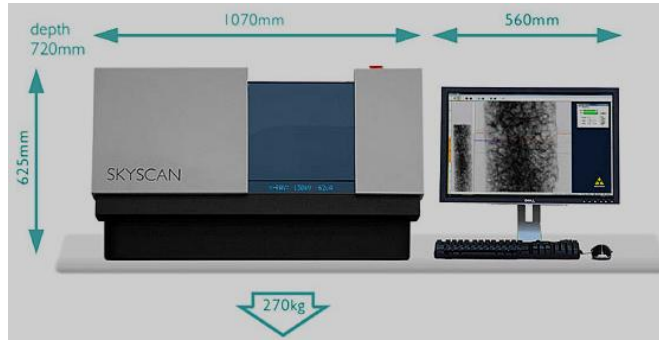
Tahribatlı testlere maruz kalan numunelerin makro boyutta morfolojik inceleme ve analizlerinin yapılması için Şekil 3.21’de gösterilen 80x büyötmeye kadar çıkabilen “Leica S8 APO” Stereo Mikroskop kullanılmıştır.



Şekil 3.21: Leica S8 APO Stereo Mikroskop

3.5.6.3. Bilgisayarlı mikro-tomografi ile inceleme

Al_2O_3 takviyeli PPS kompozit malzemelerinin içinde partiküllerinin dağılımlarını incelemek üzere üretilen malzemeler bilgisayarlı mikro-tomografi ile taranarak görüntölenmiştir. Bu tarama işlemi için Şekil 3.22’de gösterilen “Skyscan 1173” bilgisayarlı mikro tomografi sistemi kullanılmıştır. Numunedeki tarama uzunluğu yaklaşık 1,3 mm’dir ve tarama numunenin dikine doğru yapılmıştır. Bu pozisyonda 1050 fotoğraf çekilmiş ve bunlar bir araya getirilerek malzemenin 3 boyutlu (3D) görüntüsü oluşturulmuştur.



Şekil 3.22: Skyscan 1173 marka bilgisayarlı mikro-tomografi

BÖLÜM 4. BULGULAR ve TARTIŞMA

4.1. PPS Malzemesinin Üretim Parametrelerinin Çekme Özelliklerine Göre Optimizasyonu

Saf haldeki PPS'nin üretim parametrelerinin mekanik özellikler açısından “Minitab 14” programı kullanılarak Taguchi metodu yardımıyla yapılan optimizasyon sonuçları Tablo 4.1’de gösterilmiştir.

Tablo 4.1: Taguchi ve ANOVA metotları ile PPS'nin mekanik özelliklerinin optimizasyonu

	S/N Oranları									Güven Aralığı (95%)
Parametreler	S1	S2	S3	1	2	3	Sıra	P	F	$F_{2,12}=3,89$
Karıştırma Sıcaklığı	55,20	55,29	55,32	300	320	340	1	0,024	5,14	X
Karıştırma Devri	55,23	55,27	55,31	50	75	100	3	0,298	1,34	
Kalıp Sıcaklığı	55,24	55,34	55,24	140	145	150	2	0,128	2,45	
Karıştırma Süresi	55,26	55,26	55,30	3	4	5	7	0,975	0,03	
Enjeksiyon Basıncı	55,26	55,24	55,31	8	10	12	6	0,611	0,51	
Ütüleme Basıncı	55,24	55,26	55,32	8	10	12	5	0,397	1,00	
Ütüleme Süresi	55,29	55,30	55,22	5	10	15	4	0,362	1,05	

Tablo 4.1’de S/N oranları dikkate alındığında 340 °C’lik karıştırma sıcaklığı, 100 d/d’lık karıştırma devri, 5 dakikalık karıştırma süresi, 145 °C’lik kalıp sıcaklığı, 12 bar’lık enjeksiyon basıncı, 12 bar’lık ütüleme basıncı ve 10 saniyelik ütüleme süresi PPS’nin mekanik özellikleri açısından en iyi sonucu vermiştir. ANOVA sonuçlarına göre mekanik özellikler %95 güven aralığında en çok karıştırma sıcaklığından etkilenmektedir ($F_{2,12}=3,89$; $P= 0,024$); bunun yanında diğer parametrelerin PPS’nin mekanik özellikleri üzerinde pek etkisi olmadığı söylenebilir. PPS’nin en iyi çekme sonuçları için karıştırma sıcaklığı parametresi ve onun üçüncü seviyesi 340 °C kullanılmalıdır. Bu sonuç PPS’nin termodinamik erime sıcaklığı olarak bilinen 340 °C ile bağdaştırılabilir [89]. Çünkü erime esnasında PPS’nin içinde düzensiz çekirdeklenme yaratabilecek kalıntı kristaller dahi kalmayacak şekilde tüm kristallerinin eriyebileceği termodinamik sıcaklığa kadar ısıtılıp daha sonra soğuma esnasında düzenli kristallenme sağlanmalıdır [89-92].

PPS'nin mekanik özelliklerinin optimizasyonunu teyit etmek amacıyla optimize parametre ve seviyeleri ile üretilen 10 adet PPS numunesinin doğrulama deneyleri sonuçlarının ortalamaları değerleri ve standart sapmaları hesaplanıp Tablo 4.2'de verilmiştir. Tablo 4.2 incelendiğinde çekme gerilmesinin $85,48 \pm 0,91$ MPa ve çekme modülünün ise $3524,92 \pm 36,30$ MPa olduğu görülmektedir.

Table 4.2: Optimize edilen PPS malzemesi çekme özellikleri

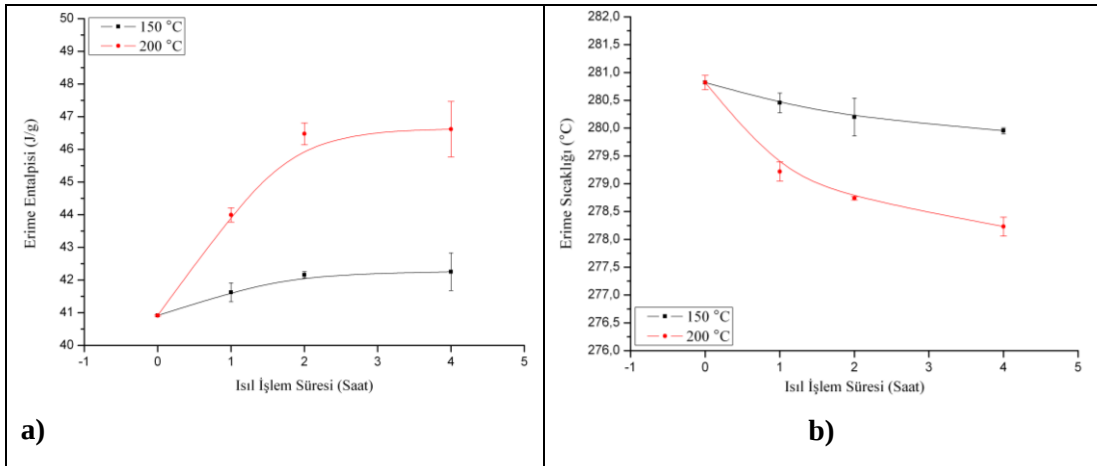
Çekme Gerilmesi (MPa)	Akma Genlemesi (%)	Kopma Genlemesi (%)	Çekme Modülü (MPa)
85,48±0,91	3,43±0,06	5,83±0,29	3524,92±36,30

Optimize PPS'nin özelliklerinin ne seviyede olduğuna karar vermek için yapılan literatür incelemeleri sonucunda birbirine yakın çekme gerilmesi değerlerinin olduğu ortaya çıkmıştır. Chen ve diğ. vidalı enjeksiyon cihazında test kalıbına bastıkları saf PPS numuneleri için çekme gerilmesi değerini 65 MPa olarak bulmuşlardır [93]. Başka bir çalışmada ise farklı referansları inceleyen yazarlar PPS polimeri için elde edilen çekme gerilmesi aralığını 65,6-90 MPa, çekme modülünü 2,6-3,9 GPa, çekme gerinmesini de %1,1-6 olarak vermişlerdir [94]. Ancak Yu ve arkadaşları karbon nanotüp ilaveli PPS polimerini karakterize etmek için saf haldeki PPS'yi karıştırıcıda 285 °C'de ve 75 d/d'da eritip ardından enjeksiyon cihazında kalıba basarak test numuneleri üretmişlerdir. Ürettikleri saf PPS numunelerinden 5 adet çekme testi sonucunda çekme gerilmesi olarak 20 MPa değerini elde etmişlerdir ki bu çalışmada üretilen optimize PPS'nin çekme gerilmesi değerinden çok düşüktür [95]. Young ve Baird ise çalışmalarında farklı iki firmaya ait PPS polimerlerinin enjeksiyonla üretilmesi ile elde edilen numunelerin çekme davranışlarını incelemişler. Modül değerlerini 3,14 ve 3,06 GPa; dayanımlarını 76,9 ve 76,4 MPa; akma gerinmesini ise %3,62 ve %3,52 olarak tespit etmişlerdir [96].

Bu çalışmada optimize edilen PPS'nin çekme sonuçlarına bakıldığında elde edilen optimum çekme gerilmesi değerinin ($85,48 \pm 0,91$ MPa) literatür incelemelerinde tespit edilen elde edilebilecek en yüksek değer olan 90 MPa'a çok yakın olduğu söylenebilir.

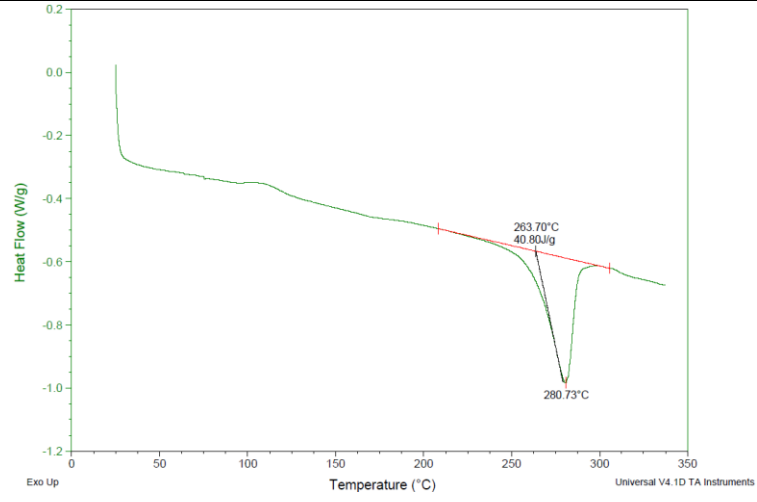
4.2. Isıl İşlem Uygulamasının PPS'nin Özelliklerine Etkisi

Optimize edilen PPS'nin termal ve mekanik özelliklerini iyileştirmek amacıyla, üretilen numunelere ısıt işlemler uygulanmıştır. Isıt işlemler ile özellikle erime entalpisinde dolayısı ile kristallenme oranında artış beklenmektedir. Bu artışın literatürden bilindiği üzere mekanik özelliklerde artış sağlaması olasıdır. DTK analizleri için 5'er tekrar yapılmış olup ortalama sonuçlar Şekil 4.1'de gösterilmiştir. Şekil 4.1-a'da PPS'nin ısıt işlem süresine ve sıcaklığına bağlı olarak değişen erime entalpisini değerleri grafik halinde verilmiştir. Grafikte özellikle dikkat çeken nokta 200 °C'de yapılan ısıt işlem sonrası 150 °C'de yapılan ısıt işleme kıyasla malzemede daha yüksek entalpi değerleri elde edilmiştir. Isıt işlemin T_g 'ye yada T_m 'ye çok yakın sıcaklıklarda yapılması polimerin kristallenmesini engeller [97-99]. T_g 'ye yakın bölgelerde yapılan ısıt işlem sırasında polimerik zincirler hareket kabiliyetini kaybeder ve uygun düzeni alamaz. T_m 'ye yakın bölgelerde yapılan ısıt işlemde ise çok fazla enerji kazanan zincirler kontrol edilemez seviyede yüksek hareketlilikleri nedeni ile kararsız bir düzen alırlar. Bu nedenle burada PPS için ısıt işlem sıcaklığı olarak ne zincirlerin hareket kabiliyetini kısıtlayan ne de çok yüksek hareket kabiliyeti kazandıran 200 °C'nin uygun olduğu tespit edilmiştir.

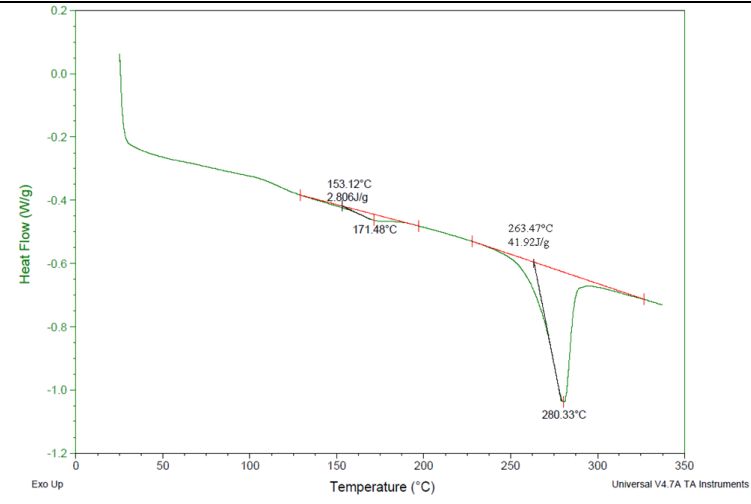


Şekil 4.1: Isıt işlem uygulanmış optimize PPS numunelerinin DTK sonuçları

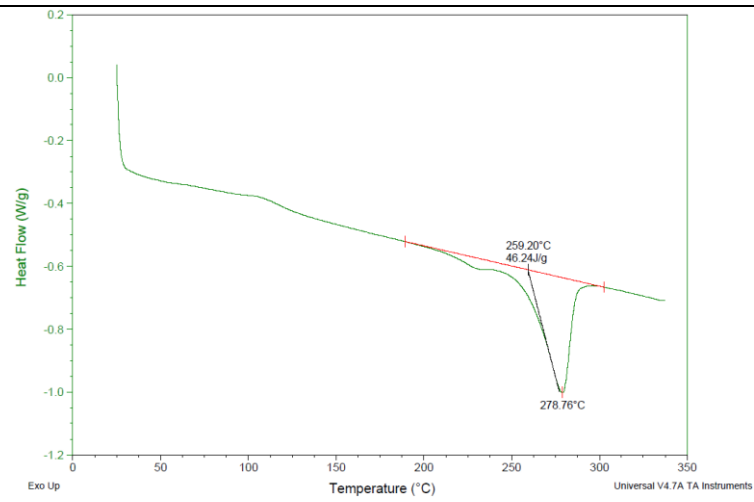
Isıt işlem süresinin artmasıyla her iki ısıt işlem sıcaklığı için de erime entalpisini değerlerinde azalan eğimli artış olduğu gözlenmiştir. 2 saatlik ısıt işlem süresinin optimum kristallenme oranının elde edilmesi için yeterli olduğu görülmektedir.



a) Saf PPS



b) 150 °C’de 4 saat ısıtıl işlem görmüş



c) 200 °C’de 4 saat ısıtıl işlem görmüş

Şekil 4.2: Saf PPS ve 4 saatlik ısıtıl işlem uygulanmış numunelerin DTK sonuçları

Özellikle 200 °C’de 2 saatlik ısıtım sonrası optimize saf PPS’de yaklaşık %15’lik erime entalpisi artışı dolayısı ile kristallenme artışı olduğu sonucu çıkarılabilmektedir.

Saf PPS numunesi ile 200 °C ve 150 °C’de yapılan 4 saatlik ısıtım maruz kalan numunelerin DTK analizleri Şekil 4.2’de verilmiştir. 150 °C’de yapılan 4 saatlik ısıtım numunesi DTK analizinde yaklaşık 171 °C’de görülen ısı girdisini kristal erimesi olarak değil toplu zincir hareketliliği olarak yorumlamak gerekir. Bunun yanında kristalin erime bölgesine bakıldığında tüm kristallerin tam oluştuğunu yani oluşumunu tamamlamayan kristalin bulunmadığı söylenebilir. 200 °C’de 4 saatlik ısıtım maruz kalan numunenin DTK analizinde yaklaşık 230 °C civarında erime gösteren tam oluşmamış yarım kristallerin varlığı tespit edilmiştir. Bu kristaller her ne kadar tam oluşmamış olsa da kristalin erime bölgesine katkı sağladıkları için toplam erime entalpisi değerinde önemli artışa neden olmuşlardır.

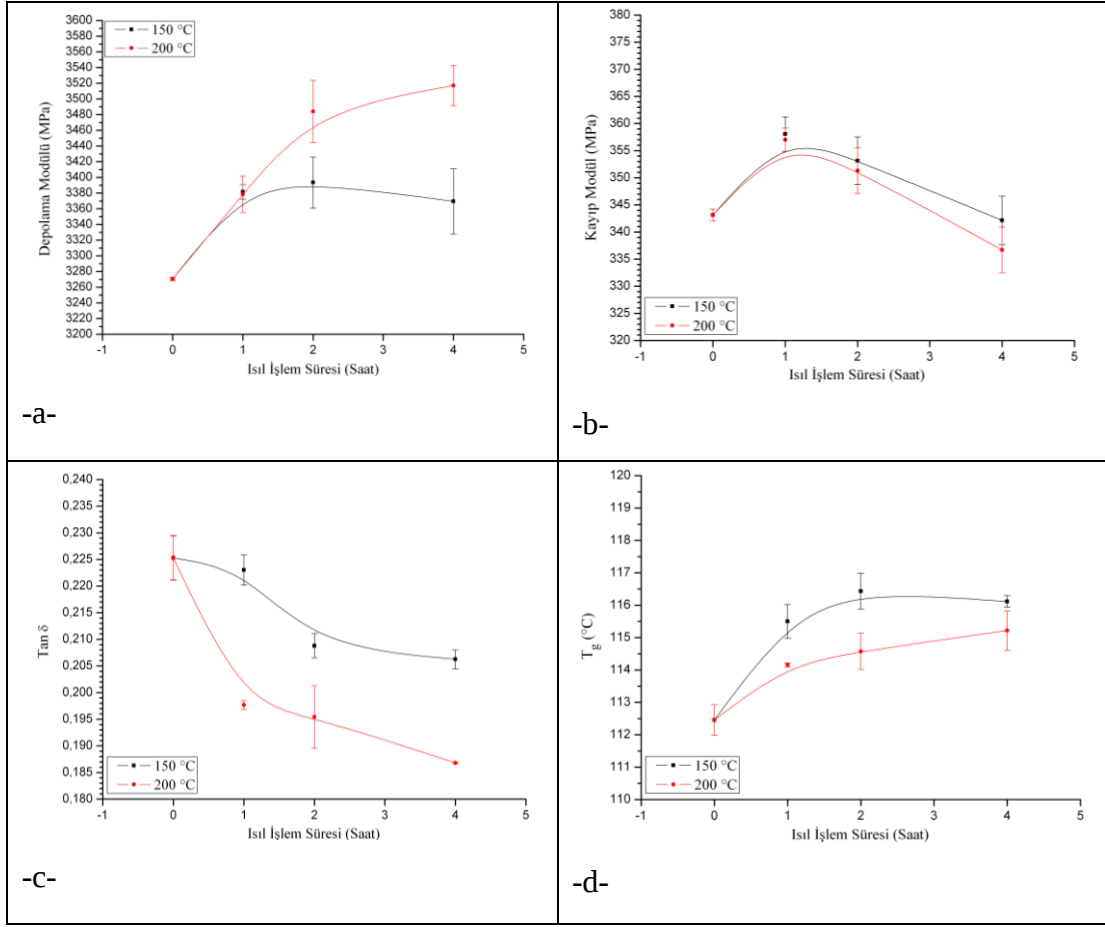
Şekil 4.1-b’de ise ısıtım süresi ve sıcaklığına bağlı olarak değişen erime sıcaklığı değerlerinin grafiği görülmektedir. Grafikten de anlaşılacağı üzere 200 °C’de yapılan ısıtım ile elde edilen erime sıcaklığı değerleri 150 °C’de yapılan ısıtım ile elde edilen değerlerden az da olsa daha düşük çıkmıştır. Çünkü kristallenme oranında artışa neden olan tam oluşmamış yarım haldeki kristaller ince lamel kalınlıkları nedeniyle erime esnasında erime sıcaklığını daha düşük seviyelere çekmiştir [100-102]. Isıtım süresinin artmasıyla bu fark değişmeden devam etmiştir. Ancak not edilebilir ki her iki sıcaklıkta yapılan ısıtım ile elde edilen erime sıcaklıklarında ısıtım süresinin artması ile erime sıcaklığı değerleri azalan eğimle düşüş göstermiştir.

Isıtım görmüş numunelerin entalpi ve erime sıcaklığı değerlerindeki değişimler incelendikten sonra ısıtımın bir de dinamik mekanik termal özellikler açısından etkisi incelenmek üzere DMTA analizleri gerçekleştirilmiş olup sonuçları Şekil 4.3’te verilmiştir. Isıtım sıcaklığına ve süresine bağlı olarak değişen depolama modülü (storage modulus) değerleri Şekil 4.3-a’da gösterilmiştir. Grafikten anlaşılacağı üzere 200 °C’de yapılan ısıtım ile 150 °C’de yapılan ısıtım göre

daha yüksek depolama modülü değerleri elde edilmiştir. Her iki ısıtım işlem sıcaklığı için ısıtım işlem süresinin artmasıyla depolama modülünde azalan eğimli bir artış olduğu gözlemlenmiştir. Buradan da anlaşılmıştır ki depolama modülünün artırılması için ısıtım işlem uygulamasının 200 °C için 2 saat olması yeterli olacaktır. Bu sayede yaklaşık %7'lik bir artış elde edilmiş olunur.

Analizler sonucu ısıtım işlem sıcaklığı ve süresine bağlı olarak değişen kayıp modül (loss modulus) değerleri Şekil 4.3-b'de gösterilmiştir. Grafiğe bakıldığında her iki sıcaklık değeri için 1 saatlik ısıtım işlem ile kayıp modül değerleri yaklaşık %4 oranında artmış; ısıtım işlem süresinin artması ile yine her iki ısıtım işlem sıcaklığı için kayıp modül değerleri orijinal haline ulaşmıştır.

DMTA analizleri sonrası elde edilen bir diğer sonuç da depolama modülü ve kayıp modüle bağlı olarak elde edilen Tan δ 'dır. Bu değerin ısıtım işlem sıcaklığına ve süresine bağlı olarak değişen grafiği Şekil 4.3-c'de verilmiştir. Grafik incelendiğinde ısıtım işlem sıcaklığının erime sıcaklığına yaklaşması yani 200 °C olması ile elde edilen Tan δ değerleri 150 °C'de yapılan ısıtım işlem ile elde edilen değerlerden daha düşük çıkmıştır. Ayrıca her iki ısıtım işlem sıcaklığı için ısıtım işlem süresinin artması ile Tan δ değerinin azalan eğimle düştüğü de gözlemlenmiştir. Son olarak Şekil 4.3-d'de malzemelerin camsı geçiş sıcaklığının (T_g) ısıtım işlem sıcaklığı ve süresi ile değişimi grafiksel olarak verilmiştir. Grafikte açıkça görülmektedir ki her iki sıcaklık için de ısıtım işlem süresinin artması ile T_g değeri azalan eğimle artmıştır. 4 saatlik ısıtım işlem ile T_g değerinde 3-4 °C'lik artışlar tespit edilmiştir. Ayrıca görülmektedir ki 150 °C'de yapılan ısıtım işlem ile 200 °C'dekine nazaran daha yüksek T_g değerleri elde edilmiştir. DMTA sonuçlarına genel bir bakış yapıldığında maliyet de göz önünde bulundurularak 200 °C'de yapılacak 2 saatlik ısıtım işlem ile PPS malzemesinin özelliklerinde optimum iyileşme sağlanabileceği rahatlıkla söylenebilir.

