KOCAELİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

POLİMER BİLİMİ VE TEKNOLOJİSİ ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

ÖN KAPLANMIŞ KARBON ELYAF TAKVİYELİ POLİKARBONAT KARMALARININ HAZIRLANMASI VE ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

CEM ÖZKAN

KOCAELİ 2013

KOCAELİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

POLİMER BİLİMİ VE TEKNOLOJİSİ ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

ÖN KAPLANMIŞ KARBON ELYAF TAKVİYELİ POLİKARBONAT KARMALARININ HAZIRLANMASI VE ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

CEM ÖZKAN

Doç.Dr. Ayşe Aytaç
Danışman, Kocaeli Üniv. .....

Prof.Dr. Veli Deniz
Jüri Üyesi, Kocaeli Üniv. .....

Prof.Dr. Mehmet Saçak
Jüri Üyesi, Ankara Üniv. .....

Tezin Savunulduğu Tarih: 07.06.2013

ÖNSÖZ VE TEŞEKKÜR

Bilgisini sabırla aktaran ve her konuda beni destekleyen değerli danışman hocam Doç. Dr. Ayşe Aytaç'a bana güvenerek bu çalışmada yer almamı sağladığı için sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Prof. Dr. Veli Deniz başta olmak üzere tüm bölüm hocalarıma, üniversite hayatım boyunca bana verdikleri emek ve destek için teşekkürlerimi sunarım.

Bilgi ve tecrübeleriyle ufkumu genişleten değerli hocalarım Doç. Dr. Güralp Özkoç'a ve Dr. Sertan Yeşil'e çalışmamıza yaptıkları her türlü destek ve yardımlarından dolayı teşekkür ederim.

Bu çalışmaya 01020.STZ.2011-2 No'lu SAN-TEZ projesi kapsamında sağladığı destek için, Sanayi Bakanlığı'na teşekkürlerimi sunarım.

Başta birlikte çalıştığım proje arkadaşım Nevin Gamze Karslı Yılmaz olmak üzere, yüksek lisans hayatım boyunca destek ve yardımlarını benden esirgemeyen Şebnem Kemaloğlu Doğan ve Hümeyra Şirin'e sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Pratikte ve teorikte tez çalışmama elinden geldiği kadar destek veren kadim dostum Şahin Altundal'a teşekkürlerimi sunarım.

Sevgili annem, babam ile kardeşim Pelin Özkan ve kuzenim Efe Büyükbaşaran başta olmak üzere tüm aileme bana duydukları sonsuz güven ve destekleri için sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Tanıdığım günden itibaren her zaman yanımda olan ve her konuda sabırla, anlayışla bana yardım eden sevgili Sibel Yıldız'a sonsuz teşekkürler...

Mayıs - 2013 Cem Özkan

İÇİNDEKİLER

ÖNSÖZ VE TEŞEKKÜR i
İÇİNDEKİLER ii
ŞEKİLLER DİZİNİ iv
TABLOLAR DİZİNİ vi
SİMGELER DİZİNİ VE KISALTMALAR vii
ÖZET viii
ABSTRACT ix
GİRİŞ 1
1. GENEL BİLGİLER 3
1.1.Karma Malzemeler 3
1.2. Takviye Malzemelerine Göre Karma Malzemeler 5
1.2.1. Lif takviyeli karmalar 7
1.2.2. Parçacık takviyeli karmalar 7
1.2.3. Tabakalı karmalar 8
1.3. Karma Malzemelerin Özellikleri 8
1.4. Polikarbonat (PC) 9
1.5. Karbon Elyaf (KE) 13
1.5.1. KE üretimi 16
1.5.1.1. PAN elyafının çözeltiden çekme yöntemi ile üretilmesi 17
1.5.1.2. PAN elyafının eriyikten çekme yöntemi ile üretilmesi 18
1.5.2. KE üretim basamakları 19
1.5.2.1. Oksidasyon 19
1.5.2.2. Karbonizasyon ve grafitizasyon 20
1.5.2.3. KE yüzey işlemi 21
1.5.3. Yüzey işlemi ve elyaf özelliklerine etkisi 21
1.5.3.1. Ön kaplama 22
1.6. Kullanılan Karma Malzeme Üretim Yöntemleri 24
1.6.1. Ekstruzyon 24
1.6.2. Enjeksiyonlu kalıplama 25
1.7. Kullanılan Karakterizasyon Yöntemleri 26
1.7.1. Çekme testi 26
1.7.2. Darbe testi 27
1.7.3. Fourier dönüşümlü kızılötesi spektrofotometresi (FTIR) 27
1.7.4. Taramalı elektron mikroskopisi (SEM) 28
1.7.5. Termogravimetrik analiz (TGA) 29
2. LİTERATÜRDEKİ KE İLE PC ARASINDAKİ ETKİLEŞİMİN İYİLEŞTİRİLMESİ İÇİN YAPILAN ÇALIŞMALARIN ARAŞTIRILMASI 31
3. MALZEME VE YÖNTEM 37
3.1. Malzemeler 37
3.2. Karmaların Üretimi ve Karakterizasyon Yöntemleri 38

3.2.1. Karmaların üretilmesi 38
3.2.2. Termogravimetrik analiz (TGA) 39
3.2.3. Fourier dönüşümlü kızılötesi spektrofotometresi (FTIR) 39
3.2.4. Darbe testi 40
3.2.5. Çekme testi 40
3.2.6. Taramalı elektron mikroskopisi (SEM) 41
3.2.7. Elyaf boyu dağılımı analizi 41
3.2.8. Elektriksel özelliklerin tayini 42
4. BULGULAR VE TARTIŞMA 44
4.1. Karbon Elyaf Karakterizasyonu 44
4.1.1 Termogravimetrik analiz (TGA) 44
4.1.2. Fourier dönüşümlü kızılötesi spektrofotometresi (FTIR) 45
4.2. Karbon Elyaf Takviyeli Polikarbonat Karmaların Karakterizasyonu 49
4.2.1. Darbe testi 49
4.2.2. Çekme testi 52
4.2.3. Elyaf boyu dağılımı 61
4.2.4. Elektriksel özelliklerin ölçümü 64
4.2.5. Taramalı elektron mikroskopisi (SEM) 65
5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER 67
KAYNAKLAR 70
KİŞİSEL YAYIN VE ESERLER 77
ÖZGEÇMİŞ 78