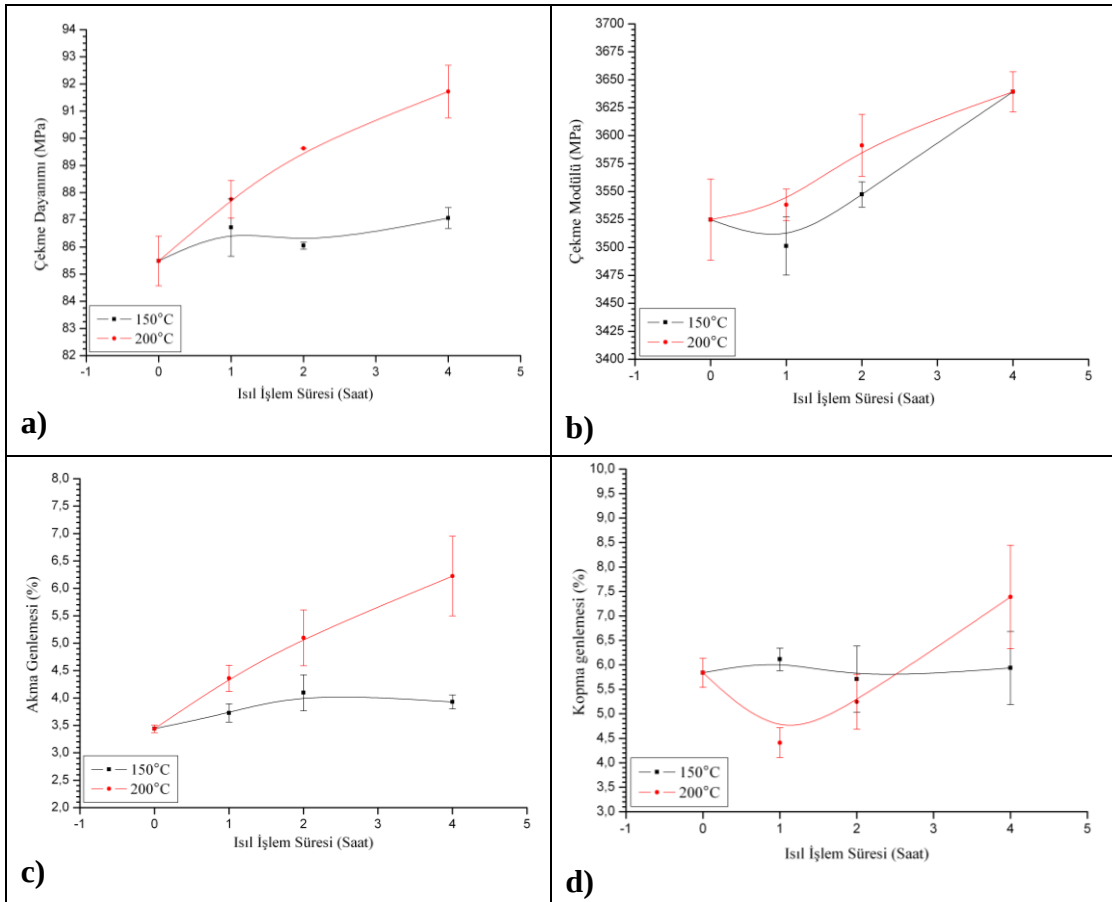


Şekil 4.3: Isıl işlem görmüş optimize saf PPS numunelerinin DMTA analizleri

Isıl işlemlere maruz bırakılmış saf halde üretilen optimize PPS numunelerinin çekme testi sonuçları Şekil 4.4'te verilmiştir. Testler sonucu elde edilen çekme gerilmesi değerlerinin ısıtıl işlem sıcaklığına ve süresine bağlı olarak değişim grafiği Şekil 4.4-a'da gösterilmiştir. Grafiğe bakılırsa ısıtıl işlem süresinin artması ile çekme gerilmesi değerlerinde azalan eğimle de olsa bir artış olduğu görülmektedir. 150 °C'de yapılan ısıtıl işlem uygulaması ile PPS'nin çekme gerilmesinde kayda değer bir artış elde edilmemiştir. Bunun yanında 200 °C'de yapılan ısıtıl işlem ile PPS'nin çekme gerilmesinde yaklaşık %8'lik bir artış elde edilmiştir. Şekil 4.4-b'de verilen çekme modülü değerleri incelendiğinde artan ısıtıl işlem süresi ile çekme modülü değerlerinin sürekli arttığı görülmektedir. Her iki sıcaklıkta da 4 saatlik ısıtıl işlem ile PPS'nin çekme modülü değerlerinde yaklaşık %3'lük bir artış görülmektedir. Çekme modülü değerlerinde de 200 °C'de yapılan ısıtıl işlem uygulamasının daha etkin olduğu söylenebilir. Çekme testi sonuçlarından bir diğeri de Şekil 4.4-c'de gösterilen ısıtıl işlem sıcaklığına ve süresine bağlı olarak değişen akma genlemesi değerleridir.

Çekme gerilmesi değerlerine benzer sonuçlar çıkmıştır. 200 °C’de yapılan ısıt işlem daha etkin sonuçlar doğurmuştur. 200 °C’de 4 saatlik ısıt işlem ile PPS’nin akma genlemesi değerinde yaklaşık %7’lik bir artış olduğu tespit edilmiştir. Bunun yanında 150 °C’de yapılan ısıt işlem ile akma genlemesi açısından pek kayda değer sonuçlar meydana gelmediği söylenebilir.

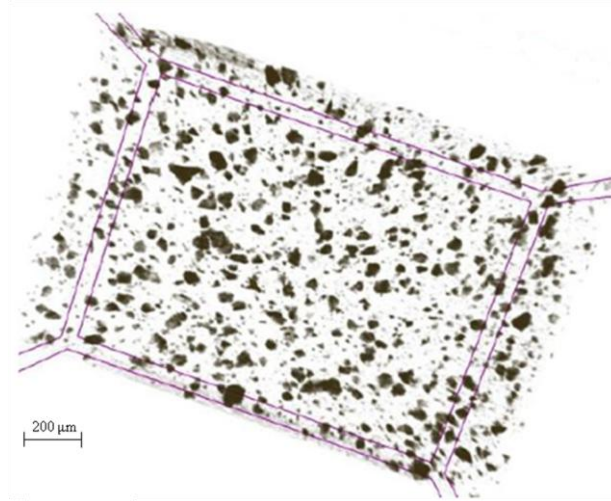
Son olarak çekme testi sonuçlarından kopma genlemesinin ısıt işlem sıcaklığına ve süresine bağlı olarak değişim grafiği Şekil 4.4-d’de verilmiştir. Grafiğe bakıldığında kopma genlemesi açısından ısıt işlem uygulaması ile pek de düzenli sonuçlar meydana gelmediği görülmektedir. 150 °C’de yapılan ısıt işlem ile kopma genlemesi değerlerinde değişim olmaz iken 200 °C’de 1 saatlik ısıt işlem uygulaması ile başlangıçta düşüşe uğrayan kopma genlemesi değerleri 2 saatlik ısıt işlem uygulaması ile artışa geçmiştir.



Şekil 4.4: Isıt işlem görmüş optimize saf PPS numunelerinin çekme özellikleri

4.3. Al₂O₃/ PPS Kompozitlerinin Özellikleri

PPS'ye takviye edilen Al₂O₃ partiküllerinin matris içinde dağılım özelliklerini karakterize etmek için PPS kompozitinden mikro tomografi yardımıyla alınan görüntüler bilgisayar ortamında yardımcı programlar ile birleştirilip 3 boyutlu hale getirilmiştir. Şekil 4.5'te ağırlıkça %15 oranında alumina takviyeli PPS kompozitinin mikro tomografik 3 boyutlu görüntüsü verilmiştir. Bu %15 takviye oranının %50'si 1 mikronluk alumina partikülleri diğer %50'si ise 63 mikronluk alumina partikülleridir. Şekilden de görüleceği üzere farklı boyutlardaki alumina partiküllerinin homojen bir şekilde dağıldığı çok açıktır. Her iki boyuttaki alumina partiküllerinin de kümelenme veya topaklanma davranışı sergilemediği görülmektedir. Takviye edilen alumina partiküllerinin homojen dağılımı hususunda çift vidalı ekstrüderin çok başarılı sonuç verdiği söylenebilir.



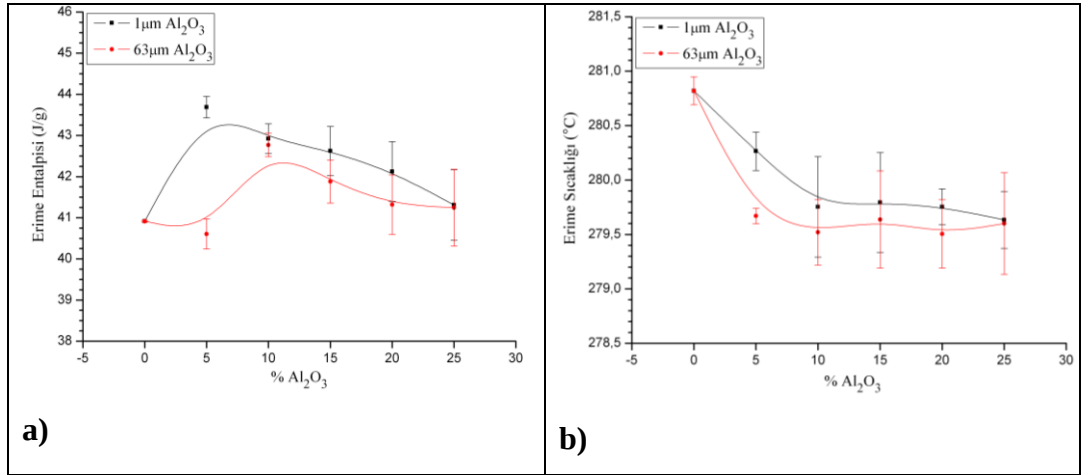
Şekil 4.5: Al₂O₃/PPS kompozitinde Al₂O₃ dağılımının 3 boyutlu (3D) görüntüsü

4.3.1. Termal özellikler

Tek boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin termal özellikleri yani erime entalpisi ve erime sıcaklığı değerleri DTK analizleri ile incelenmiştir. Şekil 4.6'da tek boyutlu alumina (1 veya 63 µm) takviyesinin PPS polimerinin erime entalpisi ve erime sıcaklığı değerleri üzerine etkisi ağırlıkça alumina oranına göre verilmiştir. Şekil 4.6-a'da gösterilen erime entalpisi grafiği incelendiğinde 1 mikronluk

aluminaların %5'e kadar ki takviyesinde erime entalpisi yani kristalinite değerlerinde yaklaşık %6'lık bir artış olduğu görülmektedir. 1 mikronluk aluminaların %5'ten sonraki takviyelerinde artan entalpi değerinin düşüşe geçtiği görülmektedir. Buna rağmen %25 takviye oranında bile hala saf PPS'nin erime entalpisi bir miktar yukarda sonuç alınmıştır.

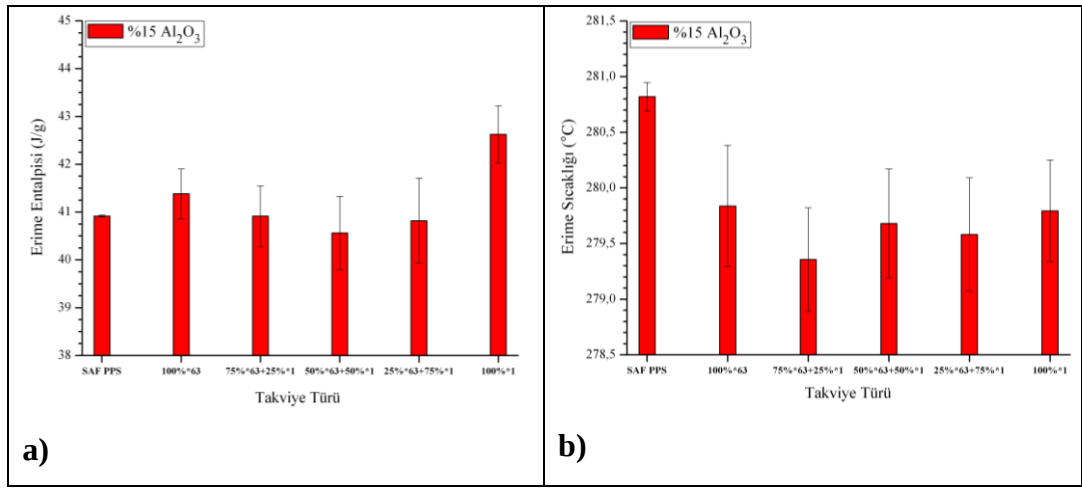
63 mikronluk aluminaların takviyesinde ağırlıkça %5'den %10'a geçişte malzemenin erime entalpisi değerinde yaklaşık %4'lük bir artış olduğu görülmektedir. %10 takviye oranından sonra 63 mikronluk alumina miktarının artması ile erime entalpisi değerlerinde düşüş görülmüştür. Ancak; 63 mikronluk alumina partiküllerinin takviyesinde artan takviye oranıyla düşüş gösteren erime entalpisi değerleri %25 takviye oranında bile hala saf PPS'nin erime entalpisi değerinin altına inmemiştir.



Şekil 4.6: Tek boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin termal özellikleri

Şekil 4.6-b'de tek boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitinin erime sıcaklığı değerleri gösterilmiştir. Grafikten görüldüğü üzere alumina takviyesi ile PPS'nin erime sıcaklığının azalan eğimle düştüğü söylenebilir. Yaklaşık 1,5 °C olarak görülen bu düşüşün %10 takviye oranından sonra devam etmeyip sabit kaldığı görülmektedir.

Tek boyutlu alumina takviyesi ile PPS polimerinin termal özelliklerinin özellikle erime entalpisinin hem partikül boyutuna hem de takviye oranına önemli derecede bağlı olduğu söylenebilir. Erime entalpisi yani kristallenme oranındaki artış takviye edilen alumina partiküllerinin eriyik haldeki PPS'nin soğuma esnasındaki heterojen çekirdeklenmeye katkısı ile açıklanabilir. Aluminanın benzer çekirdeklenme etkisi



Şekil 4.7: Karışık boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin termal özellikleri

Goyal ve diğerleri tarafından da rapor edilmiştir [103]. Küçük boyutlu partiküllerin çekirdeklenmeye katkısı büyük boyutlu partiküllere kıyasla daha fazla olduğu söylenebilir [104]. Erime entalpisinin yani kristallenmenin artışı malzemenin mekanik özelliklerinde artış sağlayacaktır. Bu nedenle erime entalpisinde sağlanan artış PPS kompoziti için çok önem arz etmektedir. Buna ilaveten, iyi bilinmektedir ki erime sıcaklığı polimer yapıdaki lamel kalınlığı ile önemli derecede ilişkilidir [105]. Bu incelemede de görülmüştür ki, erime sıcaklığındaki düşüş kayda değer seviyede olmadığı için mikron boyuttaki alumina partiküllerinin PPS kompoziti yapısı içindeki lamel kalınlığı üzerinde pek etkisinin olmadığı söylenebilir. Sonuç olarak küçük boyutlu partiküllerin düşük oranlarda takviyesi ile yeni kristalin bölgelerin oluştuğunu ancak eski kristalin bölgelerin lamel kalınlıklarının değişmediği rapor edilebilir.

Şekil 4.7’de karışık boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitin termal özellikleri verilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde karışık boyutlu alumina takviyesi tek boyutlu alumina takviyesinin aksine PPS kompozitinin termal özelliklerine olumsuz yönde etki etmiştir. Bu olumsuz etki şiddetli olmamak ile beraber malzemede soğuma esnasında büyümeye çalışan kristallerin takviye edilen karışık boyutlu alumina partikülleri tarafından engellenmesi ile açıklanabilir.

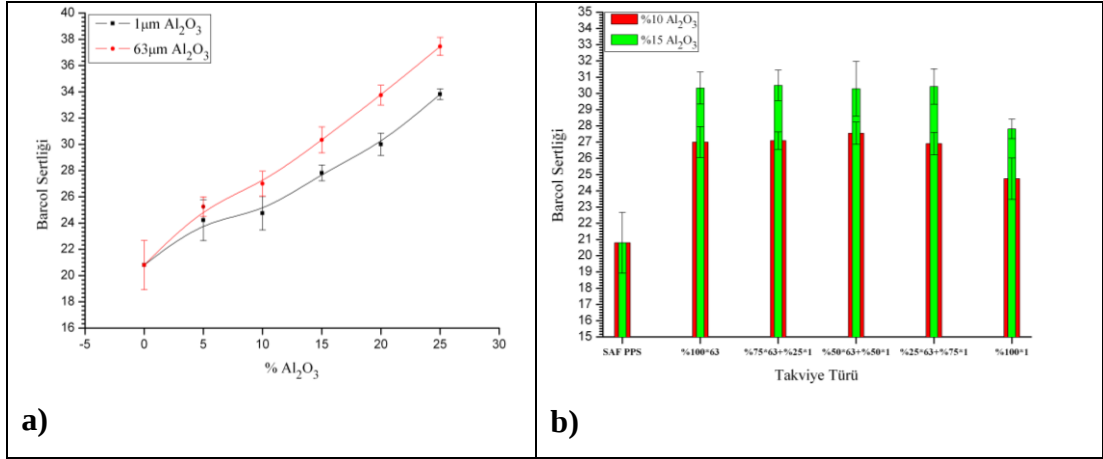
Sonuç olarak PPS polimerinin alumina partikülleri ile takviyesinde karışık boyutlu takviyeden ziyade tek boyutlu takviyenin termal özellikler açısından daha olumlu sonuçlar verdiği söylenebilir. Yani tek boyutlu alumina takviyesi ile PPS polimerinin

kristallenme oranının artması dolayısıyla mekanik özelliklerinde artış olması beklenmektedir. Ancak burada dikkat edilmesi gereken husus tek boyutlu alumina takviyesi ile sadece PPS polimerinin mekanik özellikleri iyileşmektedir. Bu demek değildir ki tek boyutlu alumina takviyeli PPS kompoziti karışık boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitinden daha üstün mekanik özelliklere sahiptir. Bu nedenle bir sonraki başlıkta bu konunun ayrıntılı araştırması sunulacaktır.

4.3.2. Mekanik özellikler

4.3.2.1. Barkol sertlik testi sonuçları

Farklı boyutlarda ve miktarlarda alumina partikülleri ile takviye edilen PPS kompozitlerinin barkol sertlik testi sonuçları Şekil 4.8’de grafiksel olarak verilmiştir. Şekil 4.8-a’da verilen tek boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerin barkol sertlik değerleri grafiğine bakıldığında, artan alumina miktarına bağlı olarak sertlik değerlerinin sürekli arttığı görülmektedir. Ayrıca özellikle yüksek takviye oranlarında sertlik değerleri alumina partikülünün boyutuna bağlı olarak da değişim göstermiştir. Her takviye oranı için 63 mikronluk alumina partikülleri ile 1 mikronluk alumina partiküllerine nazaran daha yüksek sertlik değerleri elde edilmiştir. Çünkü sertlik ölçümlerinde batmaya zorlanan uç partikül ile karşılaştığında büyük hacimsel boyuta sahip 63 mikronluk alumina partiküllerini itirmek küçük 1 mikronluk partikülleri itirmekten daha zor olduğu için verilen tepki kuvvetine bağlı olarak sertlik değerleri büyük boyutlu partiküller ile takviye edilen PPS kompozitlerinde daha yüksek çıkmıştır. Şekil 4.8-b’de verilen grafik incelendiğinde, karışık boyutlu alumina partiküllerinin takviyesi ile PPS kompozitlerinin sertlik değerlerinde kayda değer değişimler meydana gelmemiştir. Karışık boyutlu alumina takviyesi ile ancak; 63 mikronluk tek boyutlu alumina partikülleri ile takviye edilen PPS kompozitlerinin sertlik değerlerine yakın sertlik değerleri elde edilmiştir. Çünkü karışık boyutlu takviye tipinde mutlaka büyük boyutlu partiküller olduğu için batmaya karşı verilen tepki hep aynı olmuştur. Sonuç olarak; Al_2O_3 /PPS kompozitleri için yüksek sertlik değerleri, tek boyutlu büyük (63 μm) partiküllerin veya karışık boyutlu partiküllerin takviyesi ile sağlanabilir.



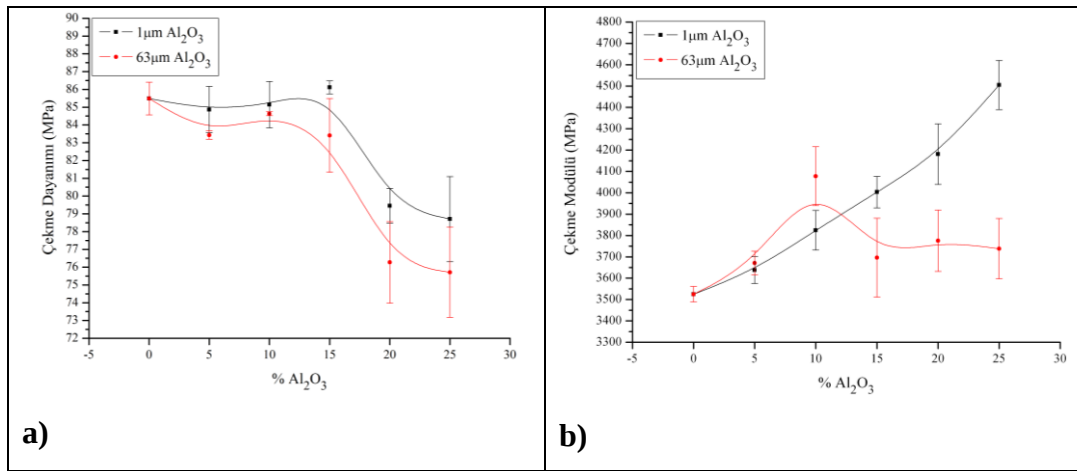
Şekil 4.8: Al₂O₃/ PPS kompozitlerinin barkol sertlik testi sonuçları

4.3.2.2. Çekme testi sonuçları

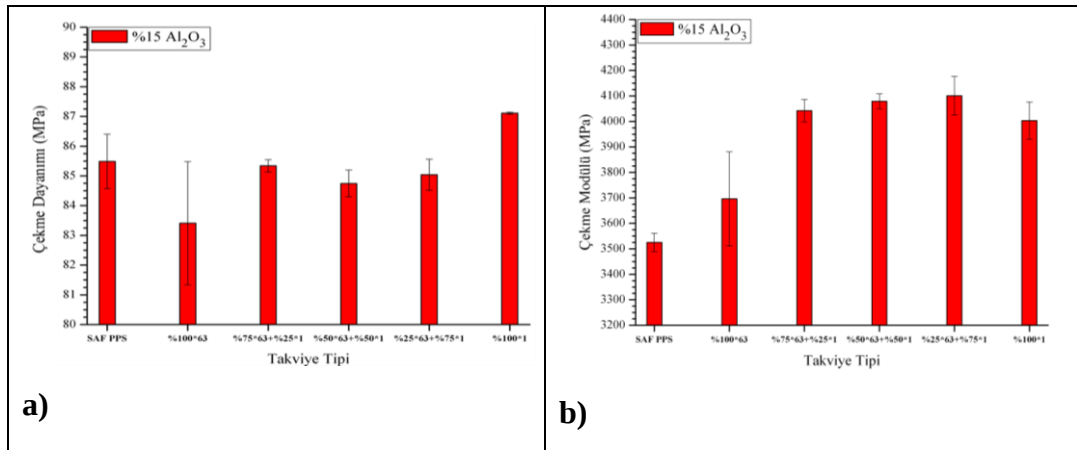
Farklı boyutlarda ve oranlarda alumina partikülleri ile takviye edilen PPS kompozitlerinin mekanik özellikleri çekme testleri ile incelenmiş olup sonuçları grafiksel olarak Şekil 4.9'da gösterilmiştir. Şekil 4.9-a'daki çekme dayanımı sonuçlarına bakıldığında her bir takviye oranı için küçük partiküllü PPS kompozitlerin büyük partiküllü oranlarına kıyasla daha yüksek çekme dayanımı değerleri sergilediği görülmektedir. Bu sonuç, takviye partiküllerinin artan yüzey alanına bağlı olarak meydana gelen daha verimli gerilim transfer mekanizması ile açıklanabilir [106-108]. Bunun yanında; ağırlıkça %15 takviye oranına kadar 1 mikronluk alumina takviyeli PPS kompozitlerin çekme dayanımı değerlerinde kayda değer bir değişim görülmezken bu orandan sonra hızlı sert bir düşüş gösteren çekme dayanımı değeri %25 takviye oranında yatay duruma geçmiştir. 63 mikronluk alumina takviyeli PPS kompozitin çekme dayanımı değerleri ise %10 oranına kadar kayda değer bir değişim göstermezken bu orandan sonra düşüşe geçmiştir ve özellikle %20 takviye oranında çok sert bir düşüş görülürken bu orandan sonra çekme dayanımı değeri yatay duruma geçmiştir. Benzer bir çalışmada Chacko ve diğ. ortalama partikül çapı 2,3 µm olan CaCO₃ takviyeli PE kompozitlerinin çekme dayanımlarının artan takviye oranına bağlı olarak düştüğünü rapor etmişlerdir [109]. Çekme gerilmesine maruz kalan polimer kompozitin kesit alanının belirli bir takviye

oranından sonra kritik kesit alanı değerinin altına düşmesi ile dayanımın düştüğü söylenebilir.

Şekil 4.9-b'deki çekme modülü değerleri incelendiğinde; 1 mikronluk alumina takviyesinde PPS kompozitlerinin çekme modülü değerleri artan takviye oranına bağlı olarak sürekli artmıştır. 63 mikronluk alumina takviyeli PPS kompozitlerinde ise biraz farklı bir durum söz konusudur. %10 takviye oranına kadar çekme modülü değerlerinde artış görülürken bu orandan sonra düşüşe geçen çekme modülü değerleri %25 takviye oranına kadar yatay durumda kalmıştır.



Şekil 4.9: Tek boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin mekanik özellikleri



Şekil 4.10: Karışık boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin mekanik özellikleri

Karışık boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin mekanik özellikleri Şekil 4.10'da verilmiştir. Şekil 4.10-a'da verilen çekme gerilmesi değerlerine bakıldığında karışık boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin çekme gerilmesi değerleri tek

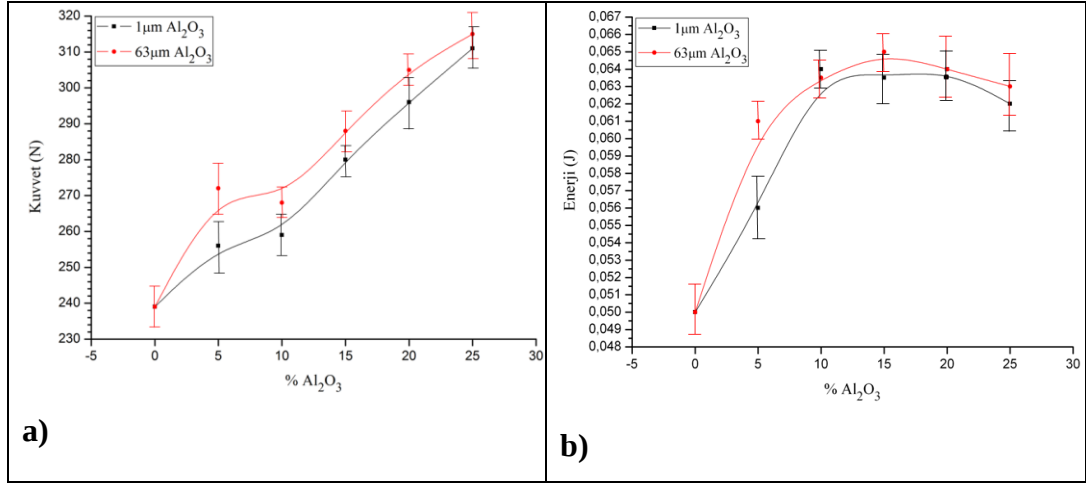
boyutlu 1 ve 63 mikronluk alumina takviyeli PPS kompozitlerinin çekme gerilmesi değerlerinin arasında çıkmıştır.

%100*63 mikronluk PPS kompoziti en düşük çekme gerilmesi değerini gösterirken %100*1 mikronluk PPS kompoziti en yüksek çekme gerilmesi değerini göstermektedir. Bunun yanında karışık boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin çekme gerilmesi değerleri arada bir yerde yaklaşık olarak da saf PPS'nin çekme gerilmesi değerine yakın çıkmıştır. Şekil 4.10-b'de verilen çekme modülü değerleri incelendiğinde; karışık boyutlu alumina takviyesi ile tek boyutlu alumina takviyesine nazaran daha iyi çekme modülü değerleri elde edilmiştir. En düşük çekme modülü değeri %100*63 mikronluk PPS kompoziti için görülürken en yüksek çekme modülü değerleri yaklaşık aynı olmakla beraber karışık boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinde görülmektedir.

Sonuç olarak; takviye oranı artarken büyük boyutlu partiküller küçük boyutlu partiküllere nazaran polimer kompozitin çekme gerilmesi değerini daha yüksek oranlarda düşüşe uğrattıyor. Büyük boyutlu partiküllerin bu olumsuz etkisi içlerine katılabilecek az miktardaki küçük boyutlu partiküller ile giderilerek polimer kompozitin çekme özellikleri daha iyi duruma getirilmiş olunur.

4.3.2.3. Izod darbe testi sonuçları

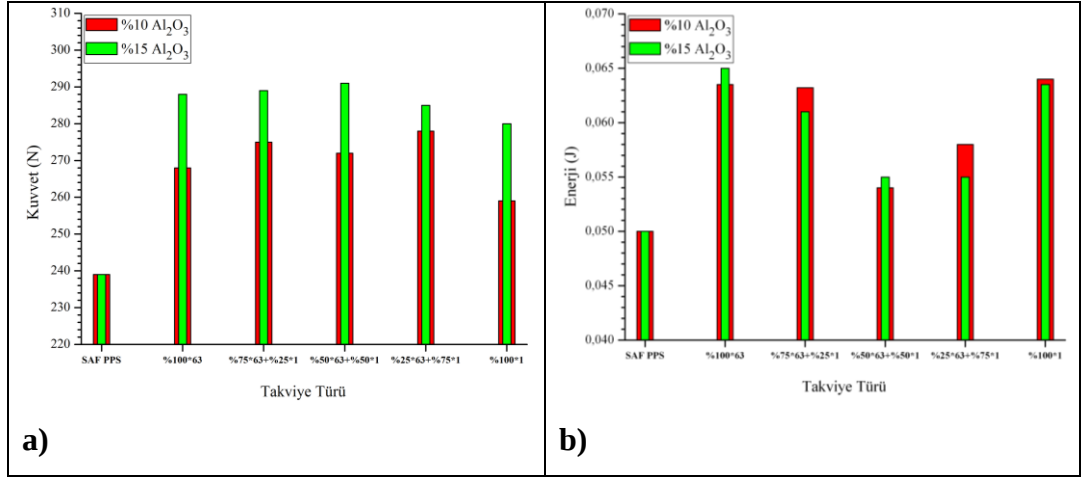
Tek boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin kırılma testleri sonucunda elde edilen kuvvet ve enerji değerleri alumina miktarının fonksiyonu olarak Şekil 4.11'de gösterilmiştir. Şekil 4.11-a'da gösterilen kuvvet grafikleri incelendiğinde 1 ve 63 mikronluk alumina takviye oranı arttıkça kuvvet değerleri sürekli artış göstermiştir. Ayrıca her takviye oranında büyük boyutlu partiküller küçük boyutlu partiküllere kıyasla PPS kompozitlerinin kırılma kuvveti değerlerini daha yüksek değerlere taşımıştır.



Şekil 4.11: Tek boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin kırılma özellikleri

Şekil 4.11-b’de gösterilen enerji grafiği incelendiğinde kuvvet graiklerinde olduğu gibi büyük partiküllerin her takviye oranında küçük partiküllere nazaran daha yüksek enerji değerleri sağladığı tespit edilmiştir. %15 takviye oranına kadar her iki boyuttaki alumina partikülleri takviyesi ile enerji değerleri azalan eğimle artış gösterirken bu orandan sonra enerji değerleri düşmeye başlamıştır. Görülmektedir ki tek boyutlu partikül takviyesi ile PPS kompozitlerinin kırılma kuvveti ve enerji değerleri artış göstermiştir. Darbe esnasında yapı içinde ilerlemeye çalışan çatlak takviye edilen partiküller ile karşılaştığında zayıf bölge olarak matris ile yaptığı ara yüzeyden ilerlemeye çalışacaktır. Bu sayede artan takviye oranı ile çatlağın ilerlemesi gerektiği yol uzayacağı için kırılma enerjisinin arttığı belirtilmiştir.

Karışık boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin kırılma özellikleri Şekil 4.12’de verilmiştir. Kuvvet grafiği incelendiğinde karışık boyutlu takviye tiplerinde tek boyutlu takviye tipine göre daha iyi sonuçlar alındığı görülmektedir. Özellikle düşük takviye oranında yapılan karışık boyutlu alumina takviyesi ile elde edilen artışın daha etkili olduğu söylenebilir. Kırılma enerjisi grafiği incelendiğinde ise karışık boyutlu alumina takviyesinin olumsuz etkisinin söz konusu olduğu açıktır. Özellikle yarı yarıya yapılan karışık boyutlu alumina takviyesinde kırılma enerjisi değerinin etkin bir şekilde olumsuz yönde etkilendiği vurgulanabilir.



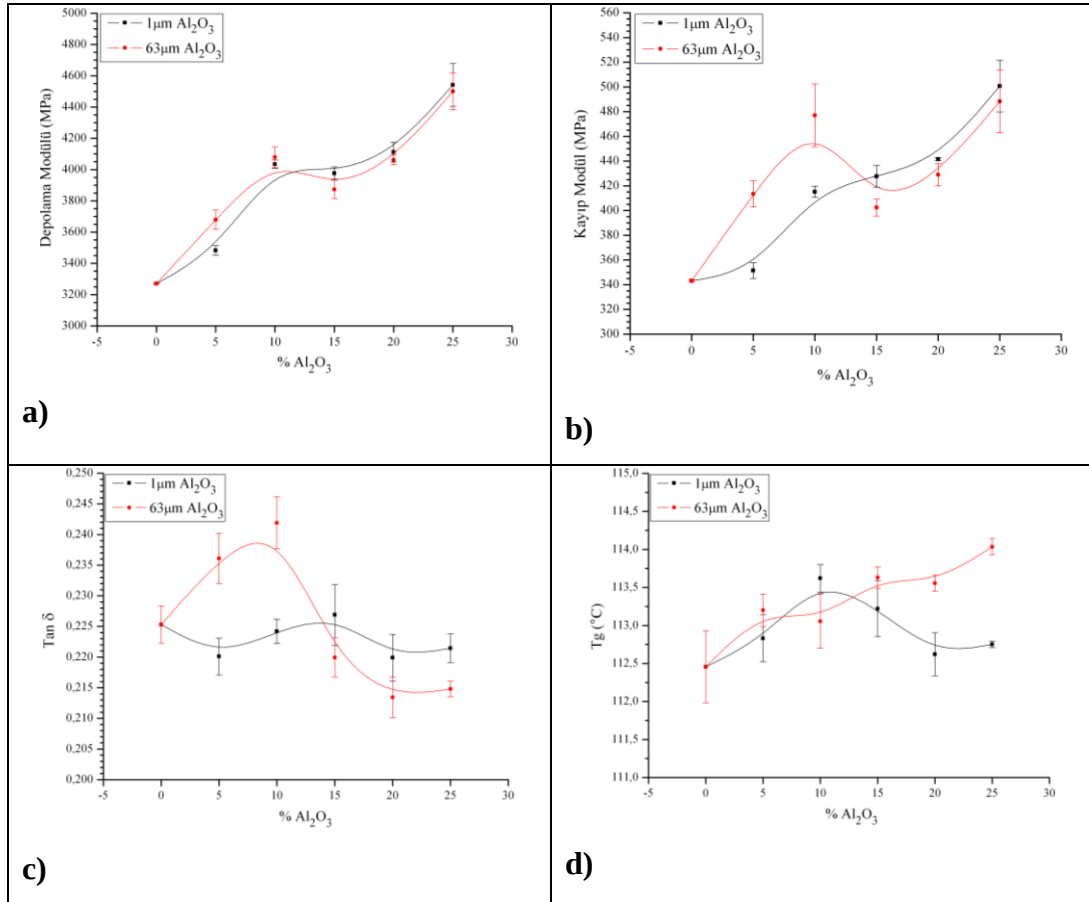
Şekil 4.12: Karışık boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin kırılma özellikleri

4.3.3. Dinamik mekanik özellikler

Tek boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin dinamik mekanik özellikleri Şekil 4.13'te gösterilmiştir. Depolama modülü değerleri incelendiğinde takviye edilen alumina miktarı arttıkça depolama modülü değerlerinin arttığı görülmüştür. Bu da PPS'ye katılan alumina partiküllerinin PPS'ye kıyasla yüksek yük taşıma kapasiteleri nedeniyle takviye edici olarak görev yaptığının bir göstergesidir. Benzer sonuçlar farklı inorganik partiküller ile takviye edilen farklı polimerler için rapor edilmiştir [110-114]. Ayrıca takviye edilen aluminanın boyutunun depolama modülü üzerine pek etkisi olmadığı da gözlenmiştir. 1 mikronluk alumina takviyesi ile kayıp modül değerleri de düzenli bir şekilde artış sergilemiştir. Bunun yanında 63 mikronluk aluminaların takviyesinde ise kayıp modül değerlerinde %10 ile %15 oranları arasında bir düşüş olduğu onun dışında diğer takviye oranlarında düzenli artışın sürdüğü görülmektedir.

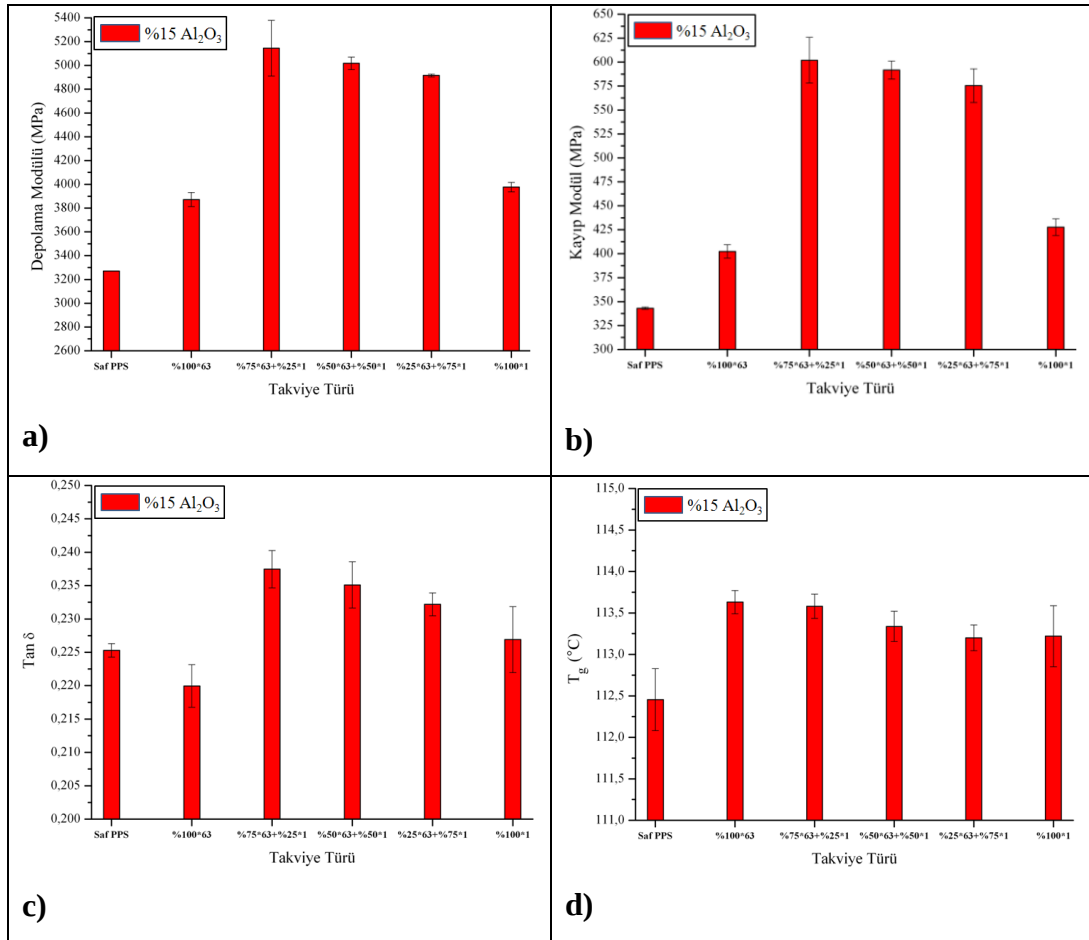
Dinamik mekanik özelliklerden en önemlisi olan Tan δ değerlerinde 1 mikronluk alumina takviyesi ile kayda değer bir değişim görülmemektedir. Buna nazaran 63 mikronluk alumina takviyesinde %10'luk takviye oranına kadar Tan δ değerlerinde bir artış, bu orandan sonra alumina miktarının artması ile azalan eğimle Tan δ değerlerinin düştüğü görülmektedir. Tan δ sonuçlarına göre 1 mikronluk partiküllerin PPS polimeri ile ara yüzey ilişkisinde kayda değer değişimlerin olmadığı, bunun

yanında 63 mikronluk alumina partiküllerinin PPS ile ara yüzey ilişkisinin ise özellikle %15 takviye oranından sonra iyileştiği söylenebilir [115]. Bu durumu destekleyen bir diğer sonuç da 63 mikronluk aluminanın artan takviye oranları ile T_g değerlerinde yaklaşık 1,5 °C gibi bir artışın olduğu ve bu artışın artan takviye oranı ile devam edecek gibi görünmesidir. Ancak 1 mikronluk alumina takviyeli PPS kompozitlerinin T_g değerlerinde ise %10 takviye oranına kadar 1 °C'lik bir artış olduğu, bu orandan sonraki takviye oranlarında ise T_g değerlerinin düşüş gösterdiği tespit edilmiştir. Karışık boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin dinamik mekanik özellikleri Şekil 4.14'te verilmiştir. Depolama modülü değerleri incelendiğinde PPS polimerine takviye edilen aluminanın karışık boyutlu olması tek boyutlu alumina takviyesine nazaran çok daha iyi sonuç vermiştir. Tek boyutlu alumina takviyesi ile yaklaşık %20'lik bir artış sağlanabilen PPS kompozitlerinin depolama modülü değerinde karışık boyutlu alumina takviyesi ile yaklaşık %57'lik bir artış sağlanmıştır.



Şekil 4.13: Tek boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitinin dinamik mekanik özellikleri

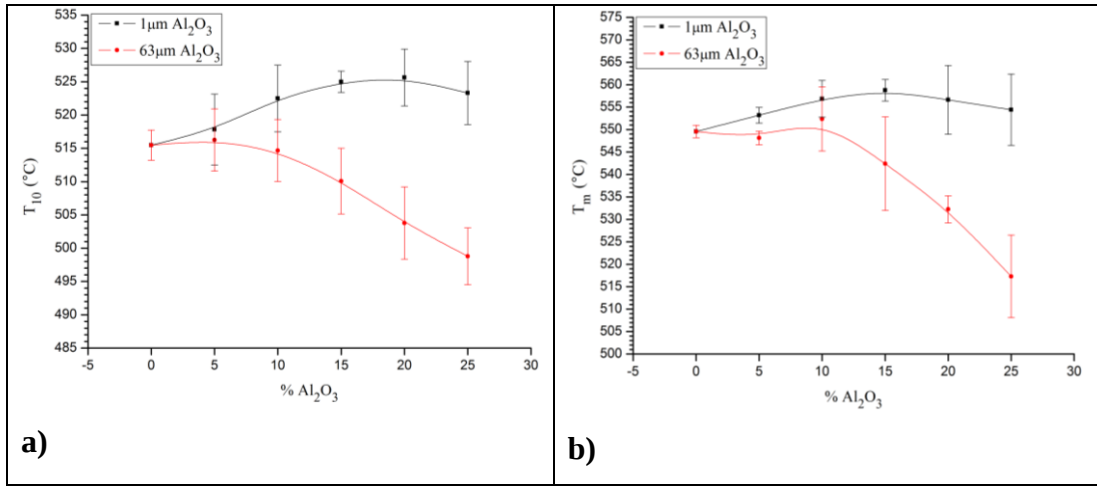
Ouchiyama ve Tanaka'nın modeline göre maksimum paketleme oranı (Φ) karışık boyutlu takviyede küçük partiküllerin bağıl oranının %20 olması halinde meydana gelmektedir [116]. Bu nedenle karışık boyutlu alumina takviyesinde %75*63+%25*1 mikronluk takviye türünde elde edilen çok büyük ölçüdeki depolama modülü artışı bu modeldeki en yüksek paketleme oranı ile açıklanabilir. Bu çarpıcı sonucun yanı sıra kayıp modül değerlerinde de karışık boyutlu alumina takviyesi ile benzer artış görülmektedir. Ancak kayıp modül değerindeki bu artış malzeme açısından istenen bir durum değildir. Dinamik mekanik özelliklerin en önemlisi sayılabilen $\tan \delta$ değerleri incelendiğinde karışık boyutlu alumina takviyesinin olumlu sonuç sağlamadığı açıktır. Karışık boyutlu alumina takviyesi ile camsı geçiş sıcaklığı (T_g) değerlerinde de kayda değer bir değişim gözlenmemiştir.



Şekil 4.14: Karışık boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitinin dinamik mekanik özellikleri

4.3.4. Termal kararlılık özellikleri

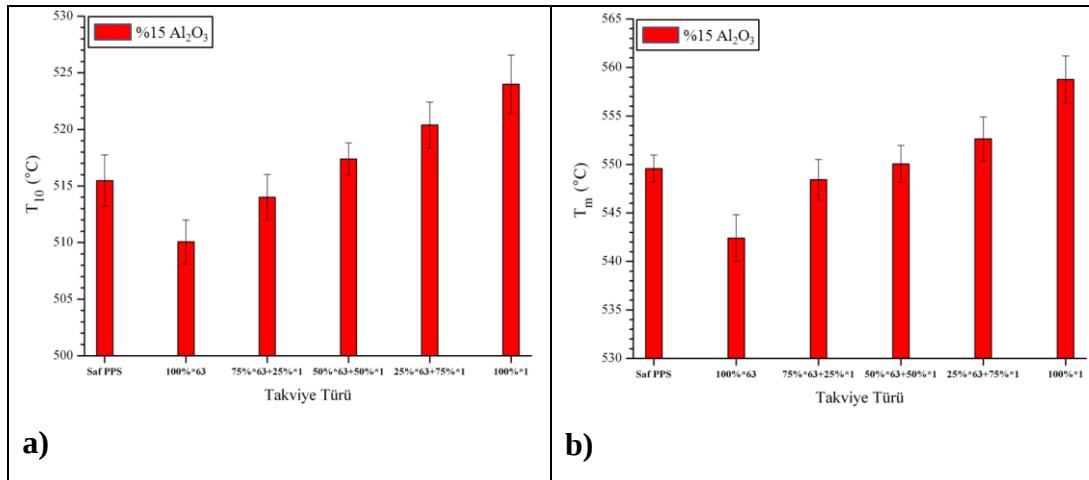
Tek boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin termal kararlılık sonuçları Şekil 4.15'te gösterilmiştir. 1 mikronluk alumina takviyesinin %15-20'lere kadar artması ile PPS kompozitinin bozunma sıcaklığı değerlerinde artış olduğu gözlemlenmiştir. Bu oranlardan sonra alumina miktarının daha artması ile bozunma sıcaklığı değerleri düşmeye başlamıştır ancak saf PPS polimerine kıyasla bozunma sıcaklığı hala daha yukarıdadır.