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1. Karma bir malzemeyi oluşturan bileşenlerin şematik gösterimi 4
Şekil 1.2. Karma malzemelerin şematik gösterimi 5
Şekil 1.3. Karma malzemelerin sınıflandırılması 6
Şekil 1.4. Elyaf takviyeli karmalarda yönlenme çeşitleri (a) Tek boyutlu, (b) İki boyutlu, (c) Üç boyutlu yönlenme 6
Şekil 1.5. Çok miktarda karma malzemeden oluşmuş (a) Amerika Birleşik Devletleri Hava Kuvvetleri B-2 gizli bombardıman uçağı, (b) Malzemeleri 9
Şekil 1.6. Motosiklet kaskı ve içerdiği bileşenler 9
Şekil 1.7. Bisfenol A–Polikarbonat yapısı 10
Şekil 1.8. PC sentez yöntemleri (a) Arayüzey süreci, (b) Transesterifikasyon tepkimesi 12
Şekil 1.9. PAN temelli ve zift temelli KE üretim şeması 14
Şekil 1.10. Islak çekme yöntemiyle ön PAN elyafın üretiminin şematik gösterimi 14
Şekil 1.11. BASF'ın geliştirdiği eriyikten çekme prosesinin akış diyagramı 17
Şekil 1.12. PAN prekursörün kararlı yapıya geçişi ve en sık rastlanan fonksiyonel gruplar 19
Şekil 1.13. PAN prekursör elyafının sürekli oksidasyon prosesi 20
Şekil 1.14. Karbonize olmuş kararlı ön elyafın üretimi için kullanılan fırının şematik gösterimi 20
Şekil 1.15. Ekstruder çeşitleri (a) Çift vidalı ekstruder, (b) Tek vidalı ekstruder 25
Şekil 1.16. Enjeksiyonlu kalıplama sürecinin basamakları (a) Eriyik hale getirilen malzemenin vidada ilerlemesi, (b) Kalıbın dolması (c) Kalıbın soğutulması ve vidanın geri giderek yeni beslemenin gerçekleşmesi, (d) Yeni beslemenin vidada eriyik hale getirilerek vidada ilerlemesi ve kalıbın açılması ile ürün eldesi 26
Şekil 1.17. Tipik bir çekme testi cihazı 26
Şekil 1.18. FTIR cihazının çalışma prensibi 28
Şekil 1.19. SEM cihazının çalışma mekanizması 29
Şekil 1.20. TGA cihazının fırın bölümü 30
Şekil 3.1. DSM Xplore mini ekstuder 38
Şekil 3.2. DSM Xplore enjeksiyonlu kalıplama cihazı 39
Şekil 3.3. Perkin Elmer Spectrum 100 FTIR cihazı 39
Şekil 3.4. Instron Ceast 9050 darbe cihazı 40
Şekil 3.5. Shimadzu 100 kN çekme testi cihazı 40
Şekil 3.6. Elyaf boyu dağılımı analizi için kül fırınında yakılan numunelerden geriye kalan ve incelenecek olan kısım 41
Şekil 3.7. Elyaf boyu dağılımı analizi için elde edilen görüntüler (a) Optik mikroskoptan alınan görüntü, (b) Siyah-beyaz, (c) Bilgisayar yazılımının elyaf boylarını hesaplayacağı son görüntü 42
Şekil 3.8. Elektriksel iletim ölçümlerinde kullanılan test numuneleri 43

Şekil 4.1. Bütün karbon elyaf türlerinin izotermal TGA termogramı 44
Şekil 4.2. PC ana yapısının FTIR analizi spektrumu 46
Şekil 4.3. PU ve Alt_PU bazlı ön kaplama malzemesi ile kaplanan elyafa ait FTIR analizi spektrumu 46
Şekil 4.4. PA bazlı ön kaplama malzemesi ile kaplanan elyafın ve kaplanmamış elyafın FTIR analizi spektrumları 47
Şekil 4.5. P ve EP/P bazlı ön kaplama malzemesi ile kaplanan elyafa ait FTIR analizi spektrumları 48
Şekil 4.6. PI bazlı ön kaplama malzemesi ile kaplanan elyafa ait FTIR analizi spektrumu 48
Şekil 4.7. PC kaplama miktarı-darbe dayanımı grafiği (a) %1 kaplama, (b) %2 kaplama, (c) %3 kaplama 51
Şekil 4.8. PC karmaların darbe dayanımının takviye edici karbon elyafın kaplama miktarı ile değişimi grafiği 52
Şekil 4.9. KE takviyeli karmaların gerilim-gerinim eğrileri (a) Saf polikarbonat ile karbon elyaf takviyeli karmaların karşılaştırılması, (b) Karmaların karşılaştırılması 53
Şekil 4.10. Kaplama miktarı-çekme dayanımı grafiği (a) %1 kaplama, (b) %2 kaplama, (c) %3 kaplama 55
Şekil 4.11. Kaplama miktarı-kopma uzaması grafiği (a) %1 kaplama, (b) %2 kaplama, (c) %3 kaplama 57
Şekil 4.12. Karbon elyaf takviyeli karmalarda kaplama türü/kalınlığı-çekme dayanımı karşılaştırılması 58
Şekil 4.13. KE takviyeli karmalarda kaplama türü/kalınlığı-kopma uzaması karşılaştırılması 59
Şekil 4.14. Kaplama miktarı-özdayanım grafikleri (a) %1 kaplama, (b) %2 kaplama (c) %3 kaplama 60
Şekil 4.15. KE takviyeli karmalarda kaplama türü/miktarı-özdayanım karşılaştırma grafiği 61
Şekil 4.16. Elyaf türlerinin boyut dağılımı karşılaştırılması (a) 0-125µ aralığı, (b) 125-375 µ aralığı, (c) 0-500µ aralığı karşılaştırmaları 63
Şekil 4.17. Karmaların elektriksel iletkenlik değerleri 64
Şekil 4.18. KE ile takviye edilen PC karmaların SEM görüntüleri (a) Kaplanmamış, (b) Alt_PU, (c) PU ile kaplanmış 65
Şekil 4.19. KE ile takviye edilen PC karmalarının SEM görüntüleri (a) PU, (b) EP/P, (c) P ile kaplanmış 66

TABLOLAR DİZİNİ

Tablo 1.1. Polimerik ana yapılı karmalarda ana yapı olarak kullanılan bazı polimerler 5
Tablo 1.2. Karma malzemelerde yaygınca kullanılan elyaf türlerinin çeşitli özellikleri..... 7
Tablo 1.3. Ticari KE türlerinin bazı özellikleri..... 15
Tablo 1.4. PAN bazlı ön KE üretimi için akrilonitril ile kopolimerizasyon yapılan monomerler 16
Tablo 1.5 Yüzey oksidasyon ve kaplama işleminin karbon elyaf özelliklerine etkisi 23
Tablo 3.1. Kullanılan ana yapı olan Wonderlite PC-110'un özellikleri 37
Tablo 3.2. Kullanılan KE türlerinin kısaltmaları 38
Tablo 4.1. Kullanılan KE türlerinin TGA sonucunda elde edilen ağırlık kaybı değerleri 45

SİMGELER DİZİNİ VE KISALTMALAR

BPA : Bisfenol A
KE : Karbon elyaf
MA : Moleküler ağırlık (g/mol)
M_n : Sayıca ortalama molekül ağırlık (g/mol)
PC : Polikarbonat
T_g : Camsı geçiş sıcaklığı (^oC)

Kısaltmalar

ASTM : American Society for Testing and Materials (Amerikan Test ve Malzemeler Derneği)
ISO : International Organization for Standardization (Uluslarası Standartlar Teşkilatı)

ÖN KAPLANMIŞ KARBON ELYAF TAKVİYELİ POLİKARBONAT KARMALARININ HAZIRLANMASI VE ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

ÖZET

Günümüzde birçok uygulama alanında değişik tür ve yapıda karma (kompozit) malzemeler kullanılmakta ve elyaf takviyeli polimerik karmaların kullanımı da son zamanlarda artmaktadır. Polikarbonat (PC) şeffaflık, tokluk, peklik, boyutsal kararlılık, kolay işlenebilirlik, kolay boyanabilirlik ve ısı/alev dirençliliği gibi özelliklere sahip termoplastik bir poliesterdir. Karbon elyaf (KE) ise düşük yoğunluk, iyi elektriksel iletkenlik, yüksek özdayanım (modül) ve çekme dayanımı gibi özelliklere sahip takviye edici bir malzemedir. Bilindiği gibi, elyaf takviyeli karmalarda, istenilen malzeme özelliğine ulaşmak için, elyaf ve ana yapı arasında iyi bir etkileşim olması gerekmektedir. Bu çalışmada, ana yapı olarak PC kullanılması durumunda, ara yüzey etkileşimini ve malzemenin özelliklerini iyileştirmek için kullanılması gereken en uygun KE ön kaplama malzemesinin ve miktarının belirlenmesi amaçlanmıştır. Bunun için, %1-2-3 kaplama miktarlarında, altı farklı ön kaplama malzemesi ile ön kaplanmış KE ve kaplanmamış KE takviye malzemesi olarak kullanılmıştır. Ön kaplama malzemeleri olarak iki farklı poliüretan cinsi, epoksi-fenoksi, fenoksi, poliamit ve poliimit ön kaplama malzemeleri seçilmiştir. Ağırlıkça %30 oranında KE içeren PC karmalar, laboratuvar tipi çift vidalı ekstruderde üretilmiş ve enjeksiyonlu kalıplama yöntemi ile kalıplanarak elde edilmiştir. Elyaf ile ana yapı arasındaki etkileşim çeşitli mekanik, morfolojik ve ısıl testler ile incelenmiştir. Yapılan incelemeler sonucunda PC ana yapısında kullanılacak KE için en uygun ön kaplama malzemelerinin EP/P ve P ön kaplama malzemelerinin olduğu belirlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Ara yüzey, Karbon elyaf, Karma malzemeler, Ön kaplama, Polikarbonat.

PREPRATION AND INVESTIGATION OF THE PROPERTIES OF SIZED CARBON FIBERS REINFORCED POLYCARBONATE COMPOSITES

ABSTRACT

Nowadays, different types of composites are used in many application area and Use of fiber reinforced polymeric composites are increased recently. Polycarbonate (PC) is a thermoplastic polyester which exhibits many excellent properties such as transparency, toughness, stiffness, dimensional stability, easy proccessable and flame resistance. Carbon fiber (CF) is a reinforcement material which exhibits low density, good electrical conductivity, high modulus and tensile strength properties. As known, there should be a good interaction between fiber and matrix to reach the desired material properties in the fiber reinforced composites. The aim of this study is to determine the appropriate sizing type and the amount of sizing in order to improve the interfacial adhesion and properties of PC based composite. For this purpose, an unsized CF and CFs which were sized six different types of sizing materials were used as reinforcement materials. CFs were sized with sizing materials at 1, 2, 3% loading level. Epoxy-phenoxy, phenoxy, polyamide, polyimide, two different types of polyurethane were chosen as sizing materials. The composites included 30%wt CF, were prepared by using laboratory scale twin screw extruder and moulded by using injection moulding machine. The interaction between fiber and matrix was investigated by using various mechanical, morphological and thermal analysis. According to the results, the most appropriate sizing materials for PC matrix are determined as EP/P and P sizing materials.

Keywords: Interface, Carbon fiber, Composites, Sizing, Polycarbonate.

GİRİŞ

Günümüzde birçok uygulama alanında değişik tür ve yapıda karma malzemeler kullanılmakta ve hızla gelişen teknoloji içerisinde elyaf takviyeli karma malzemeler önemli bir yer tutmaktadır. Dolayısıyla karma malzemelerin özelliklerinin belirlenmesi ile ilgili yapılan çalışmaların sayısı da gün geçtikçe artmaktadır [1].