Şekil 4.15: Tek boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitinin termal kararlılıkları

63 mikronluk alumina takviyesinde ise %10'lara kadar bozunma sıcaklığı değerlerinde kayda değer bir değişim görülmemektedir. Ancak %10 takviye oranından sonra alumina miktarının artması ile bozunma sıcaklığı değerleri hızla düşmeye başlamıştır. Parçalanma sıcaklığı değerleri incelendiğinde benzer sonuçlarla karşılaşılmıştır. 1 mikronluk aluminaların %15 oranına kadarki takviyelerinde parçalanma sıcaklığı değerleri artış göstermiştir. Bu orandan sonra alumina miktarının artması ile birlikte parçalanma sıcaklığı değerlerinde düşüş başlamıştır. Bunun yanında 63 mikronluk alumina partikülleri için de %10'a kadar ki takviyesinde parçalanma sıcaklığı değerlerinde pek bir değişiklik gözlenmemiştir. Ancak bu orandan sonra alumina miktarının artması ile birlikte parçalanma sıcaklığı değerleri hızla düşmeye başlamıştır.

TGA sonuçlarına genel bir bakış yapıldığında, küçük boyutlu partiküllerin PPS polimerinin termal kararlılığı üzerine olumlu etki ettiği ancak büyük boyutlu partiküllerin olumsuz etki ettiği rapor edilmiştir. Buradan partikül boyutunun küçülmesi ile termal kararlılığın artabileceği şeklinde bir sonuç çıkarılabilir. Burada küçük boyutlu partiküllerin PPS'nin termal kararlılığına olan olumlu yöndeki etkisi PPS'nin segmental hareketliliğini kısıtlayan alumina ile PPS arasındaki etkileşim ile bağdaştırılabilir. Bu hareket kısıtlaması küçük boyutlu partiküllerin takviyesinde daha etkin rol aldığı için PPS polimerinin termal kararlılığı artmıştır. Küçük boyutlu partiküllerin belirli bir takviye oranını (%15) aşması ile topaklaşma eğilimi gösteren alumina PPS'nin termal kararlılığına olumsuz yönde etki etmeye başlamıştır. Alumina boyutunun ve miktarının artması ile alumina ve PPS arasındaki etkileşim kademeli olarak zayıflamaya başlamıştır ki bu da kompozit yapı içinde serbest PPS zincirleri meydana getirmektedir. Termal parçalanma hem sınırlandırılmış hem de serbest bölgelerde meydana gelmektedir [117]. Serbest PPS zincirlerinin bu olaya katkısı daha etkindir çünkü onlar ısıya daha fazla maruz kalırlar, böylece parçalanma sıcaklığı daha düşük değerlere kaymaktadır. Karışık boyutlu alumina takviyesi ile PPS polimerinin bozunma ve parçalanma sıcaklıkları Şekil 4.16'da gösterildiği gibi benzer şekilde etkilenmiştir. %100*63 mikronluk takviye türünde olumsuz yönde etkilenen termal kararlılık özellikleri, PPS polimerine takviye edilen alumina karışımındaki 1 mikronluk alumina partiküllerinin bağıl oranlarının artması ile olumlu yönde gelişmeye başlamıştır. Bu sonuç yukarıda açıklandığı gibi benzer segmental hareket kısıtlaması ve serbest zincirler ile açıklanabilir.



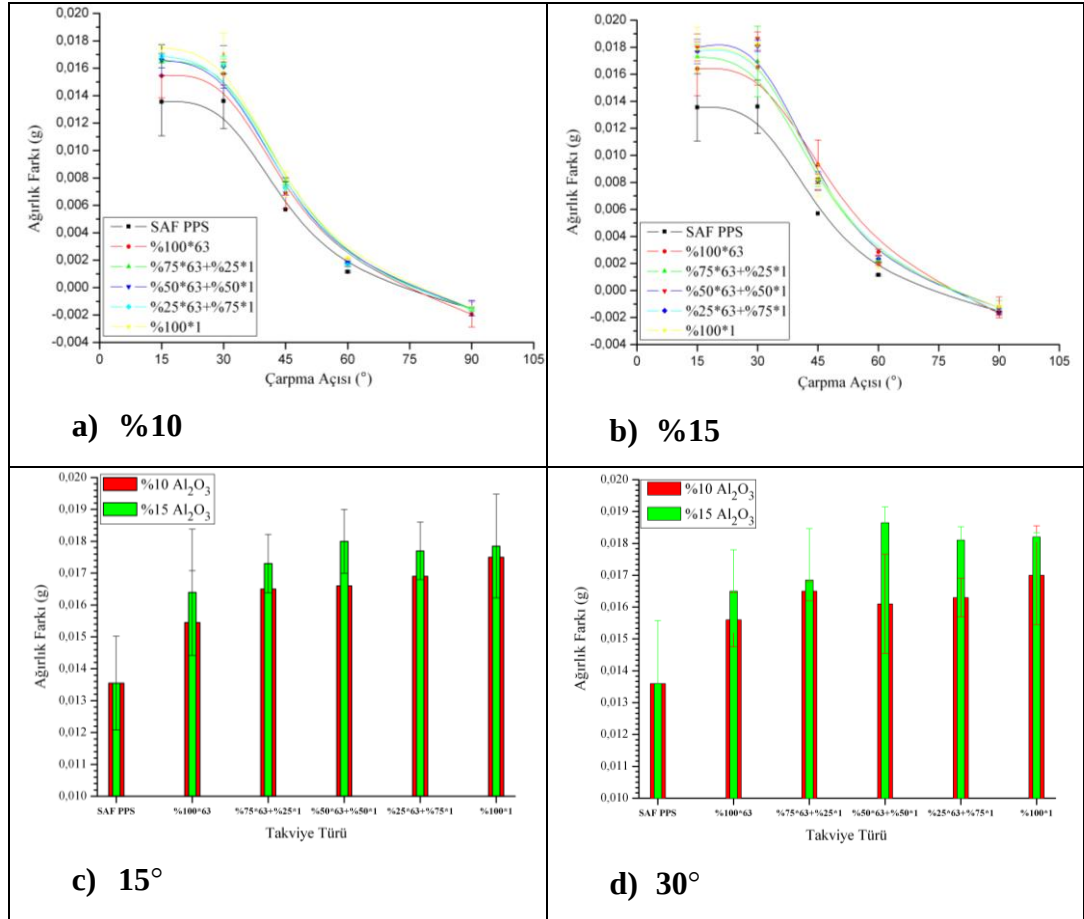
Şekil 4.16: Karışık boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin termal kararlılıkları

4.3.5. Tribolojik özellikler

4.3.5.1. Katı partikül erozyonu aşınma özellikleri

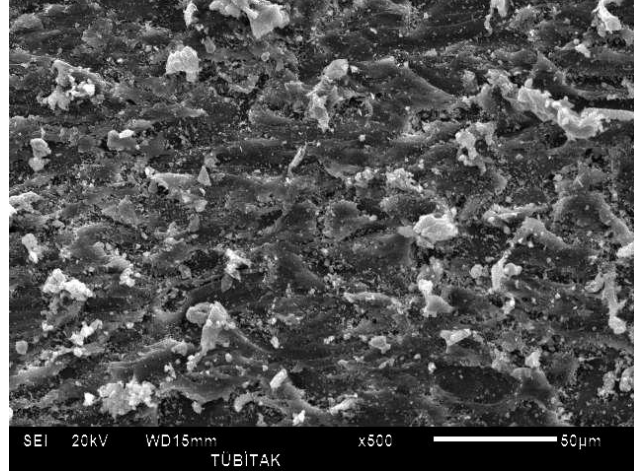
%10 ve %15 oranında tek boyutlu ve karışık boyutlu alumina partikülleri ile takviyeli PPS kompozitlerinin farklı açılarda yapılan erozif aşınma testleri sonucunda meydana gelen malzeme ağırlık kayıpları Şekil 4.17’de verilmiştir. Çarpma açısının erozif aşınma davranışına etkisi Şekil 4.17-a,b’de %10 ve %15 alumina takviye oranları için sırasıyla verilmiştir. Grafiklerdeki eğrilere bakıldığında tüm malzeme türlerinde katı partikül erozyonu etkisiyle en fazla ağırlık kaybı yaklaşık aynı oranlarda olmak ile beraber 15° ve 30° çarpma açılarında meydana geldiği için tüm malzemelerin sünek davranış gösterdiği söylenebilir. Bu durum literatürdeki çalışmalarca da desteklenmektedir [46,118]. Daha yüksek açılarda ise ağırlık kaybı değerleri düşüşe geçmiştir; ancak 90°’lik dik açıyla yapılan kumlamada ise ağırlık kaybı yerine artışı görülmüştür. Ağırlık artışı sünek yapıdaki malzemeye saplanan (inkübasyon) aşındırıcı alumina partiküllerinin ağırlıkça katkısı sonucu oluşmaktadır. Saf PPS ile alumina takviyeli PPS kompozitlerini erozif aşınma davranışı açısından karşılaştırsak, alumina takviyesinin erozif aşınma davranışına olumsuz yönde etki ettiği açıktır. Küçük boyutlu alumina takviyesi büyük boyutlu alumina takviyesine nazaran daha da olumsuz etkide bulunmuştur. Karışık boyutlu alumina takviyesinin de tek tip küçük veya büyük boyutlu alumina takviyelerine göre arada bir değerde etkisi söz konusudur. Alumina miktarının da %10’dan %15’e çıkması ağırlık kaybını daha da arttırmıştır. Erozif aşınmaya maruz bırakılan Al_2O_3 /PPS kompozitlerinin aşınma karakteristiklerini belirlemek için aşınmanın en fazla görüldüğü 15°’lik çarpma açısıyla aşınan yüzeylerin TEM ile çekilen fotoğrafları Şekil 4.18’de verilmiştir. Şekil 4.18-a’da görülen saf PPS’nin aşınan yüzeyine bakıldığında katı partiküllerin malzeme yüzeyine çarpması esnasında yüzeyden kesilerek veya sabanlama şeklinde parçacık kopmaları tespit edilmiştir. Bu nedenle malzemenin sünek davranış gösterdiği gayet açıktır. Alumina takviyesinin erozif aşınmaya olumsuz yöndeki etkisi göz önüne alındığında, büyük partiküllerin küçük partiküllere nazaran daha az olumsuz etkisi olduğu daha önce ağırlık kaybı grafiklerinde vurgulanmıştı.

Aşınan malzeme yüzeyleri incelendiğinde küçük alumina partiküllerinin takviyesinde aşındırıcı alumina partikülleri saf PPS yüzeyine çarptıktan sonra yüzeyden ayrılırken beraberinde aşındırdığı polimer malzeme ile birlikte küçük boyuttaki ancak polimere kıyasla çok daha yoğun olan takviye alumina partiküllerini de malzeme yüzeyinden uzaklaştırdığından aşınma sonucu daha fazla ağırlık kaybının olduğu gözlenmektedir.

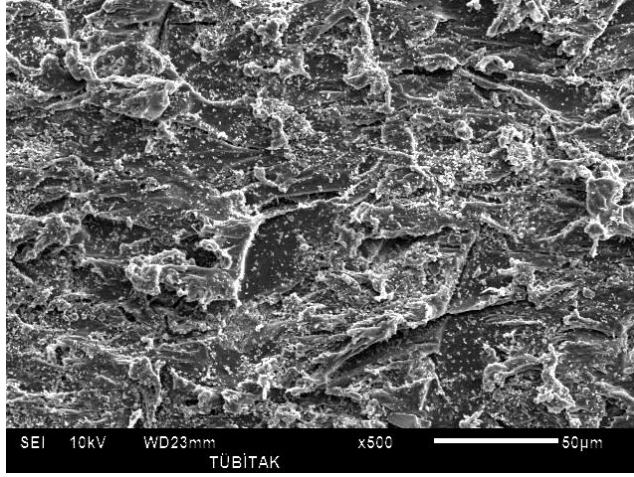


Şekil 4.17: Al_2O_3 /PPS kompozitlerinin katı partikül eroziv aşınma özellikleri

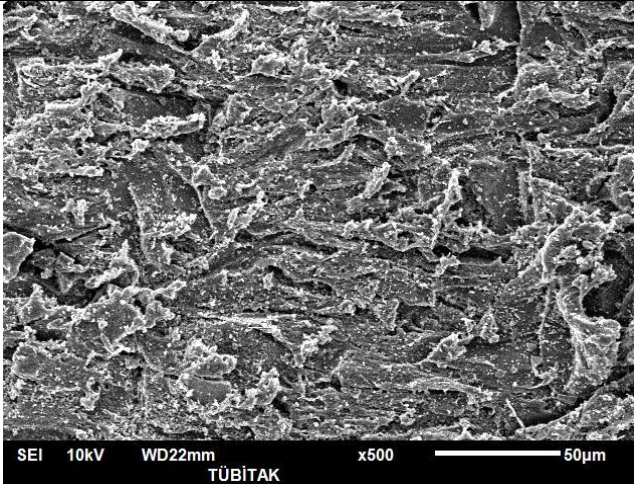
Takviye edilen büyük alumina partiküllerinin aşındırıcı partiküllere karşı daha dirençli olduğu söylenebilir. Özellikle aşındırma esnasında takviye edilen alumina partikülleri ($\approx 63 \mu m$) ile aşındırıcı alumina partiküllerinin ($\approx 120 \mu m$) çarpışması sonucu takviye edilen alumina partikülleri önce parçalanmaya direndiği için parçalandıktan sonra aşınmaya olan olumsuz yönde etki küçük partiküllerinkine nazaran daha hafiftir. Takviye edilen büyük boyuttaki alumina partiküllerinin aşındırıcı alumina partikülleri ile çarpışması esnasında parçalanmış büyük boyutlu alumina partiküllerine örnek olarak Şekil 4.19'daki fotoğraf gösterilebilir.



a) SAF PPS

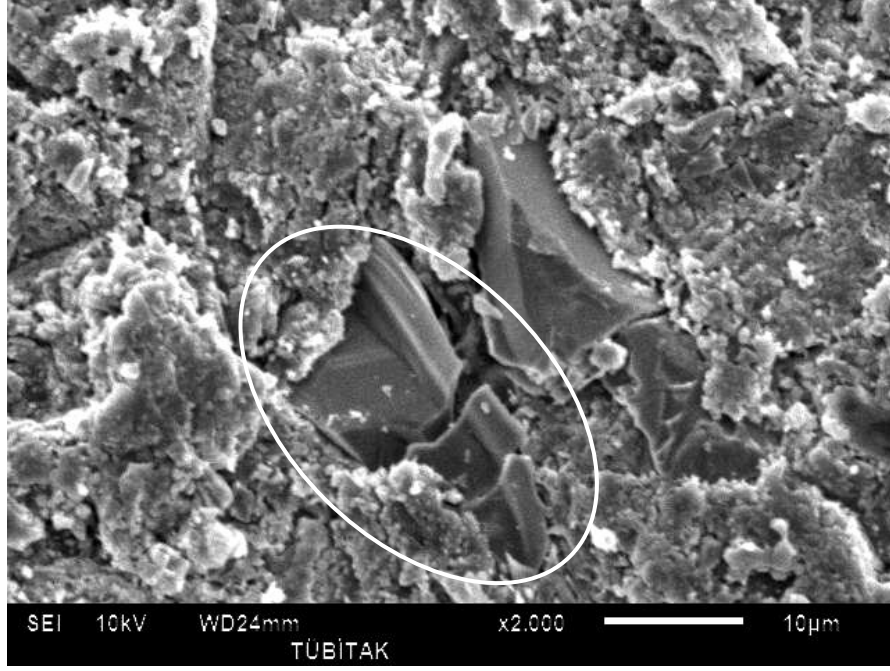


b) %100*63µm



c) %100*1µm

Şekil 4.18: Ağırlıkça %15 Al_2O_3 takviyeli PPS kompozitlerinin erozif aşınmaya maruz kalan yüzeylerinin fotoğrafları (15°)

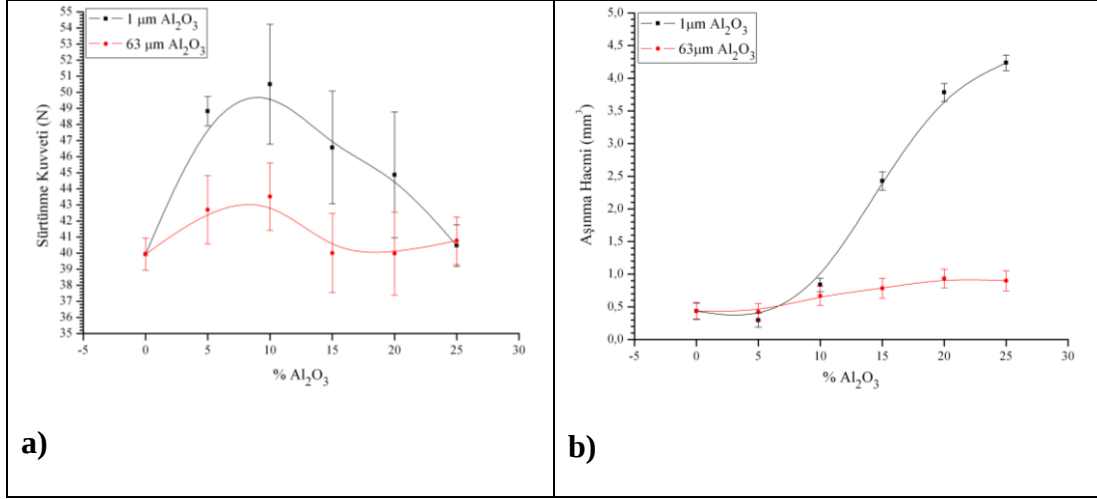


Şekil 4.19: 63µm’lik takviye alumina partikülünün kumlamaya karşı direnci sonrası parçalanmış hali

4.3.5.2. Adeziv aşınma özellikleri

Tek boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin adeziv aşınma sonuçlarından sürtünme kuvveti ve aşınma hacmi değerlerinin alumina miktarına bağlı olarak değişimini gösteren grafikleri Şekil 4.20’de verilmiştir. Şekil 4.20-a’daki sürtünme kuvveti grafiği incelendiğinde 1 mikronluk alumina partikülleri ile takviye edilen PPS kompozitlerinin sürtünme kuvveti değerleri 63 mikronluk alumina partikülleri ile takviye edilen PPS kompozitlerinkinden daha yüksek çıkmıştır. Her iki boyuttaki alumina takviyesi için sürtünme kuvveti değerleri %10 takviye oranına kadar artış gösterirken; bu artış 1 mikronluk alumina partiküllerinin takviyesinde daha etkilidir. Yaklaşık %25 oranında sürtünme kuvveti artışı sağlayan 1 mikronluk alumina partiküllerinin takviye oranının %10’u aşması ile PPS kompozitlerinin adeziv aşınmaya karşı sürtünme kuvveti değerleri hızla düşüşe geçmiştir. Benzer düşüş eğilimi 63 mikronluk alumina partiküllerinin %10’un üzerindeki takviye oranlarında kendini göstermiştir ancak buradaki düşüş çok daha az etkilidir. Şekil 4.20-b’de verilen aşınma hacmi grafiğine bakıldığında 1 mikronluk alumina takviyesinde artan alumina miktarına bağlı olarak adeziv aşınma miktarının arttığını

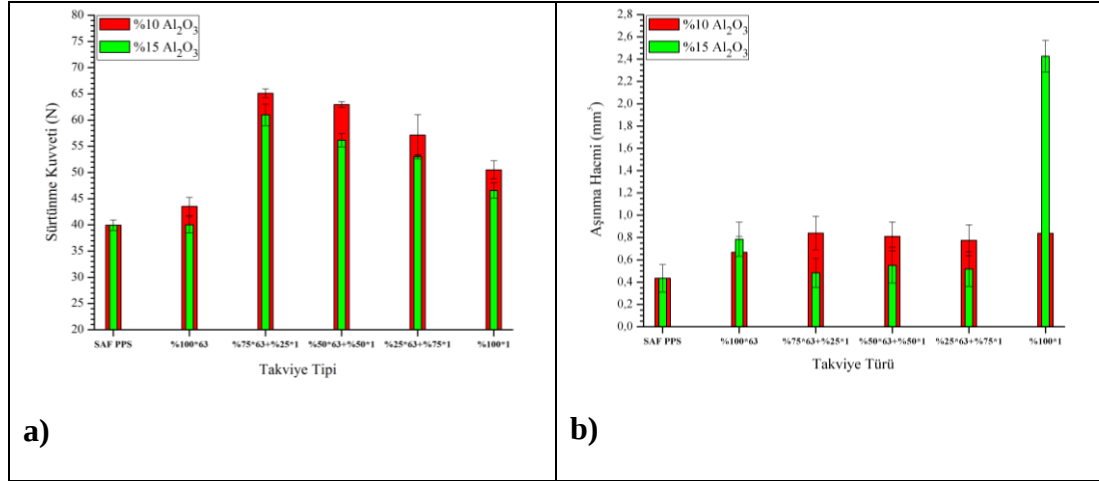
söyleyebiliriz. Bu artış 1 mikronluk alumina takviyesi için %10 takviye oranından sonra hız kazanmıştır. 63 mikronluk alumina takviyesinde artan alumina miktarına bağlı olarak adeziv aşınma miktarında kayda değer bir değişim gözlenmemiştir.



Şekil 4.20: Tek boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitinin adeziv aşınma özellikleri

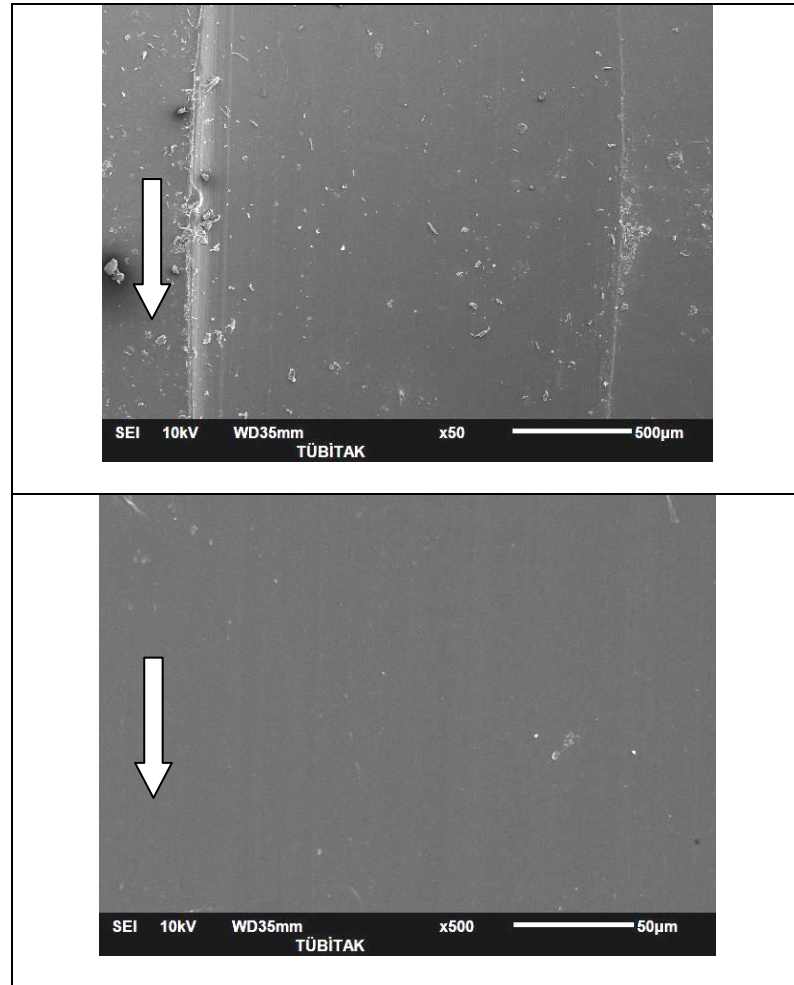
Karışık boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin adeziv aşınma özellikleri Şekil 4.21'de verilmiştir. Şekil 4.21-a'daki sürtünme kuvveti değerlerine bakıldığında tek boyutlu alumina takviyesine nazaran karışık boyutlu alumina takviyesi ile daha yüksek sürtünme kuvveti değerleri elde edilmiştir. Özellikle %75*63+%25*1 mikronluk takviye tipinde maksimum paketlenme oranına bağlı olarak en yüksek sürtünme katsayısı değeri ortaya çıkmıştır. Şekil 4.21-b'deki aşınma hacmi grafiği incelendiğinde özellikle yüksek takviye oranlarındaki karışık boyutlu alumina takviyesi ile tek boyutlu alumina takviyesine nazaran aşınma miktarını azaltan bir etki söz konusudur.