Elyaf takviyeli karma malzemeler, genel olarak takviye edici elyaf, ana yapı ve bu iki bileşen arasındaki ara bölgeden oluşmaktadır. Bu tür karamalarda ana yapı olarak genellikle termoplastik ve termoset polimerler kullanılmaktadır. Termoplastik anayapılar, düşük su absorpsiyonu, yüksek sıcaklıklarda kimyasal direnç, yüksek darbe dayanımı, şekillendirilebilirlik, boyutsal kararlılık ve geri dönüşüm gibi özellikleri sayesinde, son zamanlarda karma malzeme imalatında tercih edilmektedirler [2-4].

Bu çalışmada ana yapı olarak polikarbonat (PC) ve takviye edici elyaf olarak da karbon elyaf kullanılmıştır. PC şeffaflık, tokluk (toughness), peklik (stiffness), boyutsal kararlılık, kolay işlenebilirlik, kolay boyanabilirlik ve ısı/alev dirençliliği gibi özelliklere sahip termoplastik bir poliesterdir [5, 6].

Karbon elyaf (KE) ise düşük yoğunluk, gelişmiş elektriksel iletkenlik, yüksek modül (özdayanım) ve çekme dayanımı gibi özelliklerinden dolayı karma (kompozit) malzemelerde takviye edici bir malzeme olarak kullanılmaktadır [5, 7].

KE takviyeli karmalarda özellikler, elyaf ve ana yapıya bağlı olduğu kadar bu iki bileşen arasındaki etkileşimin kuvvetine de bağlıdır. Elyaf ile ana yapı arasında iyi bir etkileşim oluşmaz ise, karma malzemeye uygulanan yük elyaftan ana yapıya veya ana yapıdan elyafa iletilemez ve malzemenin mekanik özellikleri olması gerekenden daha düşük olur [3, 4].

Elyaf ile ana yapı arasındaki ara yüzey etkileşimini geliştirmek için genellikle elyaf yüzey işlemleri ya da ana yapı değişiklikleri (modification) işlemleri uygulanmaktadır. Elyaf yüzey modifikasyonlarından biri ön kaplama (sizing) işlemidir. Bu çalışmada farklı kaplama malzemeleri ile ön kaplanmış KE türlerinin PC karmalarının özelliklerine etkileri incelenmiştir [4, 8].

Çalışmada, %1-2-3 kaplama miktarlarında, altı farklı ön kaplama malzemesi ile ön kaplanmış KE ve kaplanmamış KE takviye malzemesi olarak kullanılmıştır. Ön kaplama malzemeleri olarak iki farklı poliüretan cinsi, epoksi-fenoksi, fenoksi, poliamit ve poliimit esaslı kaplama malzemeleri seçilmiştir. Ağırlıkça %30 oranında KE içeren PC karmalar, laboratuvar tipi çift vidalı ekstruderde üretilmiş ve enjeksiyonlu kalıplama yöntemi ile kalıplanmıştır.

Üretilen örneklerin mekanik özellikleri, darbe dayanımları ölçülmüş, yüzey morfolojileri ise taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile değerlendirilmiştir. Ayrıca farklı kaplama malzemeleri ile kaplanan elyaf takviyeli karmalara elyaf boyu dağılımı analizi yapılmıştır. Bunların yanında karmaların elektriksel özellikleri 2 nokta prob testi ile incelenmiştir.

Bölüm 1'de karma malzeme ve karma malzemenin ana yapısını oluşturan PC ve takviye edici olarak kullanılan KE ile ilgili genel bilgiler verilmiştir. Daha sonra KE takviyeli PC karmalarda, özelliklerin geliştirilmesi için yapılan KE modifikasyonlarına yönelik çalışmaları içeren literatür çalışmalarına yer verilmiştir. Ayrıca yine Bölüm 1'de çalışmada kullanılan deneysel teknikler ve cihazların çalışma prensibi hakkında temel bilgilere değinilmiştir. Bölüm 2'de kullanılan malzemelerin genel özellikleri ve karmaların hazırlaması ile karmaların karakterizasyonu yöntemleri ile ilgili detaylı bilgiler verilmiştir. Bölüm 3'te deneysel bulgular verilmiş ve sebep sonuç ilişkileri tartışılmıştır. Bölüm 4'te ise çalışma sonucu elde edilen genel sonuçlar derlenmiştir.

Bu çalışmanın amacı gelişen teknolojiyle birlikte kullanımı günden güne artmakta olan, PC ana yapılı karma malzemelerin, özelliklerin geliştirilmesi amacıyla kullanılacak en uygun KE ön kaplama malzemesinin ve miktarının belirlenmesidir. Yapılan çalışma ile ön kaplama işleminin karmaların mekanik, morfolojik ve elektriksel özellikleri nasıl etkilediği incelenmiştir.

1. GENEL BİLGİLER

1.1. Karma Malzemeler

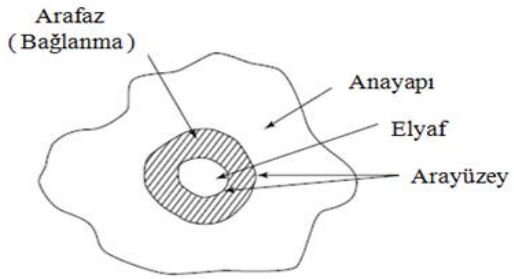
İki veya daha fazla malzemenin bir arada kullanılmasıyla oluşturulan ve kendisini oluşturan malzemelerden farklı özelliklere sahip olan malzemelere karma malzeme denir. Karma malzemeler genel olarak aşağıdaki özelliklere sahiptir [9];

- Mikroskopik olarak homojen olmayan malzemelerdir,
- Performansı kendi aralarında farklılık göstermektedir,
- Oldukça yüksek performansa sahip olmalıdır,
- Kendisini oluşturan bileşenlerin bileşimi %10'dan fazla olmalıdır [9].

İlk geliştirilen polimerik esaslı karma malzeme cam elyaf takviyeli polimerik karmalardır. 1940'larda Amerikan ordusu için üretilen radar ve savaş uçaklarının benzin tankları cam elyaf takviyeli poliesterin el yatırması yöntemi ile üretilmesine ilk örnektir. Bu üretimden sonra cam elyaf takviyeli karmalar gündelik uygulamalarda ve mühendislik uygulamalarında kullanılmaya başlanmıştır [9].

1960'lara gelindiğinde ise insanlar cam elyaf takviyeli plastiklerin ağırlığından ve özdayanım değerlerinin düşük olmasından şikayetçi olmaya başlamışlardır. Havacılık endüstrisi gibi ileri teknoloji gereksinimleri olan sektörler yüksek özdayanım ve dayanıma sahip malzemelere gereksinim duymaya başlamışlardır. Bu yüzden KE ve poliamit elyaf geliştirilmiştir. Günümüzde karma malzemelerin kullanım miktarı megatonu bulmaktadır. ABD'de 1,5 milyon ton, Avrupa'da 1,4 milyon ton ve Japonya'da 0,7 milyon ton gibi bir kullanım söz konusudur [9].

Şekil 1.1'de karma bir malzemeyi oluşturan bileşenlerin şematik gösterimi verilmiştir. Ana yapı ile elyaf arasındaki kısım ara yüzeyi oluşturmaktadır. Ara yüzey fazı malzemenin özelliklerine etki etmektedir. Çünkü malzemeye bir yük uygulandığında bu yük, ana yapı ve takviye edici malzeme arasındaki bu bölge aracılığıyla taşınmaktadır. Karma malzemelerin hepsinde ara yüzey bulunmaktadır [10].



Şekil 1.1. Karma bir malzemeyi oluşturan bileşenlerin şematik gösterimi [10]

Genel olarak karma malzemelerde üç basit fiziksel bölgeden söz edilmektedir. Bunlardan ilki ana yapı denilen sürekli kısım, ikincisi ana yapı tarafından çevrelenmiş takviye edici malzeme ve son olarakta takviye edici ile ana yapı arasındaki arayüzeydir. Makroskopik olarak incelendiğinde karma malzemelerin özellikleri kendisini oluşturan ana yapı ve takviye edici malzemelerin özelliklerinden farklıdır. Mikroskopik olarak ise ana yapı ile takviye edici malzeme arasındaki arayüzey etkileşimi de karma malzemelerin özelliklerini etkileyen ana faktörlerdendir. Dolayısıyla bu üç farklı bölge yapısı, doğası gereği kendi aralarındaki etkileşimleri, oluşan karma malzemenin performansını ve özelliklerini belirler [9].

Karma malzemeler birçok farklı şekilde sınıflandırılmaktadır. Takviye edici malzeme ve ara yapı türüne göre veya üretim şekline göre sınıflandırmalar bulmak mümkündür. Karma malzemelerin ana yapı malzeme tipine göre sınıflandırılması aşağıda verilmiştir [9].

- Metal ana yapılı karmalar,
- Seramik ana yapılı karmalar,
- Polimerik ana yapılı karmalardır.

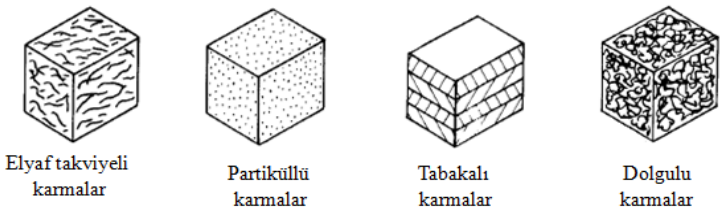
Bu malzeme tipleri de kendi içlerinde çeşitli sınıflara ayrılmaktadırlar. Polimerik ana yapılı karmalar termoplastik ve termoset ana yapılı karmalar olarak sınıflandırılır. Tablo 1.1'de polimerik ana yapı olarak kullanılan bazı ana yapıların özellikleri ve isimleri verilmiştir. Bir başka sınıflandırma ise takviye edici malzeme türüne göre yapılmaktadır [9]. Bunlar;

- Sürekli elyaf takviyeli,

- Kısa elyaf takviyeli,
- Plaka takviyeli,
- Partikül takviyeli,
- Nano malzeme tavkviyeli karma malzemeler olarak sınıflandırılır. Bu sınıflandırma Şekil 1.2'de şematik olarak gösterilmiştir.

Tablo 1.1. Polimerik anayapılı karmalarda ana yapı olarak kullanılan bazı polimerler [10]

Ana yapı	İşleme sıcaklığı (^{o}C)	En yüksek kullanım sıcaklığı (^{o}C)
	Termoset	
Epoksi	150	125
Fenoksi	250	200
	Termoplastik	
Poliamit	250	100
Polikarbonat	280	100
Polieter eter keton	370	175
Poliimit	370	300
Polisülfon	325	180
Polisülfit	300	150
Poliamit-imit	325	200
Polieterimit	400	275

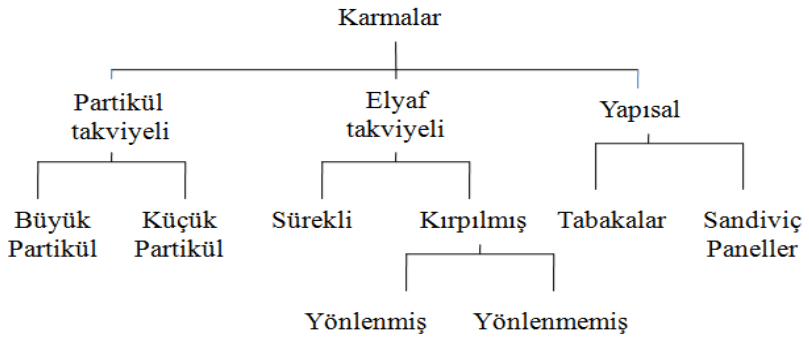


Şekil 1.2. Karma malzemelerin şematik gösterimi [10]