Özellikle %15 oranındaki alumina takviyesi için bakılırsa; %100*1 mikronluk alumina takviyesinde çok yüksek aşınma miktarı elde edilmişken bu kompozite %25 oranında 63 mikronluk alumina ilave edildiğinde (%25*63+%75*1) neredeyse saf PPS'ninki kadar düşük bir aşınma miktarı elde edilmiştir. %10 alumina takviyeli PPS kompozitlerinin aşınma miktarları için karışık boyutlu alumina takviyesinde tek boyutlu alumina takviyesine nazaran kayda değer değişimler görülmemiştir.



Şekil 4.21: Karışık boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitinin adeziv aşınma özellikleri

Adeziv aşınma testleri sonrası aşınan malzeme yüzeylerinin incelenmek üzere TEM fotoğrafları çekilmiştir. Saf PPS'nin aşınma sonrası çekilen fotoğrafları Şekil 4.22'de verilmiştir.



Şekil 4.22: Saf PPS'nin adeziv aşınma sonrası çekilen TEM fotoğrafları (x50 ve x500)

Şekildeki x50 ve x500 büyütme fotoğraflara bakıldığında saf PPS'nin çok düşük sürtünme katsayısı değeri ile aşındırıcı diskin üzerinde oluşturduğu transfer film tabakası sayesinde rahatça kaymasına olanak sağladığı ve çok az aşınmaya maruz kaldığı açıktır.

Tek boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin adeziv aşınma sonrası TEM'de çekilen x50 büyütme fotoğrafları Şekil 4.23'te verilmiştir. Deneysel sonuçlar ile ilgili yapılan yorumları destekleyen sonuçlar morfolojik incelemelerde de görülmektedir. 63 mikronluk aluminaların artan takviye oranları için PPS kompozitlerinin aşınan yüzeyleri incelendiğinde saf PPS'nin aşınan yüzeyine kıyasla çok az değişim olduğu görülmektedir. Ancak 1 mikronluk aluminaların takviye oranının artması ile saf PPS'ye kıyasla çok belirgin şekilde aşınmanın arttığı görülmektedir.

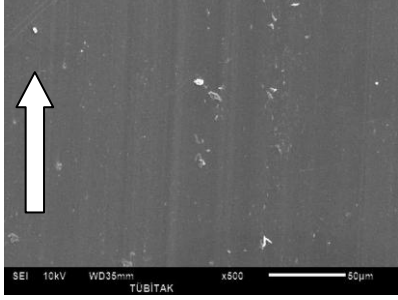
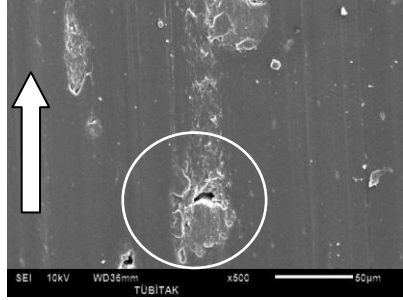
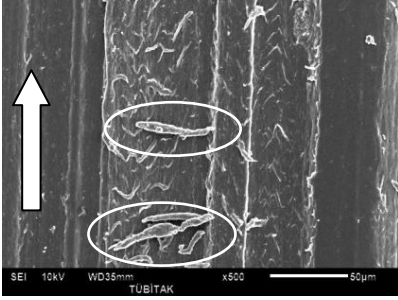
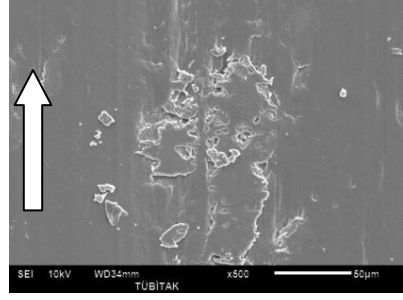
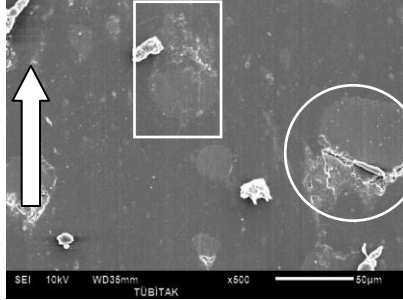
Genel bir bakış olması açısından çekilen x50 büyütme fotoğraflardan elde edilen yorumları daha da detaylandırmak ve aşınma karakteristiklerini belirginleştirmek amacıyla x500 büyütmede çekilen aşınma fotoğrafları Şekil 4.24'te gösterilmiştir. Aşındırıcı diskin malzeme yüzeyinde hareket etmesi sonucu polimer malzeme yavaşça aşınmaya zorlanırken 63 mikronluk alumina partikülleri ile temasa geçen karşı disk aluminayı aşındırmayıp malzemenin içine doğru batmaya zorlamaktadır.

Batmaya zorlanan alumina partikülleri malzemeye battıktan sonra üzeri de polimer ile kaplanır; bu duruma örnek olarak Şekil 4.24'teki dikdörtgen çerçevenin içindeki partikül üzeri polimer ile kaplanmış şekilde görülmektedir. Malzeme içine doğru batmaya zorlanan 63 mikronluk alumina partikülleri ayrıca aşınma yönünde de ilerlemeye zorlanması sonucunda Şekil 4.24'teki beyaz daire içinde görüldüğü gibi malzeme içinde yırtılmalar meydana geldiği açıktır. Bu sebeplerden ötürü 63 mikronluk alumina ile takviye edilen PPS kompozitlerinde kayda değer bir aşınma olmadığı söylenebilir.

1µm	63µm	Oran
		%5
		%15
		%25

Şekil 4.23: Tek boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin adeziv aşınma sonrası çekilen TEM fotoğrafları (x50)

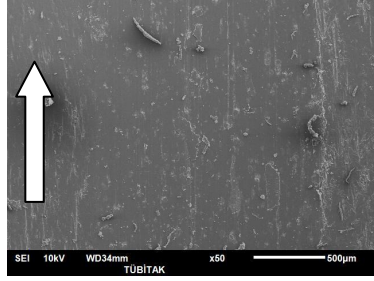
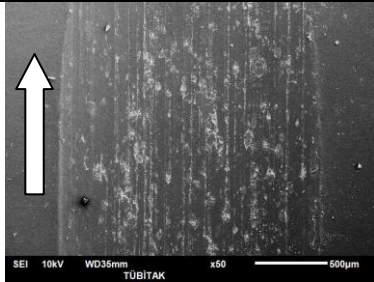
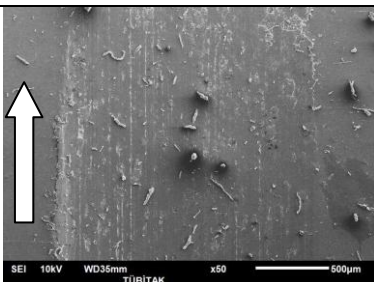
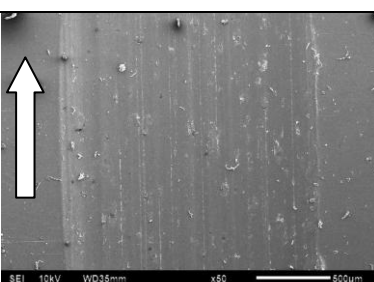
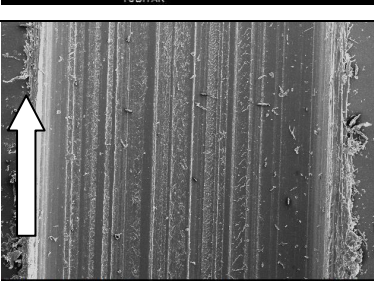
1 mikronluk alumina takviyeli PPS kompozitlerinin aşınan yüzeylerinin x500 büyütme fotoğrafları incelendiğinde; aşınma nedenleri daha açık bir şekilde ortaya çıkmıştır. Aşındırıcı diskin malzeme yüzeyinde kayması esnasında 1 mikronluk alumina takviyeli PPS kompozitlerinde malzemenin daha kolay deforme olduğu ve deforme olan malzemenin yüzeyden kolay bir şekilde atıldığı görülmektedir. Bu duruma örnek olarak Şekil 4.24'te elips şeklindeki çerçevelerin içindeki kolayca deforme olup kopan malzeme parçaları verilebilir.

1 μm	63 μm	Oran
		%5
		%15
		%25

Şekil 4.24: Tek boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin adeziv aşınma sonrası çekilen TEM fotoğrafları (x500)

%10 takviye oranı için takviye tipi olarak tek boyutlu veya karışık boyutlu alumina takviyelerinde aşınma testleri sonucu sürtünme katsayısı değerlerinde önemli değişimler meydana gelmiş olmasına karşın aşınma miktarında kayda değer değişimlerin olmadığı daha önce vurgulanmıştı. Ancak %15 takviye oranı için durum biraz farklıdır. Karışık boyutlu alumina takviyesi ile aşınma miktarlarında önemli ölçüde iyileşmeler sağlandığı daha önceki paragraflarda belirtilmişti. Bu sonuçlar doğrultusunda özellikle %15'lik takviye oranında karışık boyutlu alumina takviyesinin aşınma yönünden sağlamış olduğu iyileşmeyi pekiştirmek amacıyla aşınan malzeme yüzeylerinin fotoğrafları çekilip Şekil 4.25'te verilmiştir. Şekilden

de görüleceği üzere %15'lik takviye oranı için; %100*1 mikronluk alumina partiküllerinden oluşan takviye tipinde aşırı derecede aşınmaya maruz kalan PPS

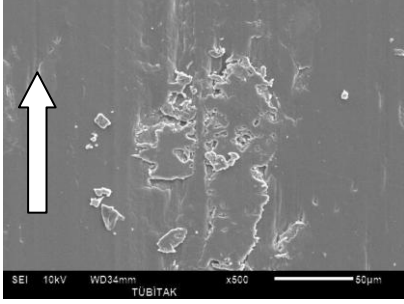
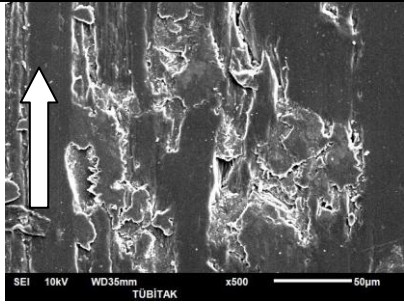
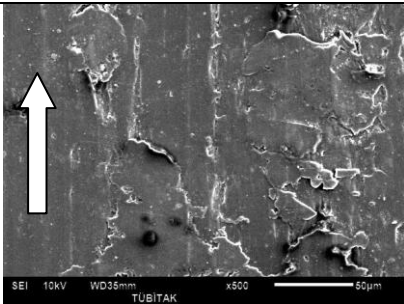
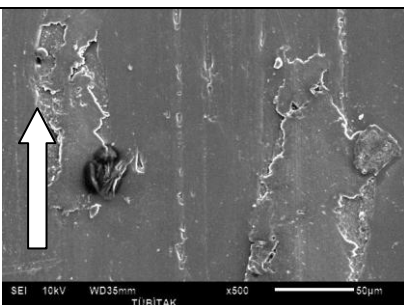
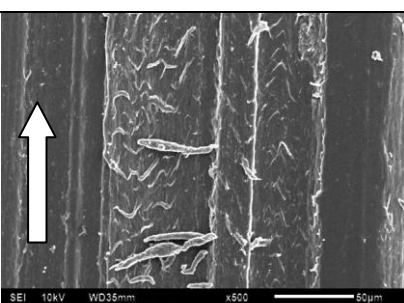
Takviye Tipi (%15)	x50
%100*63	
%75*63+%25*1	
%50*63+%50*1	
%25*63+%75*1	
%100*1	

Şekil 4.25: Karışık boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin adeziv aşınma sonrası çekilen TEM fotoğrafları (x50)

kompozitlerinin bir miktar (%25) 63 mikronluk alumina partikülleri ile takviye edilmesi sonucu oluşan takviye tipinde (%25*63+%75*1) aşınma çizgilerinin azaldığı açıktır. İlave edilecek olursa; karışık boyutlu alumina takviyesi ile daha temiz ve düzgün aşınma yüzeyleri elde edilmiştir.

Karışık boyutlu alumina takviyesinin adeziv aşınma özellikleri üzerine etkisi hakkında daha detaylı bilgi sahibi olabilmek için aşınan PPS kompozitleri yüzeylerinin x500 büyütmede çekilen fotoğrafları Şekil 4.26'da verilmiştir. 63 mikronluk alumina takviyesinde; aşınma olayının çok etkin olmadığını, özellikle malzeme üzerinde kayan karşı diskin büyük alumina partiküllerini hem malzemenin içine doğru hem de yüzeye paralel şekilde ilerletmeye zorlamış olduğu yukarıdaki paragraflarda açıklanmıştı. Bunun yanında ayrıca; 1 mikronluk küçük partiküllerin PPS polimeri içinde homojen olarak dağılması ile polimer bağ yapısının zayıflaması sonucu kolay deformasyon ve artan aşınma eğilimi söz konusu olduğu da daha önce açıklanmıştı.

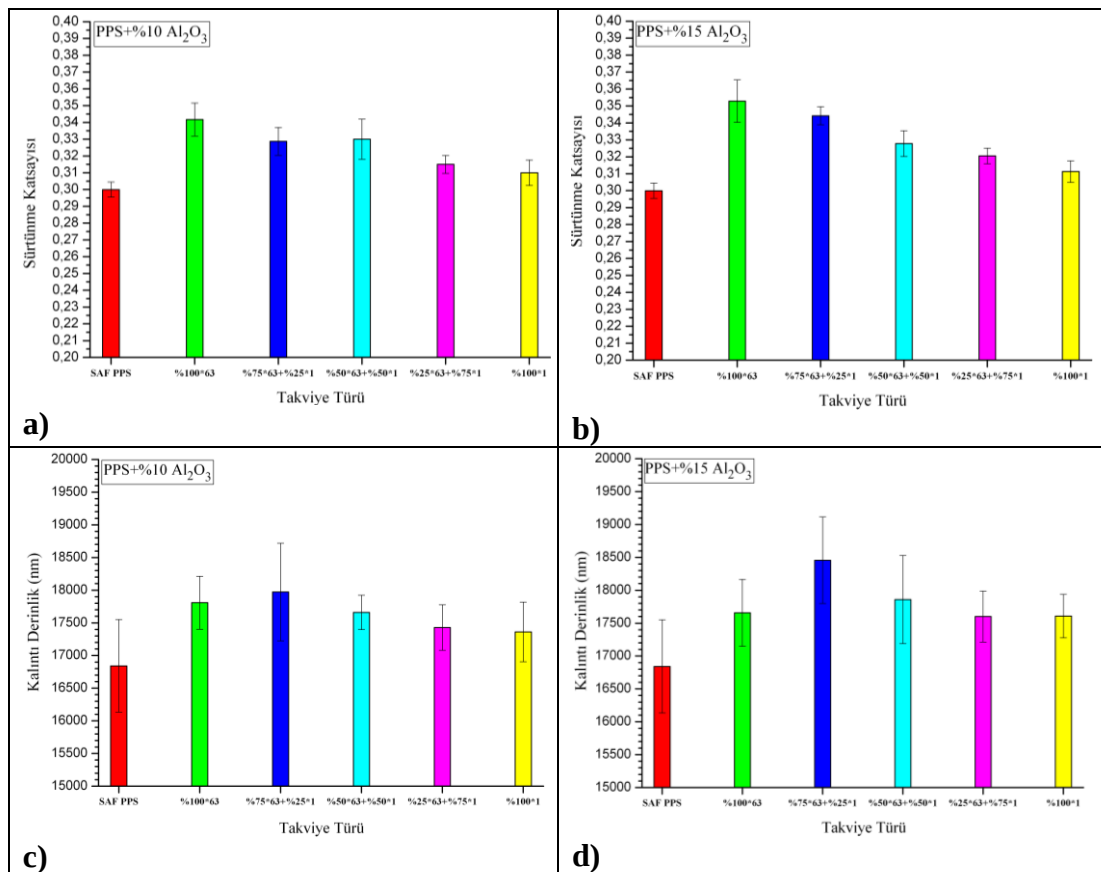
Tek boyutlu partiküllerden ziyade karışık boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitleri için ayrıntılı inceleme yapıldığında; küçük partiküllerin aşınma açısından olumsuz etkisinin az miktardaki (%25) büyük partikül ilavesi ile önemli ölçüde giderilebildiği Şekil 4.26'da açıkça görülmektedir.

Takviye Tipi (%15)	x500
%100*63	
%75*63+%25*1	
%50*63+%50*1	
%25*63+%75*1	
%100*1	

Şekil 4.26: Karışık boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin adeziv aşınma sonrası çekilen TEM fotoğrafları (x500)

4.3.5.3. Yüzey çizilme (Scratch) özellikleri

Tek ve karışık boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin yüzey çizilme özellikleri Şekil 4.27’de gösterilmiştir. Şekil 4.27-a ve c’de %10 oranındaki takviye tipleri için sırası ile sürtünme katsayısı ve kalıntı derinlik grafikleri verilmiştir. Şekil 4.27-b ve d’de ise %15 oranındaki takviye tipleri için aynı özelliklerin grafikleri sırası ile verilmiştir. Tek boyutlu alumina takviyesi ile yüzey çizilmesine karşı sürtünme katsayısı değerlerinin arttığı görülmektedir. Büyük boyutlu partiküllerin takviyesinde bu artış daha etkili olmuştur. Karışık partikül takviye tiplerinde büyük partiküllerden ziyade küçük partiküller oranının artması ile doğru orantılı olarak lineer bir düşüş olduğu tespit edilmiştir.



Şekil 4.27: Karışık boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin yüzey çizilme özellikleri

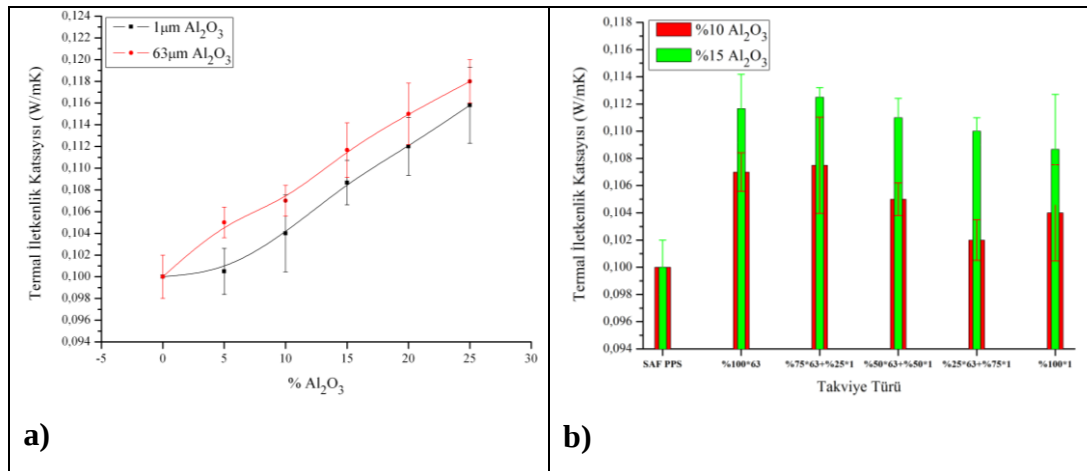
Öte yandan yüzey çizici ucun malzeme içine battıktan sonra ilerlemesi ile birlikte malzemenin plastik deformasyonu hariç kısmen elastik olarak geri dönmesi sonucu meydana gelen kalıntı gerilme değerlerine bakıldığında maksimum paketlenme oranına bağlı olan bir değişim olduğu tespit edilmiştir. Maksimum paketlenme

oranının elde edildiği %75*63µm+%25*1µm takviye tipinde en yüksek kalıntı derinlik elde edilmiştir. Maksimum paketlemenin fiziksel olarak ilaveten meydana getirdiği homojen kuvvet dağılımı sayesinde daha esnek bir hal alan yapı çizilme sonucu kısmen plastik deformasyona uğradıktan sonra elastik olarak geri gelmiştir.

4.3.6. Termal iletkenlik özellikleri

Alumina takviyeli PPS kompozitlerinin termal iletkenlik özelliklerindeki değişimler Şekil 4.28’de gösterilmiştir. Şekil 4.28-a’da verilen tek boyutlu alumina partikülleri ile takviye edilmiş PPS kompozitlerinin termal iletkenlik katsayısı üzerine etkisi incelendiğinde, artan alumina miktarı ile PPS kompozitinin termal iletkenlik katsayısının arttığı görülmektedir. Bunun yanında; büyük boyutlu partiküllerin termal iletkenlik katsayısına katkısının küçük boyutlu partiküllere nazaran daha etkin olduğu söylenebilir.

Karışık boyutlu alumina takviyesinin PPS kompozitlerinin termal iletkenlik katsayısı üzerine etkisi Şekil 4.28-b’de verilmiştir. Şekilden de görüleceği üzere karışık boyutlu alumina takviyesi PPS kompozitinin termal iletkenlik katsayısı üzerine beklenenden farklı bir etki göstermemiştir.



Şekil 4.28: Al₂O₃/PPS kompozitlerinin termal iletkenlik özellikleri

63 mikronluğa göre %75*63+%25*1 mikronluk alumina karışımından oluşan takviye tipinde termal iletkenlik katsayısında ufak da olsa bir artış görülmektedir; ancak bu artışın kayda değer bir artış olduğu söylenemez. Alumina karışımlarının

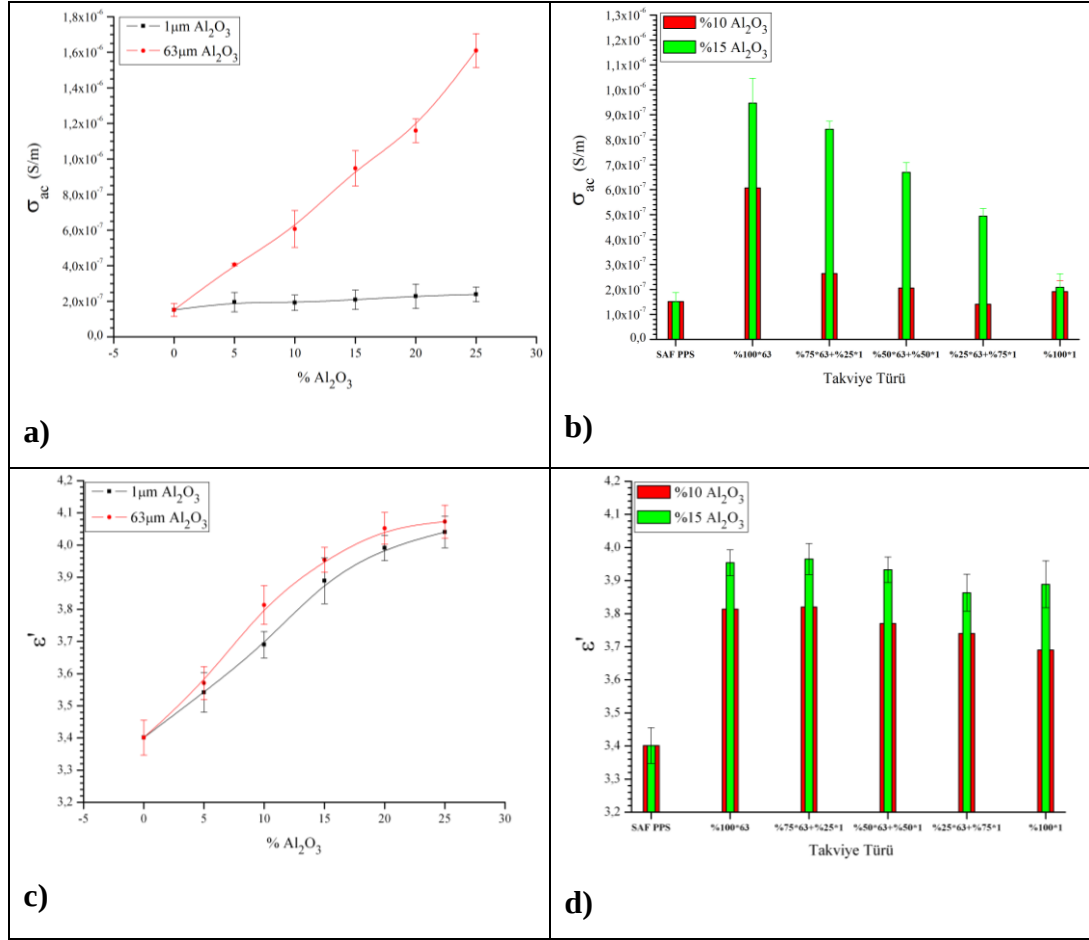
takviyesi ile 63 mikrondan 1 mikronluğa geçişte termal iletkenlik katsayısı değerlerinde düşüş olduğu açıktır. Bu da göstermektedir ki karışık boyutlu partikül takviyeli kompozitlerde termal iletkenlik katsayısına olumlu yönde katkı sağlayan iri partiküllerin etkisi küçük partiküllerin olumsuz etkisi ile zayıflatılmıştır.