1.2. Takviye Malzemelerine Göre Karma Malzemeler

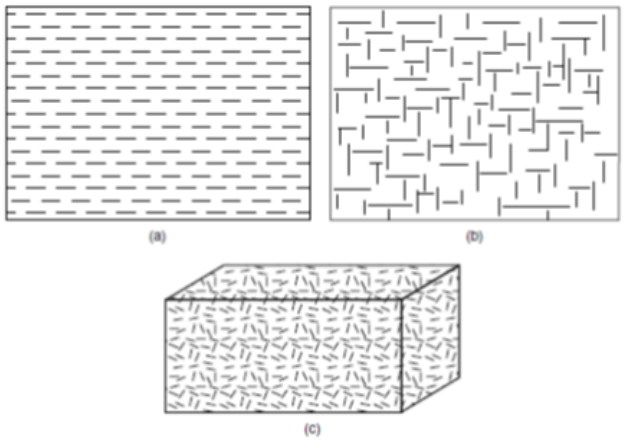
Şekil 1.3'te takviye edilmiş karma malzeme türleri görülmektedir. Bu sınıflandırmaya göre Elyaf takviyeli karma malzemeler sürekli ve kırpılmış olmak üzere iki gruba ayrılmaktadır. Sürekli elyaf takviyeli karmalarda elyaf kırpılmamıştır (bundle) ve istenilen boyutlara göre kesilmiş bir halde kullanılmaktadır. Sürekli elyaf

genellikle epoksi gibi termoset malzemelerle beraber karma malzeme üretiminde kullanılırlar ve bu karmalarda takviye edici görevindedirler [10].



Şekil 1.3. Karma malzemelerin sınıflandırılması [10]

Kırpılmış (chopped) elyaf takviyeli karma malzemeler ise daha geniş bir kullanım alanına sahiptir. Bu tür takviye edici elyaf kullanıldığında karma malzemenin özelliklerini etkileyen dört ana faktör vardır. Bunların başında elyaf yönlenmesi gelir. Şekil 1.4'te elyafın ana yapı içinde yönlenme durumları gösterilmiştir. Liflerin yönlenme doğrultusu karmaların mekanik ve fiziksel özelliklerinin en iyi olduğu düzlemdir. Bu yapıda elyafın özellikleri her doğrultuda farklıdır. Diğer iki etken ise elyaf boyu ve elyaf geometrisidir. Bu etkenler karmaların bükülme özelliklerini belirler. Son etken ise elyafın takviye edebilme kabiliyetidir. Burada ise en önemli nokta elyaf ile ana yapı arasındaki ara yüzey etkileşimidir [10]. Karma malzemelerin özelliklerini etkileyen bu faktörler dışında takviye edici elyafın yapısal özellikleri de oluşturulan karma malzemenin özelliklerine etki edebilmektedir.



Şekil 1.4. Elyaf takviyeli karmalarda yönlenme çeşitleri (a) Tek boyutlu, (b) İki boyutlu, (c) Üç boyutlu yönlenme [10].

1.2.1. Lif takviyeli karmalar

Bu tür karmalar, liflerin ana yapı içinde dağıtılmasıyla oluşmaktadır. Bu tür karmalarda liflerin yönlenme doğrultusundaki özellikleri geliştirilmiştir. Liflerin dayanımı karma yapının dayanımı açısından çok önemlidir. Ayrıca, liflerin uzunluk/çap oranı arttıkça ana yapı tarafından liflere iletilen yük miktarı artmaktadır. Tablo 1.2'de karma malzemelerde yaygın olarak kullanılan liflerin çeşitli özellikleri verilmiştir.

Takviye edici elyafın cinsine göre elyaf takviyeli karmalar aşağıda görüldüğü gibi de sınıflandırılabilmektedir [10]. Bunlar;

- KE takviyeli,
- Cam elyaf takviyeli,
- Organik elyaf takviyeli,
- Boron elyaf takviyeli karmalardır.

Tablo 1.2. Karma malzemelerde yaygınca kullanılan elyaf türlerinin çeşitli özellikleri [10]

Elyaf	**Yoğunluk (g/cm^3)**	**Erime noktası (°C)**	**Spesifik Modül (GPa – cm^3/g)**	**Spesifik Çekme Dayanımı (MPa–cm^3/g)**
Alüminyum	2,7	660	27	230
Çelik	7,87	1621	25	530
Titanyum	4,27	1668	24	410
Tungsten	19,3	3410	21	220
Boron	2,36	2100	192	1500
Karbon	1,5	3700	114	1570
Cam	2,55	1650	28	1360
Kevlar	1,44	500	2,5	730
Polipropilen	0,9	154	1,8	77

1.2.2. Parçacık takviyeli karmalar

Ana yapı içinde bir başka malzemenin, 100 μm'den daha küçük parçacıklarının dağılmasıyla elde edilirler. Bu tür karmalar izotrop yapılardır. Yapının dayanımı parçacıkların sertliğine bağlıdır.