4.3.7. Dielektrik özellikler

PPS kompozitlerinin alumina partikülü boyutuna, miktarına ve takviye türüne göre elektriksel iletkenlik özelliklerindeki değişimler Şekil 4.29'da verilmiştir. Şekil 4.29-a'da açıkça görülmektedir ki PPS kompozitlerinin elektrik iletkenliklerinde büyük alumina partikülleri ile küçük alumina partiküllerine nazaran çok daha etkili sonuçlar alınmıştır. 1 mikronluk alumina partikülleri ile neredeyse hiç değişim gözlenmezken 63 mikronluk alumina partiküllerinin artan takviye oranları ile PPS kompozitlerinin elektriksel iletkenliklerinde hızla artış meydana gelmiştir. Şekil 4.29-b'de ise karışık boyutlu alumina partikülleri ile takviye edilen PPS kompozitlerinin elektriksel iletkenlik özellikleri verilmiştir. Bu durumda da termal iletkenlik özelliklerine benzer şekilde büyük alumina partiküllerinin elektriksel iletkenliğe olumlu katkıları küçük alumina partiküllerinin olumsuz etkileri ile zayıflatılmıştır.

Şekil 4.29-c ve d'de dielektrik sabiti grafiklerine göre artan tek boyutlu alumina miktarı ile PPS kompozitlerinin dielektrik sabiti değerlerinin sürekli arttığı tespit edilmiştir. Bunun yanında her takviye oranı için çok az farkla da olsa büyük boyutlu partiküller ile PPS kompozitlerinin dielektrik sabiti değerleri daha yüksek çıkmıştır.

Karışık boyutlu alumina partiküllerinin PPS kompoziti dielektrik sabiti değerleri üzerine etkisi elektriksel iletkenliğe benzer şekilde çıkmıştır. Şekil 4.29-d'de görüldüğü gibi karışık takviye tiplerinde büyük partiküllerin dielektrik sabitini arttırıcı etkisi küçük partiküllerin bağıl oranının artması ile düşmüştür. Ancak yine de saf PPS'nin çok üstünde dielektrik sabiti değerleri elde edildiği açıktır.



Şekil 4.29: Al_2O_3 /PPS kompozitlerinin elektriksel iletkenlik özellikleri

4.3.8. Al_2O_3 takviyeli PPS kompozitlerinin incelenen özelliklerinin genel sonuç tablosu

Tek ve karışık boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin malzeme özelliği olarak; erime entalpisi, erime sıcaklığı, barkol sertliği, çekme gerilmesi, çekme modülü, depolama modülü, kayıp modül, kayıp faktörü, camsı geçiş sıcaklığı, termal kararlılık, erozif aşınma oranı, sürtünme kuvveti, adeziv aşınma oranı, termal ve elektriksel iletkenlik sonuçları Tablo 4.3'te özetlenmiştir.

Table 4.3: Al₂O₃/PPS kompozitlerinin özelliklerinin genel sonuç tablosu

		Tek Boyutlu Al ₂ O ₃ Takviyesi		Karışık Boyutlu Al ₂ O ₃ Takviyesi			
Malzeme Özelliği		1 µm	63 µm	1 µm'a göre		63 µm'a göre	
Erime Entalpisi				--		-	
Erime Sıcaklığı				≈		≈	
Barkol Sertliği				++		≈	
Çekme Gerilmesi				-		+	
Çekme Modülü				+		++	
Darbe Kuvveti				+		+	
Darbe Enerjisi				--		--	
Depolama Modülü				++		++	
Kayıp Modül				++		++	
Kayıp Faktörü (Tan δ)		≈		+		+	
Camsı Geçiş Sıc. (T _g)				≈		≈	
Termal Kararlılık				-		+	
Erozif Aşınma Oranı				≈		+	
Sürtünme Kuvveti				+		++	
Adeziv Aşınma Oranı			≈	---		--	
Termal İletkenlik				+		-	
Elektriksel İletkenlik		≈		+++		-	
	Sürekli artış sembolü		≈	Artan takviye oranına veya değişen takviye tipine göre kayda değer değişim olmadığını gösteren sembol			
	%X takviye oranına kadar artış, daha sonra düşüş sembolü	+	Değişen takviye tipine göre artış gösteren sembol				
		-	Değişen takviye tipine göre düşüş gösteren sembol				
	%X takviye oranına kadar düşüş, daha sonra sabit kalma sembolü	Değişen takviye tipine göre etki derecesi					
		+	Az		-	Az	
	%X takviye oranına kadar sabit kalma daha sonra %Y takviye oranına kadar düşüş ardından artan oranla sabit kalma sembolü	++	Orta		--	Orta	
		+++	Çok		---	Çok	
	%X takviye oranına kadar sabit artış daha sonra %Y takviye oranına kadar sabit kalma ardından artan oranla birlikte artış sembolü						
	%X takviye oranına kadar sabit kalma daha sonraki oranlarda sürekli artış sembolü						
	%X takviye oranına kadar sabit kalan daha sonra artan oranla düşüş sembolü						

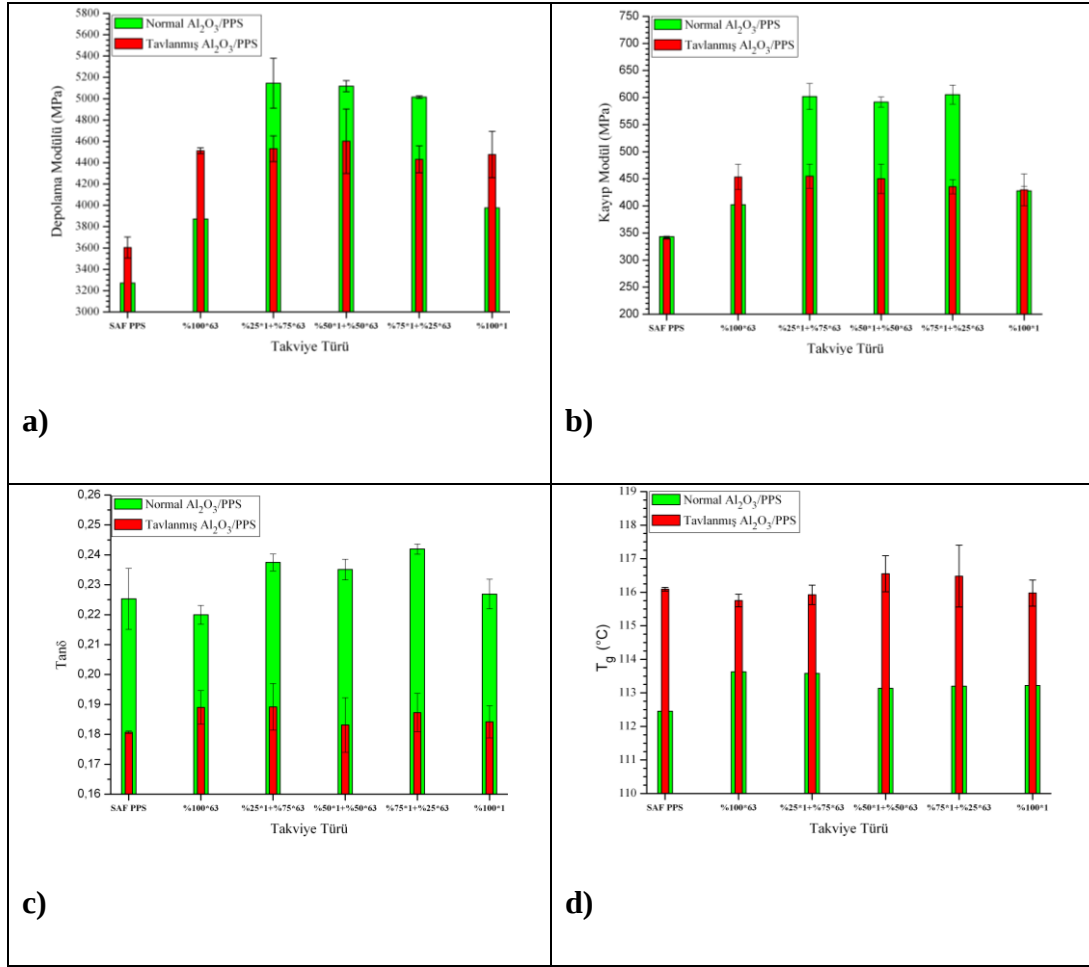
4.4. Isıl işlem uygulamasının Al_2O_3 /PPS kompozitlerinin dinamik mekanik özelliklerine etkisi

PPS polimerinin dinamik mekanik özellikleri tek boyutlu alumina takviyesi ile geliştirilmeye çalışıldığı önceki bölümlerde açıklanmıştır. Depolama modülü değerlerinin küçük ve büyük boyutlu alumina partikülleri ile yaklaşık aynı oranda iyileştirildiği söylenebilir. Bunun yanında karışık boyutlu alumina takviyesi PPS polimerinin depolama modülünü büyük ölçüde iyileştirmiştir; ancak yaklaşık aynı oranlarda diğer özelliklerin de olumsuz yönde etkilendiği açıktır. Bu olumsuz etkinin ısıt işlemler ile giderilebileceği düşüncesi ile saf PPS'nin mekanik özelliklerinde optimum iyileşme sağlayan ısıt işlem yöntemi ile tavllanmış alumina takviyeli PPS kompozitlerinin dinamik mekanik özellikleri incelenmiş ve sonuçları Şekil 4.30'da gösterilmiştir. Şekil 4.30-a'daki grafikten karışık boyutlu alumina takviyeli PPS'nin depolama modülü değerlerinde sağlanan önemli derecedeki iyileşme ısıt işlemler ile gerilemiştir. Isıt işlemler ile ister tek tip boyutlu ister karışık boyutlu alumina takviyesi söz konusu olsun tüm takviye türlerinde yaklaşık aynı depolama modülü değerleri elde edilmiştir. Tek boyutlu alumina takviyesinde depolama modülü değerlerinde ısıt işlemler ile iyileşme gözlemlenirken karışık boyutlu alumina takviyesinde ısıt işlem olumsuz yönde etki etmiştir.

Benzer sonuçlar kayıp modül değerlerinde de ortaya çıkmıştır. Tek boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin kayıp modül değerlerinde ısıt işlemler ile kayda değer bir değişim görülmezken karışık boyutlu alumina takviyesinde kayıp modül değerlerinde önemli ölçüde düşüş olduğu görülmektedir ki esasen malzeme için bu olumlu bir sonuçtur.

Diğer taraftan Tan δ değerleri incelenecek olursa; hem tek hem de karışık boyutlu alumina takviyesi ile PPS kompozitlerinin Tan δ değerlerinde düşüşler meydana gelmiştir. Burada özellikle belirtilmesi gereken nokta; karışık boyutlu alumina takviyesi ile Tan δ değerlerinde görülen arzu edilmeyen artışın ısıt işlemler ile düşüşe uğratılmasıdır. Bu iyileşmeye ilaveten ısıt işlemler ile hem tek hem de karışık

boyutlu alumina takviye türlerinde ısıl işlemler ile T_g değerlerinde 4 °C'ye varan artışlar meydana gelmiştir.



Şekil 4.30: Isıl işlem uygulamasının Al_2O_3/PPS kompozitlerinin dinamik mekanik özelliklerine etkisi

BÖLÜM 5. SONUÇLAR ve ÖNERİLER

5.1. Sonuçlar

1. Saf haldeki PPS'nin üretim parametrelerinin mekanik özellikler açısından Taguchi metodu yardımıyla yapılan optimizasyonuna göre en etkin parametrenin “karıştırma sıcaklığı” olduğu tespit edilmiştir. Bu parametrenin optimum mekanik özellikler açısından %95 güven aralığında en etkin parametre olmasının yanında diğer parametrelerin pek etkin olmadığı belirtilmiştir. PPS'nin en iyi mekanik özellikleri için karıştırma sıcaklığı parametresinin üçüncü seviyesi olan 340 °C'nin kullanılması gerektiği ayrıca etkin olmayan parametrelerin seviyelerinin de karıştırma devri için 100 d/d, karıştırma süresi için 5 dk, kalıp sıcaklığı için 145 °C, enjeksiyon basıncı için 12 bar, ütüleme basıncı için 12 bar ve ütüleme süresi için 10 s'nin şeklinde seçilmesi gerektiği belirtilmiştir. Herhangi bir polimerin arzu edilen herhangi bir özelliğine göre üretim prosesi optimizasyonu Taguchi deney tasarımı metodu kullanılarak yapılabilir. Bu sayede arzu edilen ürün özelliklerini en çok etkileyen parametrelerin ve seviyelerinin belirlenmesi sonucu en iyi özelliklerin elde edilmesi sağlanabilir.

2. Optimize edilen PPS'nin termal, mekanik ve termomekanik özelliklerinin daha da geliştirilmesi amacıyla ısıtma işlemi uygulanmıştır. Isıtma işlemleri ile özellikle erime entalpisi değerlerinde artış olacağı dolayısıyla mekanik ve termomekanik özelliklerinde de artış sağlanacağı düşüncesi ile yapılan incelemeler sonucunda 200 °C'de yapılan 2 saatlik ısıtma işlemi ile erime entalpisi değerinde %15'lik ve depolama modülü değerinde de %7'lik bir artış tespit edilmiştir. Bunun yanında 200 °C'de yapılan 4 saatlik ısıtma işlemi ile çekme gerilmesi değerinde yaklaşık %8'lik ve çekme modülü değerinde de %3'lük bir artış olduğu ayrıca ısıtma işlemi

süresinin artması ile bu artışın devam edebileceği görülmüştür. Isıl işlem uygulamaları ile PPS'nin erime sıcaklığı değerlerinde kayda değer değişimlerin olmadığı belirtilmiştir. 200 °C'de yapılan ısıtma işlem süresinin artması ile Tan δ değerlerinin azalan eğimle düştüğü bunun yanında T_g değerlerinin yaklaşık 3-4°C arttığı tespit edilmiştir.

Polimer ürünlerin eldesinde prosesin el verdiği ölçülerde termal, mekanik ve termomekanik özelliklerin yetersiz kalması durumunda üretilen ürünlerin toplu bir şekilde ısıtma işlemlerden geçirilmesi ile bu özelliklerin geliştirilebileceği tespit edilmiştir.

3. PPS malzemesi termal, mekanik, termomekanik, tribolojik ve iletkenlik özelliklerinin geliştirilmesi amacıyla farklı oranlarda tek ve karışık boyutlu alumina partikülleri ile takviye edilmiştir. Ağırlıkça %15 oranında farklı boyutlarda yani %50'si 1 mikronluk ve diğer %50'si de 63 mikronluk alumina partikülü takviyeli PPS'nin mikro tomografi görüntüleri incelendiğinde yapı içindeki farklı boyutlu aluminaların homojen bir şekilde dağıldığı görülmüştür.

Tek boyutlu alumina takviyesi ile PPS polimerinin termal özelliklerinin özellikle erime entalpisinin hem partikül boyutuna hem de takviye oranına önemli derecede bağlı olduğu tespit edilmiştir. Ancak erime sıcaklığı değerleri farklı alumina miktarı ve boyutu ile kayda değer değişimler göstermemiştir. Küçük boyutlu partiküllerin çekirdeklenmeye katkısı büyük boyutlu partiküllere kıyasla daha fazladır. Karışık boyutlu alumina takviyesi tek boyutlu alumina takviyesinin aksine PPS kompozitinin termal özelliklerine olumsuz yönde etki etmiştir. Sonuç olarak PPS polimerinin alumina partikülleri ile takviyesinde karışık boyutlu takviyeden ziyade tek boyutlu takviyenin termal özellikler açısından daha olumlu sonuçlar verdiği tespit edilmiştir.

Artan alumina miktarına bağlı olarak PPS kompozitlerinin sertlik değerlerinin sürekli arttığı bunun yanında büyük partiküllerin sertliğe olan katkısının küçük partiküllere kıyasla daha etkin olduğu belirtilmiştir. Karışık boyutlu alumina takviyesi ile PPS kompozitlerinin sertlik değerlerinde kayda değer değişimler görülmemiştir. Sonuç

olarak Al_2O_3 /PPS kompozitleri için yüksek sertlik değerleri arzu edildiğinde tek boyutlu büyük partiküllerin veya farklı uygulama alanlarına bağlı olarak karışık boyutlu partiküllerin takviyesine başvurulabilir.

Tek boyutlu alumina partikülleri takviyesi ile PPS kompozitlerinin çekme gerilmesi değerleri düşüşe uğramıştır. Bu düşüş küçük boyutlu partiküllerin takviyesinde daha yüksek takviye oranlarında meydana gelirken büyük boyutlu partiküllerin takviyesinde daha düşük takviye oranlarında meydana gelmektedir. Tek boyutlu küçük alumina partiküllerinin artan takviye oranları için PPS kompozitinin çekme modülü değerleri sürekli artarken büyük boyutlu partiküllerin takviyesinde %10 takviye oranına kadar artış görülen çekme modülü değerlerinde bu orandan sonra düşüş meydana gelmiştir. Ağırlıkça %15 takviye oranında küçük boyutlu partiküllerin takviyesi ile büyük boyutlu partiküllerin takviyesine nazaran PPS kompozitlerinde daha yüksek çekme özellikleri sağlanmıştır. Aynı takviye oranı için farklı karışımlar yapıldığında, büyük partiküllerin çekme özellikleri açısından olumsuz etkileri küçük partiküllerin takviyesi ile giderilebilmiştir.

Tek ve karışık boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerin kırılma özellikleri incelenmiştir. Darbe sonrası elde edilen kuvvet ve enerji değerleri incelendiğinde tek boyutlu takviye tipi için, 1 mikronluk alumina takviye oranının artması ile elde edilen kuvvet değerlerinde sürekli artış olduğu tespit edilmiştir. Bunun yanında 63 mikronluk alumina takviyesinde %15'lik takviye oranına kadar kuvvet değerlerinde kayda değer değişimler görülmez iken bu orandan sonra kuvvet değerlerinin artışa geçtiği tespit edilmiştir. Tek boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin darbe sonrası enerji değerleri incelendiğinde %15 takviye oranına kadar azalan eğimle artış görülürken bu orandan sonra artan takviye miktarı ile birlikte enerji değerleri düşüş göstermiştir.

PPS'nin darbeye karşı direnç aranan uygulamaları için ağırlıkça yaklaşık %15 tek boyutlu alumina takviyesi ile %30'lara varan darbe direnci artışı sağlanabilir.

Karışık boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin kırılma özellikleri incelenmiştir. Karışık boyutlu alumina takviyesi ile darbe sonrası elde edilen kuvvet değerlerinde artışlar meydana gelmiştir. Ancak darbe sonrası elde edilen enerji değerleri ise düşüş göstermiştir. Sonuçlara bakılırsa karışık boyutlu alumina takviyesi PPS kompozitlerinin kırılma özellikleri açısından olumsuz bir şekilde gevrekleşmesine neden olmuştur. Genel bir bakış yapıldığında darbe esnasında kısa sürede hızla artan kuvvet ile düşük enerjili kırılma davranışları olduğu açıktır. Bu nedenle darbeye maruz kalan PPS ürünleri için karışık boyutlu alumina takviyesi tavsiye edilmemektedir.

Alumina takviyeli PPS kompozitlerinin termomekanik özellikleri incelendiğinde depolama ve kayıp modül değerlerinin artan tek boyutlu alumina miktarına bağlı olarak arttığı tespit edilmiştir. Bu iki parametre için partikül boyutunun kayda değer bir etkisi görülmemiştir. Eğilme modülü açısından boyutu ne olursa olsun daha yüksek modüle sahip alumina partiküllerinin takviyesi ile polimerlerin eğilme modüllerinde artış olması kaçınılmazdır. Küçük boyutlu partiküllerin takviyesinde PPS kompozitlerinin $\tan \delta$ değerlerinde önemli bir değişim gözlenmezken büyük boyutlu partiküllerin takviyesi ile %10 takviye oranına kadar $\tan \delta$ değerlerinde artış daha sonraki oranlarda düşüş olduğu belirtilmiştir. Termomekanik özelliklerden T_g değerlerinin ne alumina miktarına ne de boyutuna bağlı olmadığı tespit edilmiştir.

Karışık boyutlu alumina takviyesi ile özellikle depolama modülü değerlerinde çok önemli sonuçlar meydana gelmiştir. Ağırlıkça %15 takviye oranı için tek boyutlu alumina takviyesi ile depolama modülü değerinde yaklaşık %20'lik bir artış meydana gelirken karışık boyutlu alumina takviyesi ile yaklaşık %57'lik bir artış sağlanmıştır. Bu artış paketleme teorisine bağlı olarak açıklanmıştır. Bu önemli seviyedeki olumlu artışın yanı sıra maalesef kayıp modül değerlerinde de olumsuz yönde bir artış elde edilmiştir. Çünkü yapı içinde kayıp modül değerinin artması istenen bir sonuç değildir. Benzer olarak $\tan \delta$ değerlerinde de olumsuz artışlar görülmüştür. T_g değerlerinde ise kayda değer değişimler gözlenmemiştir.

Al_2O_3 /PPS kompozitlerinin termal kararlılık özelliklerinin TGA sonuçları incelendiğinde tek boyutlu 1 mikronluk alumina partiküllerinin %15'e kadarki takviyelerinde PPS kompozitlerinin termal kararlılık özellikleri artmıştır. Bu orandan sonra artan 1 mikronluk alumina miktarı ile birlikte termal kararlılık özellikleri düşüşe geçmiştir. Bunun yanında 63 mikronluk alumina partikülleri ile takviye edilen PPS kompozitlerinin termal kararlılık özellikleri %10 takviye oranına kadar sabit kalmış bu orandan sonra hızla düşüşe geçmiştir. Sonuç olarak hali hazırda yüksek termal kararlılığa sahip PPS'nin gelişen teknolojinin gerektirdiği yenilenme zaruriyeti açısından termal kararlılık özelliklerinin iyileştirilmesinde küçük boyutlu alumina partiküllerin tercih edilip belirli bir orana kadar (%15) takviyesi tavsiye edilmektedir.

Karışık boyutlu alumina partikülleri ile takviye edilen PPS kompozitlerinin termal kararlılık özelliklerinde çok önemli sonuçlar gözlenmezken büyük boyutlu alumina partiküllerinin termal kararlılık özellikleri üzerindeki olumsuz etkilerinin küçük boyutlu partiküllerin bağıl oranının arttırılması ile giderilebileceği sonucuna varılmıştır.

Farklı büyüklükte ve oranlarda alumina partikülleri ile takviye edilen PPS kompozitlerinin farklı açılarda yapılan katı partikül erozyonu aşınma testi sonuçları incelendiğinde tüm malzemelerin sünek davranış sergilediği gözlenmiştir. Tek boyutlu alumina miktarının artması ile erozif aşınma miktarı artmıştır. Büyük boyutlu alumina partiküllerin takviyesinde PPS kompozitleri daha az aşınmıştır. Aşınan yüzeylerin TEM analizleri sonucunda bunun sebebi olarak katı partikül erozyonunda malzeme yüzeyine gönderilen partiküllerin enerjilerini öncelikle takviye edilen büyük boyutlu alumina partiküllerini parçalamaya çalışırken harcadıkları görülmüştür. Bu nedenle katı partikül erozyonu aşınma davranışı açısından PPS kompozitlerinin büyük boyutlu partiküller ile takviye edilmesi gerektiği anlaşılmıştır. Tüm malzeme grupları için en çok aşınma miktarı 15° ve 30° 'lik çarpma açılarında meydana gelmiştir. Çarpma açısının artması ile malzeme gruplarının aşınma miktarları arasında pek fark olmadığı görülmüştür. 90° 'lik dik çarpma açısı ile yapılan katı partikül erozyonunda öncelikle takviye edilen partiküller

püskürtülen partiküller tarafından dövülür. Daha sonra parçalanarak takviye partikülleri ile birlikte ısınan polimer kompozit yapıya gönderilen partiküller gömülmeye bağlar ve ardından bu gömülen parçalarda arkasından gelen diğer katı partiküller ile parçalanmaya zorlanır. Karışık boyutlu alumina takviyesinde PPS kompozitlerinin erozif aşınma miktarları incelendiğinde küçük boyutlu aluminaların erozif aşınma davranışı açısından olumsuz etkisinin büyük boyutlu alumina partiküllerinin ilavesi ile giderilebileceği sonucuna varılmıştır.

Tribolojik açıdan yapılan incelemelerden bir diğeri de adeziv aşınma davranışı üzerinedir. Alumina takviyeli PPS kompozitlerinin adeziv aşınma davranışları incelenmiş olup sonuçları rapor edilmiştir. Tek boyutlu alumina partiküllerinin %10'a kadarki takviyelerinde PPS kompozitlerinin sürtünme kuvveti değerleri artmıştır. Bu orandan sonra alumina miktarının artması ile sürtünme kuvveti değerleri düşüşe geçmiştir. Alumina takviyeli PPS kompozitlerinin sürtünme kuvveti değerleri 63 mikronluk alumina partiküllerine nazaran 1 mikronluk alumina partikülleri ile daha yüksek seviyeleri görmüştür. Tek boyutlu alumina partikülleri ile takviye edilen PPS kompozitlerinin adeziv aşınma hacmi değerleri 63 mikronluk alumina partiküllerinin takviye oranından etkilenmemekle birlikte 1 mikronluk alumina partiküllerinin artan takviye oranına bağlı olarak sürekli arttığı görülmüştür. Yerine göre yüksek sürtünme kuvveti ve düşük adeziv aşınma oranının arandığı uygulamalar için PPS kompozitlerinin ağırlıkça %10 oranında küçük boyutlu ($\approx 1 \mu\text{m}$) alumina partikülleri ile takviye edilmesi tavsiye edilir.

Karışık boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin sürtünme kuvveti değerleri incelendiğinde tek boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin sürtünme kuvveti değerlerinden daha yüksek değerler elde edilmiştir. Özellikle %75*63+%25*1 mikronluk takviye tipinde maksimum paketleme oranına bağlı olarak en yüksek sürtünme katsayısı değeri ortaya çıkmıştır. PPS kompozitlerinin aşınma hacimleri incelendiğinde düşük takviye oranları için karışık boyutlu alumina takviyesi ile tek boyutlu alumina takviyesi arasında kayda değer değişimler meydana gelmemiştir. Ancak artan takviye oranı ile birlikte tek boyutlu partiküllerin boyut farklılığından ötürü aşınma hacmi değerleri arasında çok büyük farklar oluşmaya başlamıştır.

Yüksek takviye oranları için küçük partiküllerin yüksek aşınma hacmi değerleri büyük partiküllerin takviyesi ile önemli ölçüde azaltılmıştır. Sonuç olarak PPS kompozitleri için özellikle yüksek sürtünme kuvveti ve düşük aşınma oranı arzu edildiğinde yüksek oranda büyük partiküller ile düşük orandaki küçük partiküllerin karışımından oluşan takviye türünün tercih edilmesi gerektiği söylenebilir. Bir başka açıdan bakıldığında uygulama alanına bağlı olarak ille de yüksek oranda küçük boyutlu partiküllerin takviyesi gerekiyorsa içine katılabilecek az miktardaki büyük boyutlu partiküller ile hazırlanan karışımın PPS kompozitine takviyesi ile sürtünme kuvvetinde ve özellikle aşınma oranında önemli ölçüde iyileşme sağlanabilir.

Tek boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin termal iletkenlik katsayısı değerlerinin artan alumina miktarına bağlı olarak sürekli arttığı tespit edilmiştir. Ayrıca büyük boyutlu partiküller ile PPS kompozitlerinin termal iletkenlik değerleri daha yüksek değerlere ulaşmıştır. Karışık boyutlu alumina takviyesi ile kayda değer değişimler görülmemiştir. Karışık boyutlu alumina takviyesinde 63 mikronluk alumina partiküllerinin bağıl oranı arttıkça termal iletkenlik katsayısı artmıştır.

PPS kompozitlerinin elektriksel iletkenlik değerleri tek boyutlu 1 mikronluk alumina partiküllerinin artan takviye oranına bağlı olarak kayda değer değişimler göstermemiştir. Buna rağmen 63 mikronluk alumina partiküllerinin takviye oranının artması ile elektriksel iletkenlik değerleri sürekli artmıştır. Karışık boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin elektriksel iletkenlik değerleri incelendiğinde karışımdaki 63 mikronluk partiküllerin bağıl oranı arttırılarak yüksek elektriksel iletkenlik değerleri elde edilmiştir.

Tek boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin artan takviye miktarına bağlı olarak dielektrik sabiti değerlerinin sürekli arttığı tespit edilmiştir. Partikül boyutuna pek bağlı olmayan bu özellik için karışık boyutlu takviye türlerinde de kayda değer değişimler görülmemiştir. Ancak yerine göre özellikle yüksek elektrik iletkenliği ve dielektrik sabiti değerinin arandığı uygulama alanları için PPS'nin yüksek oranlarda ($\approx 25\%$) büyük boyutlu alumina partikülleri ile ($\approx 63 \mu\text{m}$) takviyesi tavsiye edilir. Bunun yanında bir başka uygulama alanı olanağı olarak düşük elektrik iletkenliği ve

yüksek dielektrik sabiti değeri için PPS'nin yüksek oranlarda ($\approx 25\%$) küçük boyutlu alumina partikülleri ile ($\approx 63 \mu\text{m}$) takviyesi tavsiye edilir

4. Tek ve karışık boyutlu alumina partikülleri ile takviye edilen PPS kompozitlerinin depolama modülü değerlerinde önemli ölçüde iyileştirmeler sağlanırken diğer termomekanik özelliklerde iyileşme söz konusu olmamıştır. Bu nedenle bu diğer termomekanik özelliklerin de iyileştirilmesi düşüncesiyle ısıtılma işlemi uygulanan tek ve karışık boyutlu alumina takviyeli PPS kompozitlerinin DMA incelemeleri yapılmıştır. Tek boyutlu alumina takviyesinde PPS kompozitlerinin ısıtılma işlemleri sonrası depolama modülü değerlerinin arttığı belirlenmiştir. Ancak karışık boyutlu alumina takviyesinde ise önemli ölçüde artış sağlanan depolama modülü değerlerinin ısıtılma işlemleri ile düştüğü tespit edilmiştir. Isıtılma işlemleri sonrası tek boyutlu alumina takviyesinde kayıp modül değerlerinde neredeyse değişiklik görülmezken karışık boyutlu alumina takviyesinde önemli ölçüde düşüş görülmüştür. Tüm takviye türleri için kayıp modül değerleri ısıtılma işlemleri sonrası aynı seviyede çıkmıştır. Tek ve karışık boyutlu alumina takviyelerinde ısıtılma işlemleri sonrası $\tan\delta$ değerlerinde etkileyici düşüşler görülmüştür. Genel bir bakış yapıldığında tüm takviye türleri için $\tan\delta$ değerleri de yaklaşık aynı seviyede çıkmıştır. Ayrıca tüm takviye türleri için T_g değerleri de ısıtılma işlemleri sonrası yaklaşık 4°C 'ye varan artışlar görülmüştür.

5.2. Öneriler

Çalışmanın ilk kısmında ekstrüder ve enjeksiyon cihazlarında üretilecek olan polimer malzemenin en iyi mekanik özellikleri sağlama amacıyla Taguchi deney tasarımı metodu yardımıyla parametre ve seviye optimizasyonu yapılmıştır. Buna paralel olarak herhangi bir polimer veya kompozitin herhangi bir üretim sürecinde arzu edilen özelliklerinin optimum seviyelere taşınması Taguchi deney tasarımı metodu kullanılarak sağlanabilir.

Çalışmanın ikinci kısmında üretilen bir polimer veya kompozitin özelliklerinin iyileştirilmesi amacıyla ısıtılma işlemi uygulaması yapılmıştır. Isıtılma işlemleri sonrası termal ve mekanik özelliklerde iyileşmeler sağlanmıştır. Kısmen sınırlandırılmış parametre

ve seviyelerinde yapılan ısıt işlemlerin arzu edilen sonuçlar açısından Taguchi deney tasarımı metodu kullanılarak optimizasyonu sağlanabilir.

Çalışmanın üçüncü kısmında takviye türü olarak tek boyutlu partikül takviyesinden ziyade literatürde eksikliği tespit edilen karışık boyutlu partikül takviyesinin PPS polimerinin termal, mekanik, termomekanik, tribolojik ve iletkenlik özellikleri üzerindeki etkileri ayrıntılı olarak araştırılıp incelenmiştir. Karışık boyutlu partikül takviyesinde 1 ve 63 mikronluk partiküllerin bağıl oranlarda karışımları kullanılmıştır. Maksimum paketleme modeline uygun olarak en iyi paketleme %75*63+%25*1 mikronluk partiküllerin karışımından oluşan takviye türünde meydana gelmiştir. Karışık boyutlu partikül takviyesinde mikron boyutlu partiküllerin yanında maksimum paketleme oranını arttırmak amacıyla bir de üçüncü faz olarak nano boyutlu partiküllerin karışıma ilavesi ile polimer kompozitlerin özellikleri incelenebilir.

KAYNAKLAR

- [1] <http://www.madehow.com/Volume-4/Drinking-Straw.html> (Ziyaret tarihi: 22.09.2010)
- [2] <http://fln.co.id/manufacturing/plastic-injection-molding> (Ziyaret tarihi: 22.09.2010)
- [3] Şirvancı M, “Kalite İçin Deney Tasarımı”, *Literatür Yayıncılık*, Eylül, (1997)
- [4] Canıyılmaz, E., “Kalite geliştirmede Taguchi metodu ve bir uygulama”, Yüksek Lisans Tezi, *Gazi Üniversitesi*, Ankara, (2001).
- [5] Rothon, R.N., “Particulate Fillers for Polymers”, Volume 12, Number 9, *Rapra Review Reports*, (2001).
- [6] McGrath L.M., “Effect of fillers and filler interface on fracture toughness of epoxy-alumina composites”, *University of Connecticut*, (2009).
- [7] Goyal, R.K., Tiwari, A.N., Mulik, U.P., Negi, Y.S., “Novel high performance Al₂O₃/poly(ether ether ketone) nanocomposites for electronics applications”, *Composites Science and Technology* 67, Issue 9, 1802–1812, (2007).
- [8] Shi, G., Zhang, M.Q., Rong, M.Z., Wetzel, B., Friedrich K., “Sliding wear behavior of epoxy containing nano-Al₂O₃ particles with different pretreatments”, *Wear* 256, 1072-1081, (2004).
- [9] Schwartz, C.J., Bahadur, S., “Studies on the tribological behavior and transfer film–counterface bond strength for polyphenylene sulfide filled with nanoscale alumina particles”, *Wear* 237, 261-273, (2000).
- [10] Sun, L.H., Yang, Z.G., Li, X.H., “Study on the friction and wear behavior of POM/Al₂O₃ nanocomposites”, *Wear* 264, 693-700, (2008).
- [11] Shokoohi, S., Arefazar, A., Naderi, G., “Compatibilized Polypropylene/Ethylene–Propylene–Diene-Monomer/Polyamide6 ternary blends: Effect of twin screw extruder processing parameters”, *Materials and Design* 32, Issue 3, 1697-1793, (2011).
- [12] Khosrokhavar, R., Naderi, G., Bakhshandeh, G.R., Ghoreishy, M.H.R., “Effect of processing Parameters on PP/EPDM/Organoclay Nanocomposites Using Taguchi Analysis Method”, *Iranian Polymer Journal* 20, Issue 1, 41-53, (2011).

- [13] Shojaei, A., Fereydoon, M., “Taguchi analysis of extrusion variables and composition effects on the morphology and mechanical properties of EPR-g-MA toughened polyamide 6 and its composite with short glass fiber”, ***Materials Science and Engineering A* 506**, 45-57, (2009).
- [14] Kuo, H.C., Jeng, M.C., “Effects of part geometry and injection molding conditions on the tensile properties of ultra-high molecular weight polyethylene polymer”, ***Materials and Design* 31**, Issue 2, 884-893, (2010).
- [15] Ozcelik, B., Ozbay, A., Demirbas, E., “Influence of injection parameters and mold materials on mechanical properties of ABS in plastic injection molding”, ***International Communications in Heat and Mass Transfer* 37**, Issue 9, 1359-1365, (2010).
- [16] Young, R.T., Baird, D.G., “The influence of processing variables on injection molded in situ composites based on polyphenylene sulfide and a melt processable glass”, ***Composites Part B* 31**, Issue 3, 209-221, (2000).
- [17] Díez-Pascual, A.M., Naffakh, M., Gomez, M.A., Marco, C., Ellis, G., Martinez, M.T., Anson, A., Gonzalez-Dominguez, J.M., Martinez-Rubi, Y., Simard, B., “Development and characterization of PEEK/carbon nanotube Composites”, ***Carbon* 47**, 3079-3090, (2009).
- [18] Langer, L., Billaud, D., Issi, J.P., “Thermal conductivity of stretched and annealed poly(p-phenylene sulfide) films”, ***Solid State Communications* 126**, 353-357, (2003).
- [19] Cipriano, B.H., Kota, A.K., Gershon, A.L., Laskowski, C.J., Kashiwagi, T., Bruck, H.A., Raghavan, S.R., “Conductivity enhancement of carbon nanotube and nanofiber-based polymer nanocomposites by melt annealing”, ***Polymer* 49**, 4846-4851, (2008).
- [20] Deng, H., Bilotti, E., Zhang, R., Loos, J., Peijs, T., “Effect of thermal annealing on the electrical conductivity of high-strength bicomponent polymer tapes containing carbon nanofillers”, ***Synthetic Metals* 160**, 337-344, (2010).
- [21] Han, L., Li, X., Li, Y., Huang, T., Wang, Y., Wu, J., Xiang, F., “Influence of annealing on microstructure and physical properties of isotactic polypropylene/calcium carbonate composites with β -phase nucleating agent”, ***Materials Science and Engineering A* 527**, 3176–3185, (2010).
- [22] Liu, Z., Marechal, P., Jerome, R., “D.m.a. and D.s.c. investigations of the β transition of poly (vinylidene fluoride)”, ***Polymer* 38**, No.19, 4925-4929, (1997).
- [23] Ruiz De Gauna, B.E., Gaztelumendi, M., Nazabal, J., “Structure and Mechanical Properties of Fast Cooled and Annealed Poly(Phenylene Sulfide)/Vectra A Blends”, ***POLYMER COMPOSITES* 21**, No. 1, 72-83, (2000).

- [24] Boey, F.Y.C., Lee, T.H., Yue, C.Y., “Annealing Effects on the Dynamic Mechanical Properties of Aromatic Polyphenylene Sulphide Fibre Reinforced Composite”, *Polymer Testing* **10**, 221-228, (1991).
- [25] Lee, T.H., Boey, Y.C., Khor, K.A., “ON THE DETERMINATION OF POLYMER CRYSTALLINITY FOR A THERMOPLASTIC PPS COMPOSITE BY THERMAL ANALYSIS”, *Composites Science and Technology* **53**, 259-274, (1995).
- [26] Boey, Y.C., Lee, T.H., Khor, K.A., “Polymer Crystallinity and its Effect on the Non-Linear Bending Creep Rate for a Polyphenylene Sulphide Thermoplastic Composite”, *Polymer Testing* **14**, 425-438, (1995).
- [27] Maiti, P., Nam, P.H., Okamoto, M., Kotaka, T., Hasegawa, N., Usuki, A., “Influence of crystallization on intercalation, morphology, and mechanical properties of propylene/clay nanocomposites”, *Macromolecules* **35**, 2042–2049, (2002).
- [28] Moczo, J., Pukanszky, B., “Review: Polymer micro and nanocomposites: Structure, interactions, properties”, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* **14**, 535–563, (2008).
- [29] Fu, S.Y., Feng, X.Q., Lauke, B., Mai, Y.W., “Effects of particle size, particle/matrix interface adhesion and particle loading on mechanical properties of particulate–polymer composites”, *Composites Part B* **39**, 933–961, (2008).
- [30] Wu, C.L., Zhang, M.Q., Rong, M.Z., Friedrich, K., “Silica nanoparticles filled polypropylene: effects of particle surface treatment, matrix ductility and particle species on mechanical performance of the composites”, *Composites Science and Technology* **65**, 635–645, (2005).
- [31] Zhang, G., Schlarb, A.K., Tria, S., Elkedim, O., “Tensile and tribological behaviors of PEEK/nano-SiO₂ composites compounded using a ball milling technique”, *Composites Science and Technology* **68**, 3073–3080, (2008).
- [32] Cho, J., Joshi, M.S., Sun, C.T., “Effect of inclusion size on mechanical properties of polymeric composites with micro and nano particles”, *Composites Science and Technology* **66**, 1941–1952, (2006).
- [33] Lim, S.H., Zeng, K.Y., He, C.B., “Morphology, tensile and fracture characteristics of epoxy-alumina nanocomposites”, *Materials Science and Engineering A* **527**, 5670–5676, (2010).
- [34] Wang, M., Berry, C., Braden, M., Bonfield, W., “Young's and shear moduli of ceramic particle filled polyethylene”, *Journal of Materials Science: Materials In Medicine* **9**, 621-624, (1998).

- [35] Lau, K.T., Gu, C., Hui, D., “A critical review on nanotube and nanotube/nanoclay related polymer composite materials”, *Composites Part B* **37**, 425–436, (2006).
- [36] Sumita, M., Shizuma, T., Miyasaka, K., Ishikawa, K., “Effect of reducible properties of temperature, rate of strain, and filler content on the tensile yield stress of nylon 6 composites filled with ultrafine particles”, *J Macromol Sci B22*, 601–618, (1983).
- [37] Bartczak, Z., Argon, A.S., Cohen, R.E., Weinberg, M., “Toughness mechanism in semi-crystalline polymer blends: II. High-density polyethylene toughened with calcium carbonate filler particles”, *Polymer* **40**, 2347–2365, (1999).
- [38] Cho, J., Joshi, M.S., Sun, C.T., “Effect of inclusion size on mechanical properties of polymeric composites with micro and nano particles”, *Composites Science and Technology* **66**, 1941–1952, (2006).
- [39] Suprapakorn, N., Dhamrongvaraporn, S.S., “Effect of CaCO₃ on the mechanical and rheological properties of a ring-opening phenolic resin: polybenzoxazine”, *Polym Compos* **19**, 126–132, (1998).
- [40] Singh, R.P., Zhang, M., Chan, D., “Toughening of a brittle thermosetting polymer: effects of reinforcement particle size and volume fraction”, *J Mater Sci* **37**, 781–788, (2002).
- [41] Wang, M., Berry, C., Braden, M., Bonfield, W., “Young’s and shear moduli of ceramic particle filled polyethylene”, *J Mater Sci Mater Med* **9**, 621–624, (1998).
- [42] Friedrich, K., Zhang, Z., Schlarb, A.K., “Effects of various fillers on the sliding wear of polymer composites”, *Composites Science and Technology* **65**, 2329–2343, (2005).
- [43] Schwartz, C.J., Bahadur, S., “Studies on the tribological behavior and transfer film–counterface bond strength for polyphenylene sulfide filled with nanoscale alumina particles”, *Wear* **237**, 261–273, (2000).
- [44] Zhao, Q., Bahadur, S., “The mechanism of filler action and the criterion of filler selection for reducing wear”, *Wear* **225–229**, 660–668, (1999).
- [45] Schwartz, C.J., Bahadur, S., “The role of filler deformability, filler–polymer bonding, and counterface material on the tribological behavior of polyphenylene sulfide (PPS)”, *Wear* **251**, 1532–1540, (2001).
- [46] Patnaik, A., Satapathy, A., Chand, N., Barkoula, N.M., Biswas, S., “Solid particle erosion wear characteristics of fiber and particulate filled polymer composites : A review”, *Wear* **268**, 249–263, (2010).

- [47] Joni, I.M., Nishiwaki, T., Okuyama, K., Isoi, S., Kuribayashi, R., “Enhancement of the thermal stability and mechanical properties of a PMMA/aluminum trihydroxide composite synthesized via bead milling”, *Powder Technology* **204**, 145–153, (2010).
- [48] Diez-Gutierrez, S., Rodriguez-Perez, M.A., De Saja, J.A., Velasco, J.I., “Dynamic mechanical analysis of injection-moulded discs of polypropylene and untreated and silane-treated talc-filled polypropylene composites”, *Polymer* **40**, 5345-5353, (1999).
- [49] Hamming, L.M., Qiao, R., Messersmith, P.B., Catherine Brinson, L., “Effects of dispersion and interfacial modification on the macroscale properties of TiO₂ polymer–matrix nanocomposites”, *Composites Science and Technology* **69**, 1880–1886, (2009).
- [50] Goyal, R.K., Tiwari, A.N., Mulik, U.P., Negi, Y.S., “Effect of aluminum nitride on the thermomechanical properties of high performance PEEK”, *Composites: Part A* **38**, 516-524, (2007).
- [51] Siengchin, S., “Processing, Structure, and Mechanical Properties of Alumina-Nanofilled Polystyrene Composites”, *Mechanics of Composite Materials* **46**, No.4, 443-450, (2010).
- [52] Lai, Y.H., Kuo, M.C., Huang, J.C., Chen, M., “Thermomechanical Properties of Nanosilica Reinforced PEEK Composites”, *Key Engineering Materials* **351**, 15-20, (2007).
- [53] Palza, H., Vergara, R., Zapata, P., “Composites of polypropylene melt blended with synthesized silica nanoparticles”, *Composites Science and Technology* **71**, 535-540, (2011).
- [54] Golebiewski, J., Galeski, A., “Thermal stability of nanoclay polypropylene composites by simultaneous DSC and TGA”, *Composites Science and Technology* **67**, 3442-3447, (2007).
- [55] Wang, H., Meng, S., Xu, P., Zhong, W., Du, Q., “Effect of Traces of Inorganic Content on Thermal Stability of Poly(methyl methacrylate) Nanocomposites”, *Polymer Engineering and Science*, DOI 10.1002/pen.20708, (2007).
- [56] Kandare, E., Deng, H., Wang, D., Hossenlopp, J., “Thermal Stability and Degradation Kinetics of Poly(methyl Methacrylate)/Layered Copper Hydroxy Methacrylate Composites”, *Polymers for Advanced Technologies* **17**, No.4, DOI:10.1002/pat.681, (2006).
- [57] Gao, L., Liu, Q., Gao, Z., Lin, Y., “Preparation and Characterization of Polyimide/Silica-Barium Titanate Nanocomposites”, *Polymer Composites*, DOI 10.1002/pc.20372, 1160-1164, (2008).