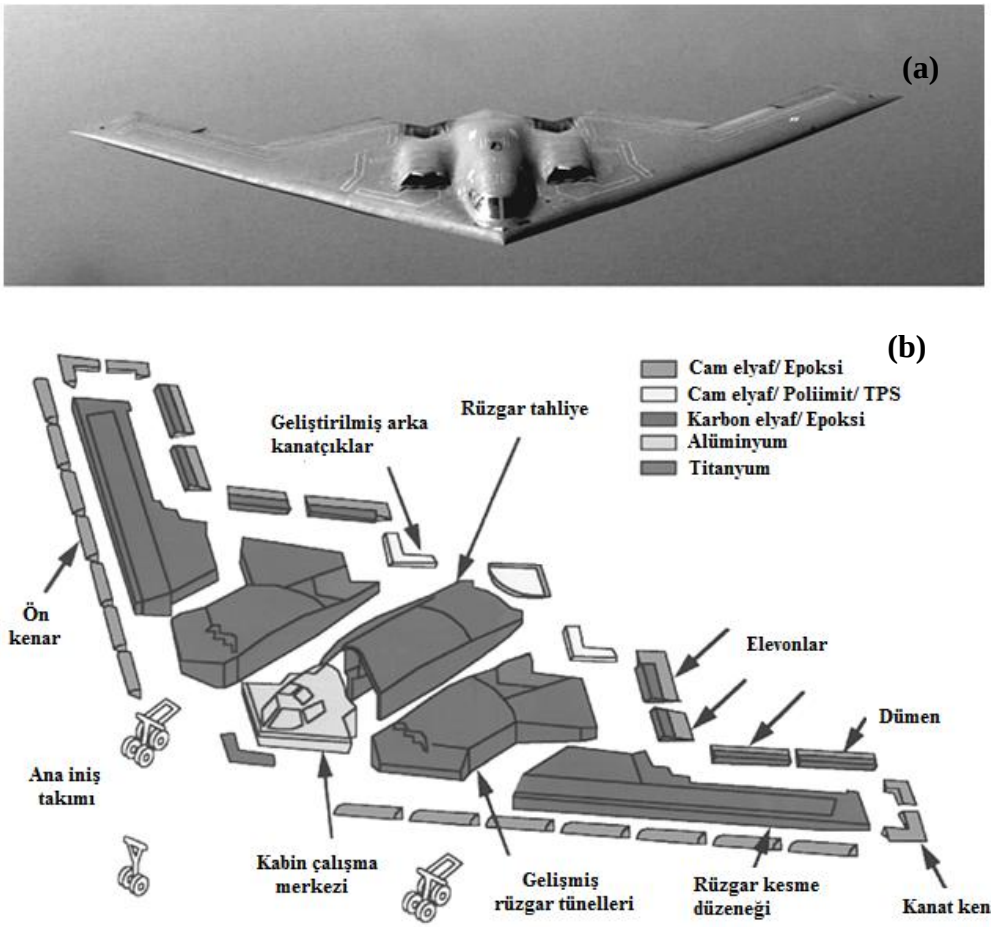
1.2.3. Yapısal karmalar

Bu tür karma malzemeler en eski karma malzemelerdir. Farklı elyaf yönlenmelerine sahip tabakaların bileşimi ile bu tip karma malzemelerin özelliklerinin arttırılması hedeflenmektedir. Tabakalı karmalar ve sandiviç paneller bu karma türü sınıfındadırlar.

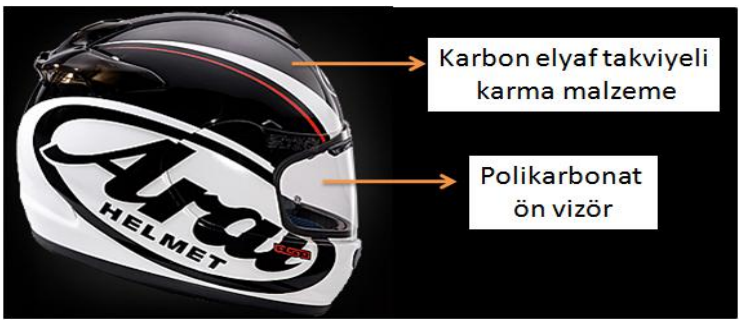
1.3. Karma Malzemelerin Özellikleri

Karma malzemelerinin sınıflandırılması bölümünden görüldüğü gibi, bu malzemelerin çok farklı çeşitleri ve karakteristik özellikleri vardır. Bunun yanında karma malzemelerin bazı ortak özellikleri de bulunmaktadır. Polimerik ana yapılı karmaların önemli özellikleri aşağıda gösterilmektedir [9]. Ayrıca Şekil 1.5'te ve Şekil 1.6'da karma malzmemelerin kullanım alanlarına örnekler verilmiştir.

- Yüksek dayanım ve yüksek modul,
- Yüksek yorulma direnci,
- Kolay işleme teknikleri,
- Uygulamaya göre şekillendirilebilen özellikler,
- Hafiflik,
- Boyutsal kararlılık,
- Yüksek ısı dayanımı,
- İyi elektriksel özellikler [10] olarak sıralanabilir.



Şekil 1.5. Çok miktarda karma malzemeden oluşmuş (a) Amerika Birleşik Devletleri Hava Kuvvetleri B-2 gizli bombardıman uçağı, (b) Malzemeleri [10]



Şekil 1.6. Motosiklet kaskı ve içerdiği bileşenler [11]

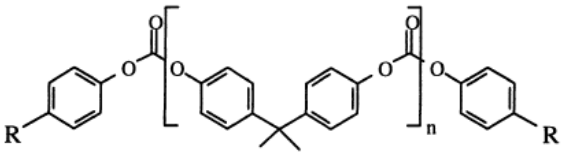
1.4. Polikarbonat (PC)

Bu çalışmada termoplastik bir polimer olan PC, üretilecek ve incelenecek karma malzemelerin ana yapısı olarak seçilmiştir. Çünkü, PC bir çok farklı özelliği bünyesinde barındıran üstün bir polimerdir. Bununla birlikte karma malzemelerde kullanımı gün geçtikçe artmaktadır. Dolayısıyla, KE takviyeli PC karmalarında ara yüzey etkileşiminin incelenmesi de önem kazanmaktadır.

Genellikle aromatik diol ile karbonik asitlerden elde edilen PC, lineer poliesterler sınıfının bir üyesidir. Ticari olarak PC, amorf yapılı, yüksek camsı geçiş sıcaklığına (T_g) sahip, eriyik halde işlenebilen, yüksek şeffaflık ve tokluğa sahip bir polimerdir [12].

Ticari olarak PC bisfenol A olarak bilinen 2,2-di(4-hidroksifenil)propan'dan elde edilmektedir.

PC'ler ilgi çekici ve ticari olarak başarılı olmuş polimerlerdir. Yüksek ısı kapasitesi, yüksek şeffaflık özellikleri ve gelişmiş tokluğu dolayısıyla PC'lerin yeni ticari kullanım alanlarına uyarlanması için bu polimere akademik ilgi gün geçtikçe artmaktadır. Aromatik PC'ler literatüre ilk defa 100 yıl kadar önce girmiş olsa da, bu ürünlerle ilgili patent sayısı gün geçtikçe artmaya devam etmektedir [12, 13].