- [58] Jung, J., Kim, J., Uhm, Y.R., Jeon, J.K., Lee, S., Lee, H.M., Rhee, C.K., “Preparations and thermal properties of micro- and nano-BN dispersed HDPE composites”, *Thermochimica Acta* **499**, 8-14, (2010).
- [59] Ren, F., Ren, P., Di, Y., Chen, D., Liu, G., “Thermal, Mechanical and Electrical Properties of Linear Low-Density Polyethylene Composites Filled with Different Dimensional SiC Particles”, *Polymer-Plastics Technology and Engineering* **50**, 791–796, (2011).
- [60] Sanada, K., Tada, Y., Shindo, Y., “Thermal conductivity of polymer composites with close-packed structure of nano and micro fillers”, *Composites: Part A* **40**, 724-730, (2009).
- [61] Zhang, S., Chao, X.Y., Ma, Y.M., Ke, Y.C., Zhang, J.K., Wang, F.S., “The effects of particle size and content on the thermal conductivity and mechanical properties of Al₂O₃/high density polyethylene (HDPE) composites”, *eXPRESS Polymer Letters* **5**, No.7, 581–590, (2011).
- [62] Xu, Y., Chung, D.D.L., Mroz, C., “Thermally conducting aluminum nitride polymer-matrix composites”, *Composites: Part A* **32**, 1749-1757, (2001).
- [63] Ng, H.Y., Lu, X., “Thermal Conductivity of Boron Nitride-Filled Thermoplastics: Effect of Filler Characteristics and Composite Processing Conditions”, *Polymer Composites*, DOI 10.1002/pc.20151, 778-790, (2005).
- [64] Lee, B., Liu, J.Z., Sun, B., Shen, C.Y., Dai, G.C., “Thermally conductive and electrically insulating EVA composite encapsulants for solar photovoltaic (PV) cell”, *eXPRESS Polymer Letters* **2**, No.5, 357–363, (2008).
- [65] Goyal R.K., Tiwari, A.N., Mulik, U.P., Negi, Y.S., “Novel high performance Al₂O₃/poly(ether ether ketone) nanocomposites for electronics applications”, *Composites Science and Technology* **67**, 1802-1812, (2007).
- [66] Vural, S., Köytepe, S., Seçkin, T., Adıgüzel, İ., “Synthesis, characterization, UV and dielectric properties of hexagonal disklike ZnO particles embedded in polyimides”, *Materials Research Bulletin* **46**, 1679–1685, (2011).
- [67] Yu, S., Hing, P., Hu, X., “Dielectric properties of polystyrene-aluminum-nitride composites”, *Journal of Applied Physics* **88**, No.1, 398-404,(2000).
- [68] Zhou, W., “Thermal and dielectric properties of the AlN particles reinforced linear low-density polyethylene composites”, *Thermochimica Acta* **512**, 183-188, (2011).
- [69] Goyal, R.K., Kambale, K.R., Nene, S.S., Selukar, B.S., Arbuj, S., Mulik, U.P., “Fabrication, thermal and electrical properties of polyphenylene sulphide/copper composites”, *Materials Chemistry and Physics* **128**, 114-120, (2011).

- [70] Jacob, R., Jacob, A.P., Mainwaring, D.E., “Mechanism of the dielectric enhancement in polymer-alumina nano-particle composites”, *Journal of Molecular Structure* **933**, 77-85, (2009).
- [71] Nisa, V.S., Rajesh, S., Murali, K.P., Priyadarsini, V., Potty, S.N., Ratheesh, R., “Preparation, characterization and dielectric properties of temperature stable SrTiO₃/PEEK composites for microwave substrate applications”, *Composites Science and Technology* **68**, 106–112, (2008).
- [72] Dang, Z.M., Wang, H.Y., Xu, H.P., “Influence of silane coupling agent on morphology and dielectric property in BaTiO₃/polyvinylidene fluoride composites”, *APPLIED PHYSICS LETTERS* **89**, 112902, 1-3, (2006).
- [73] Goyal R.K., Negi, Y.S., Tiwari, “Preparation of high performance composites based on aluminum nitride/poly(ether–ether–ketone) and their properties”, *European Polymer Journal* **41**, 2034–2044, (2005).
- [74] Goyal R.K., Negi, Y.S., Tiwari, “Microhardness of PEEK/ceramic micro- and nanocomposites: Correlation with Halpin–Tsai model”, *Materials Science and Engineering A* **491**, 230–236, (2008).
- [75] Sinha, S.K., Song, T., Wan, X., Tong, Y., “Scratch and normal hardness characteristics of polyamide 6/nano-clay composite” *Wear* **266**, 814-821, (2009).
- [76] Yu, L., Bahadur, S., Xue, Q., “An investigation of the friction and wear behaviors of ceramic particle filled polyphenylene sulfide composites”, *Wear* **214**, 54-63, (1998).
- [77] Mudaliar, A., Yuan, Q., Misra, R.D.K., “On surface deformation of melt intercalated polyethylene-clay nanocomposites during scratching”, *Polimer Engineering and Science*, DOI 10.1002/pen.20643, (2006).
- [78] Misra, R.D.K., Nathani, H., Dasari, A., Wanjale, S.D., Jog, J.P., “The determining role of clay particles on mechanically induced surface damage and associated stress whitening in polybutene-clay nanocomposites”, *Materials Science and Engineering A* **386**, 175-185, (2004).
- [79] Misra, R.D.K., Hadal, R., Duncan, S.J., “Surface damage behavior during scratch deformation of mineral reinforced polymer composites”, *Acta Materialia* **52**, 4363-4376, (2004).
- [80] Amerio, E., Fabbri, P., Malucelli, G., Messori, M., Sangermano, M., Taurino, R., “Scratch resistance of nano-silica reinforced acrylic coatings”, *Progress in Organic Coatings* **62**, 129-133, (2008).
- [81] Dasari, A., Yu, Z.Z., Mai, Y.W., “Fundamental aspects and recent progress on wear/scratch damage in polymer nanocomposites”, *Materials Science and Engineering R* **63**, 31-80, (2009).

- [82] Briscoe, B.J., Sinha, S.K., “Scratch resistance and localised damage characteristics of polymer surfaces-a Review”, *Mat.-wiss. u. Werkstofftech* **34**, 989-1002, (2003).
- [83] Thio, Y.S., Argon, A.S., Cohen, R.E., Weinberg, M., “Toughening of isotactic polypropylene with CaCO₃ particles”, *Polymer* **43**, 3661-3674, (2002).
- [84] Singh, R.P., Zhang, M., Chan, D., “Toughening of a brittle thermosetting polymer: Effects of reinforcement particle size and volume fraction”, *Journal of Materials Science* **37**, 781-788, (2002).
- [85] Fu, S.Y., Feng, X.Q., Lauke, B., Mai, Y.W., “Effects of particle size, particle/matrix interface adhesion and particle loading on mechanical properties of particulate-polymer composites”, *Composites: Part B* **39**, 933-961, (2008).
- [86] <http://tools.ticona.com/tools/mcbasei/product-tools.php?sPolymer=PPS&Product=FORTRON> (**Ziyaret Tarihi: 04.12.2010**)
- [87] http://www.merck-chemicals.com.tr/is-bin/INTERSHOP.enfinity/WFS/Merck-TR-Site/en_US/-/USD/ViewSearch-ParametricSearchIndexQuery?WFSimpleSearch_NameOrID=aluminium+oxide&CatalogCategoryID=4Zab.s1ONj0AAAEvG9ZQnxD.&PortalCatalogUUID=t02b.s1LX0MAAAEWc9UfVhTl&OnlineFlag=1 (**Ziyaret Tarihi: 11.08.2010**)
- [88] <http://www.xplore-together.com/> (**Ziyaret Tarihi: 22.07.2010**)
- [89] Nohara, L.B., Nohara, E.L., Moura, A., Gonçalves, J.M.R.P., Costa, M.L., Rezende, M.C., “Study of Crystallization Behavior of Poly(phenylene Sulfide)”, *Polimeros:Ciencia e Tecnologia* **16**, 104-110, (2006.)
- [90] Boey, F.Y.C., Lee, T.H., “Effect of Matrix Crystallinity on the Buckling Failure of a PPS Thermoplastic Composite”, *Polymer Testing* **13**, 47-53, (1994).
- [91] Zhang, R.C., Xu, Y., Lu, A., Cheng, K., Huang, Y., Li, Z.M., “Shear-induced crystallization of poly(phenylene sulfide)”, *Polymer* **49**, 2604-2613, (2008).
- [92] Zhang, R., Huang, Y., Min. M., Gao, Y., Yu, X., Lu, A., Lu, Z., “Isothermal Crystallization of Pure and Glass Fiber Reinforced Poly(phenylene sulfide) Composites”, *Polymer Composites*, DOI 10.1002/pc.20586, 460-466, (2009).
- [93] Chen, Z., Li, T., Yang, Y., Liu, X., Lv, R., “Mechanical and tribological properties of PA/PPS blends”, *Wear* **257**, 696–707, (2004).
- [94] Van de Velde, K., Kiekens, P., “Thermoplastic polymers: overview of several properties and their consequences in flax fibre reinforced composites”, *Polymer Testing* **20**, 885–893, (2001).

- [95] Yu, S., Wong, W.M., Juay, Y.K., Yong, M.S., “The characteristics of carbon nanotube reinforced poly(phenylene sulphide) nanocomposites”, *Journal of Applied Polymer Science* **113**, Issue 6, 3477–3483, (2009).
- [96] Young, R.T., Baird, D.G., “The influence of processing variables on injection molded in situ composites based on polyphenylene sulfide and a melt processable glass”, *Composites: Part B* **31**, 209–221, (2000).
- [97] Mei, Z., Chung, D.D.L., *Polymers & Polymer Composites* **8**, 319–324, (2000).
- [98] Risch, B.G., Srinivas, S., Wilkes, G.L., Geibel, J.F., Ash, C., White, S., Hicks, M., *Polymer* **37**, 3623–3636, (1996).
- [99] Lucas, E.F., Soares, B.G., Monteiro, E., “Caracterização de Polímeros: Determinação de Peso Molecular e Análise Térmica”, *E-papers*, Rio de Janeiro, (2001).
- [100] Marega, C., Marigo, A., “Influence of annealing and chain defects on the melting behaviour of poly(vinylidene fluoride)”, *European Polymer Journal* **39**, 1713–1720, (2003).
- [101] Barique, M.A., Ohigashi, H., “Annealing effects on the Curie transition temperature and melting temperature of poly(vinylidene fluoride/trifluoroethylene) single crystalline films”, *Polymer* **42**, 4981–4987, (2001).
- [102] Suwanprateeb, J., “Rapid examination of annealing conditions for HDPE using indentation microhardness test”, *Polymer Testing* **23**, 157–161, (2004).
- [103] Goyal, R.K., Tiwari, A.N., Mulik, U.P., Negi, Y.S., “Novel high performance Al₂O₃/poly(ether ether ketone) nanocomposites for electronics applications”, *Composites Science and Technology* **67**, Issue 9, 1802–1812, (2007).
- [104] Bouza, R., Marco, C., Naffakh, M., Barral, L., Ellis, G., “Effect of particle size and a processing aid on the crystallization and melting behavior of iPP/red pine wood flour composites”, *Composites: Part A* **42**, 935–949, (2011).
- [105] Bikiaris, D.N., Papageorgiou, G.Z., Pavlidou, E., Vouroutzis, N., Palatzoglou, P., Karayannidis, G., “Preparation by melt mixing and characterization of isotactic polypropylene/SiO₂ nanocomposites containing untreated and surface-treated nanoparticles”, *Journal of Applied Polymer Science* **100**, Issue 4, 2684–2696, (2006).
- [106] Buggy, M., Bradley, G., Sullivan, A., “Polymer–filler interactions in kaolin/nylon 6,6 composites containing a silane coupling agent”, *Composite Part A* **36**, 437–442 (2005).

- [107] Nakamura, Y., Yamaguchi, M., Okubo, M., Matsumoto, T., “Effects of particle size on mechanical and impact properties of epoxy resin filled with spherical silica”, *Journal of Applied Polymer Science* **45**, 1281–1289, (1992).
- [108] Radford, K.C., “The mechanical properties of an epoxy resin with a second phase dispersion”, *Journal of Materials Science* **6**, 1286–1291, (1971).
- [109] Chacko, V.P., Farris, R.J., Karasz, F.E., “Dynamic mechanical spectrometry of nylon-12”, *Journal of Applied Polymer Science* **28**, 2701–2705, (1983).
- [110] McGrath, L.M., Parnas, R.S., King, S.H., Schroeder, J.L., Fischer, D.A., Lenhart, J.L., “Investigation of the thermal, mechanical, and fracture properties of alumina-epoxy composites”, *Polymer* **49**, 999-1014, (2008).
- [111] Vaziri, H.S., Omarai, I.A., Abadyan, M., Mortezaei, M., Yousefi, N., “Thermophysical and rheological behavior of nanoparticle content”, *Materials and Design*, doi:10.1016/j.matdes.2011.01.022, (2011).
- [112] Wu, J., Yang, S., Gao, S., Hu, A., Liu, J., Fan, L., “Preparation, morphology and properties of nano-sized Al₂O₃/polyimide hybrid films”, *European Polymer Journal* **41**, 73-81, (2005).
- [113] Omrani, A., Simon, L.C., Rostami, A.A., “The effects of alumina nanoparticle on the properties of an epoxy resin system”, *Materials Chemistry and Physics* **114**, 145-150, (2009).
- [114] Omrani, A., Rostami, A.A., “Understanding the effect of nano-Al₂O₃ addition upon the properties of epoxy-based hybrid composites”, *Materials Science and Engineering A* **517**, 185-190, (2009).
- [115] Goertzen, W.K., Kessler, M.R., “Dynamic mechanical analysis of fumed silica/cyanate ester nanocomposites”, *Composites: Part A* **39**, 761-768, (2008).
- [116] Wang, S., Tan, Z., Li, Y., Sun, L., Zhang, T., “Synthesis, characterization and thermal analysis of polyaniline/ZrO₂ composites”, *Thermochimica Acta* **441**, Issue 2, 191–194, (2006).
- [117] Ouchiya, N., Tanaka, T., “Porosity estimation for random packings of spherical particles”, *Ind. Eng. Chem. Fundamen.* **23**, Issue 4, 490–493, (1984).
- [118] Suresh, A., Harsha, A.P., Ghosh, M.K., “Solid particle erosion of unidirectional fibre reinforced thermoplastic composites”, *Wear* **267** (2009) 1516–1524.

KİŞİSEL YAYINLAR VE ESERLER

SCI Kapsamlı Yayın Bilgileri

1. Çoban, O., Bora, M.Ö., Sınmazçelik, T., Avcu, E., "The Influence of Annealing on the Crystallization and Tribological Behavior of MWNT/PEEK Nanocomposites", *Polymer Composites*, Article in Press, **DOI: 10.1002/pc.21208**.
2. Sınmazçelik, T., Avcu, E., Bora, M.Ö., Çoban, O., "A Review: Fibre Metal Laminates, Background, Bonding Types and Applied Test Methods", *Materials & Design* **32 (7)**, 3671-3685, (2011).
3. Çoban, O., Bora, M.Ö., Sınmazçelik, T., Günay, V., "Effect of Fiber Orientation on Viscoelastic Properties of Polymer Matrix Composites Subjected to Thermal Cycles", *Polymer Composites* **31 (3)**, 411-416, (2010).
4. Bora, M.Ö., Çoban, O., Sınmazçelik, T., Günay, V., "Effect of Fiber Orientation on Scratch Resistance in Unidirectional Carbon-Fiber-Reinforced Polymer Matrix Composites", *Journal of Reinforced Plastics and Composites* **29 (10)**, 1476-1490, (2010).
5. Bora, M.Ö., Çoban, O., Sınmazçelik, T., Günay, V., Zeren, M., "Instrumented Indentation and Scratch Testing Evaluation of Tribological Properties of Tin-Based Bearing Materials", *Materials and Design* **31 (6)**, 2707-2715, (2010).
6. Bora, M.Ö., Çoban, O., Sınmazçelik, T., Cürgül, İ., Günay, V., "'On the Life Time Prediction of Repeatedly Impacted Thermoplastic Matrix Composites", *Materials & Design* **30**, 145-153, (2009).
7. Çoban, O., Bora, M.Ö., Sınmazçelik, T., Cürgül, İ., Günay, V., "Fracture Morphology and Deformation Characteristics of Repeatedly Impacted Thermoplastic Matrix Composites", *Materials & Design* **30**, 628-634, (2009).
8. Sınmazçelik, T., Çoban, O., Bora, M.Ö., Günay, V., Cürgül, İ., "The Effects of Thermal Cycles on the Impact Fatigue Properties of Thermoplastic Matrix Composites", *Applied Composite Materials* **15**, 99-113, (2008).

SCI Kapsamı Dışındaki Yayın Bilgileri

1. Fidan, S., Sınmazçelik, T., Bora, M.Ö., Çoban, O., "Düşük Hızlı Darbe Yüklemleri Sonucu Kompozit Malzemelerde Ortaya Çıkan Hasar Mekanizmaları", *Mühendis ve Makina* **51 (611)**, 1-8, (2011)

Bildiri Bilgileri

1. Bora, M.Ö., Çoban, O., Çınarlı, O., Sınmazçelik, T., Cürgül, İ., “İki Farklı Çapta Delik İçeren Fiber Metal Tabakaların Arayüzeyinde Oluşturulan Mekanik Yapışmanın Darbe Davranışının İncelenmesi”, **9. Uluslar arası Kırılma Konferansı Bildiriler Kitabı, ISBN-978-975-461-474-9**, 142-154, (2011).
2. Bora, M.Ö., Çoban, O., Fidan, S., Avcu, E., Sınmazçelik, T., Cürgül, İ., "Processing of a Novel Fibre Metal Laminates: The Effect of Circular Hole Formations on Flexural Properties", **14th International Conference on Advances in Materials and Processing Technologies, İstanbul, 223**, (2011).
3. Fidan, S., Sınmazçelik, T., Avcu, E., Bora, M.Ö., Çoban, O., “Detecting Impact Damages in an Aramid/Glass Fiber Reinforced Hybrid Composite With Micro Tomography”, **14th International Conference on Advances in Materials and Processing Technologies, İstanbul, 24**, (2011).
4. Çoban, O., Bora, M.Ö., Özcan, B., Avcu, E., Sınmazçelik, T., "Process Optimization by Design of Experiments: Micro-compounding and Injection Molding of PPS Composites", **14th International Conference on Advances in Materials and Processing Technologies, İstanbul, 224**, (2011).
5. Bora, M.Ö., Çoban, O., Avcu, E., Fidan, S., Sınmazçelik, T., Cürgül, İ., "The Influence of Different Circular Hole Formations on Interlaminar Shear Strength of a Novel Fiber Metal Laminates”, **THEPLAC 2011 International Workshop on Thermoplastic Matrix Composites, Lecce, İtalya**, (2011).
6. Avcu, E., Fidan, S., Bora, M.Ö., Çoban, O., Taşkiran, İ., Sınmazçelik, T., “Solid Particle Erosive Wear Behaviour of Glass Mat Reinforced Thermoplastics: Influence of Erodent Particle Size, Particle Impingement Angle and Pressure”, **THEPLAC 2011 International Workshop on Thermoplastic Matrix Composites, Lecce, İtalya**, (2011).
7. Çoban, O., Bora, M.Ö., Avcu, E., Taşkiran, İ., Sınmazçelik, T., “Effect of Mixed Particles Reinforcing on the Thermal, Mechanical and Morphological Properties of PPS Composites”, **THEPLAC 2011 International Workshop on Thermoplastic Matrix Composites, Lecce, İtalya**, (2011).
8. Kaba, C., Yalçınkaya, G., Çoban, O., Bora, M.Ö., Sınmazçelik, T., Avcu, E., Cürgül, İ., "Farklı Çaptaki Darbe Uçlarının Cam Fiber Takviyeli PPS Kompozitlerinin Darbe Davranışlarına Etkisi", **Anadolu Üniversitesi Yayınları, No, 2083 Sivil Havacılık Yüksekokulu Yayınları, III. Ulusal Havacılık ve Uzay Konferansı, Eskişehir, 18, 86**, (2010).
9. Fidan, S., Sınmazçelik, T., Çoban, O., Bora, M.Ö., "Düşük Hızlı Darbe Yüklemleri Sonrası Cam Fiber Takviyeli Polyester Kompozitlerde Ortaya Çıkan Hasar Konisinin İncelenmesi", **15. Uluslararası Metalurji ve Malzeme Kongresi, İstanbul, 217-226**, (2010).

10. Bora, M.Ö., Çoban, O., Sınmazçelik, T., Günay, V., "Termal Çevrimlere Maruz Kalan Polimer Kompozitlerde Fiber Oryantasyonunun Eğilme Dayanımı ve Kırılma Morfolojisine Etkisi", **14. Uluslararası Metalurji ve Malzeme Kongresi Özet Kitabı, 14. Uluslararası Metalurji ve Malzeme Kongresi, İstanbul, 39, (2008).**
11. Bora, M.Ö., Çoban, O., Sınmazçelik, T., Günay, V., "Termal Çevrimlere Maruz Kalan Polimer Matrisli Kompozitlerde Fiber Oryantasyonunun Viskoelastik Özelliklere Etkisi", **14. Uluslararası Metalurji ve Malzeme Kongresi Özet Kitabı, 14. Uluslararası Metalurji ve Malzeme Kongresi, İstanbul, 215, (2008).**
12. Bora, M.Ö., Çoban, O., Sınmazçelik, T., Günay, V., "Termal Yaşlandırılmış Polimer Matrisli Kompozitlerde Fiber Oryantasyonunun Yüzey Çizilme Dayanımına Etkisi", **14. Uluslararası Metalurji ve Malzeme Kongresi Özet Kitabı, 14. Uluslararası Metalurji ve Malzeme Kongresi, İstanbul, 216, (2008).**
13. Bora, M.Ö., Çoban, O., Sınmazçelik, T., Cürgül, İ., Günay, V., "On The Life Time Prediction of Repeatedly Impacted Thermoplastic Matrix Composites", **Theplac 2007 International Workshop on Thermoplastic Matrix Composites, Birindisi, İtalya, (2007).**
14. Çoban, O., Bora, M.Ö., Sınmazçelik, T., Cürgül, İ., Günay, V., "Fracture Morphology and Deformation Characteristics of Repeatedly Impacted Thermoplastic Matrix Composites", **Theplac 2007 International Workshop on Thermoplastic Matrix Composites, Birindisi, İtalya, (2007).**
15. Çoban, O., Bora, M.Ö., Sınmazçelik, T., Cürgül, İ., Günay, V., "Tekrarlı Darbelere Maruz Kalan Polimer Kompozitin Kırılma Morfolojisinin Elektron Mikroskobu İle İncelenmesi", **Uluslararası Katılımlı 18. Ulusal Elektron Mikroskopi Kongresi, Eskişehir, (2007).**
16. Çoban, O., Bora, M.Ö., Sınmazçelik, T., Cürgül, İ., "Termal Çevrimlere Maruz Bırakılmış Polimer Kompozitlerin Düşük Enerjili Tekrarlı Darbeler Altındaki Davranışlarının İncelenmesi", **8.Uluslararası Kırılma Konferansı, İstanbul, 369-379, (2007)**
17. Bora, M.Ö., Çoban, O., Sınmazçelik, T., Cürgül, İ., "Farklı Enerjilerde Ardışık Tekrarlı Darbelere Maruz Kalan Polimer Kompozitlerin Darbe Davranışlarının İncelenmesi", **8.Uluslararası Kırılma Konferansı, İstanbul, 380-389, (2007).**
18. Sınmazçelik, T., Çoban, O., Bora, M.Ö., Günay, V., Cürgül, İ., "The Effects Of Thermal Cycles On The Impact Fatigue Properties Of Thermoplastic Matrix Composites", **ECCOMAS Thematic Conference on Mechanical Response of Composites, Portekiz, (2007).**
19. Çoban, O., Sınmazçelik, T., Bayramoğlu, E., Günay, V., "PEI Kompozitlerde Atmosferik Şartların Mekanik, Termal ve Morfolojik Özelliklere Etkisi", **13. Uluslararası Metalurji ve Malzeme Kongresi Özet Kitabı, 13. Uluslararası Metalurji ve Malzeme Kongresi, İstanbul, 1033, (2006).**

ÖZGEÇMİŞ

İzmir’de doğdu. İlk öğrenimini İzmir Aliğa Atatürk İlköğretim Okulu’nda, orta ve lise öğrenimini İzmir Bergama Anadolu Lisesi’nde tamamladı. 2001 yılında girmiş olduğu Kocaeli Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Makine Mühendisliği Bölümü’nden 2005 yılında mezun oldu. Eylül 2005- Temmuz 2007 tarihleri arasında Kocaeli Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Mühendisliği Anabilim Dalı’nda Yüksek Lisans öğrenimini tamamladı. Eylül 2007 tarihinden itibaren Kocaeli Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Mühendisliği Anabilim Dalı’nda Doktora öğrenimini sürdürmektedir.

Aralık 2005 tarihinden itibaren Kocaeli Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Makine Mühendisliği Bölümü’nde Araştırma Görevlisi olarak görev yapmaktadır.