Şekil 1.7. Bisfenol A-Polikarbonat yapısı

1881 yılında Birnabaum ve Lurie adındaki bilimadamları PC'nin elde edildiği tepkimeyi raporlamışlardır. Bu bilimadamları fenol kristalini (resorcinol), fosgen ve piridini tepkimeye sokmuştur ve karbonat yapısı elde etmişlerdir. 1898 yılında Einhorn bu çalışmayı tekrarlamış fakat hidrokuinon (hudroquinone) ve katekol (catechol) kullanmıştır. Bu iki metot sentetik PC üretiminin ilk basamaklarıdır. 1930 yılında, Carothers PC sentez çalışmalarının sonuçlarını yayınlamıştır. P-ksilen glikol içeren alifatik diollerden ve dietil karbonattan PC doğrudan sentezlenmiştir. Polimerlerin kullanılır olmaları için kristalin fakat düşük erime noktalarına sahip olmaları gerektiği belirtilmiştir [12, 13].

Bisfenol A (BPA)'dan PC ilk defa 1953 yılında GE'den kimyager Daniel Fox ve Bayer'den Herman Schnell tarafından hazırlanmıştır. Camsı yapısı ilk olarak göze çarpan eşsiz karakteristik özelliği olarak tanımlanmıştır, berraklık, yüksek T_g ve darbe dayanımı diğer karakteristik özellikleridir. 10 yıl içinde bu firmalar gerekli yatırımı yaparak BPA'dan PC üretip satmaya başlamıştır. Almanya'da 1959 yılından

itibaren Bayer'in Makrolon ticari adıyla sunduğu PC satılmaya başlamıştır. General Electric ise bunlardan bağımsız olarak difenil karbonat (DPC) ile bisfenolün transesterifikasyonu sonucu eriyik polimerizasyon yöntemini geliştirmiştir. Bu ürün 1960 yılında ABD pazarına Lexan adıyla girmiştir [27]. PC üzerinde ilk çalışmalar üretim prosesini geliştirmek ve BPA ile benzer diğer monomerlerle PC üretip özelliklerin gelişimini incelemektir [13].

70'li ve 80'li yıllar PC'nin ticari olarak ana ürün olmasının başlangıcıdır. PC çalışmaları optik karakteristik, elektriksel özellikler, kimyasal kararlılık, alev geciktiricilik, işlenebilirlik ve reoloji ve mekanik özellikler üzerine yoğunlaşılmıştır. 90'lı yıllarda ise PC'nin kullanım miktarı birkaç yüz milyon kilogramdan, milyar kilograma çıkmıştır. Geçtiğimiz son on yıl içinde ise PC yeni monomerlerin eklenmesiyle daha sünek, yüksek T_g'li ya da kimyasal direnci yüksek olarak elde edilmeye başlanmıştır [13].

PC ticari olarak iki süreçle hazırlanır:

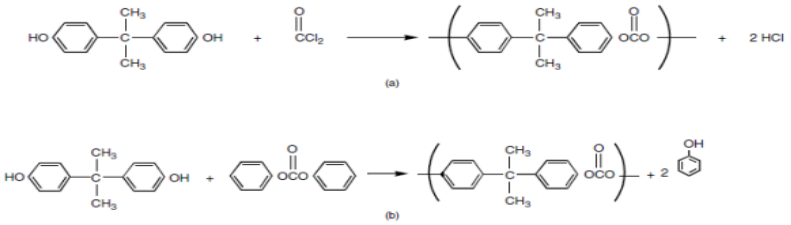
1- Schotten-Baumann tepkimesi ile fosgen ve bir aromatik diolün bir amin katalizör yardımıyla kondenzasyon reaksiyonu,

2- Katalizör yolu ile bir bisfenolün monomerik bir karbonatla taransesterifikasyonu ile üretilir.

PC geleneksel olarak, son zamanlara kadar, birkaç çeşitteki ara yüzey teknolojisi ile üretilmiştir. Bu tepkimelerin şematik gösterimi Şekil 1.8 (a)'da verilmiştir. Bu teknolojide, BPA'nın alkali tuzları sulu bir çözelti içinde inert bir çözücünün varlığında fosgenatlaşır. Tepkime bir ya da daha fazla basamak ile (örneğin; fosgenasyon ve polikondenzasyon) yürüyebilir ve kesikli ya da sürekli tipteki işlemlerle üretilebilir. Ayrıca PC çözelti ya da eriyik işleme varlığında da üretilebilir, yine de eriyik transesterifikasyon süreci son yıllarda uygulaması pratik olan ve fosgen ihtiyacını ortadan kaldırdığından dolayı yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir [14].

PC üretimi daha derinlemesine ele alınacak olunursa, geçerli olan iki ticari sentez sürecinden bahsedilebilir. Sulu kostik soda içinde BPA'nın çözünmesi ve piridin gibi

inert bir çözücüye fosgen eklenmesi yöntemiyle PC sentezlenebilmektedir. BPA monomeri kostik soda içinde çözünür ve çözücü ile karıştırılır. Su ve çözücü ayrı fazlar halinde kalır. Fosgenin karışıma katılmasıyla beraber arayüzeyde tepkime gerçekleşir. Bir diğer yöntem ise BPA'nın difenil karbonat ile yüksek sıcaklıklarda transesterifikasyonu ile PC sentezidir [15].



Şekil 1.8. PC sentez yöntemleri (a) arayüzey süreci, (b) transesterifikasyon tepkimesi [15]

BPA türü PC'nin oda sıcaklığındaki genliği ve gerilme dayanımı diğer amorf polimerlerle aynıdır. Ama darbe dayanımı ve sünekliği genellikle yüksektir. Yine de çoğu amorf polimer T_g'lerinin altında camsı görünüşte ve kırılgandır. Uzama-Gerilme davranışı tipik sünek malzemeler gibidir. Kırılma anında uzaması %120 oranındadır. Enerji absorbsiyon değeri dökme alüminyumun 8,5 katı, karbon çeliğinin 1,5 katı kadardır. Metallerin kullanıldığı yerlerde kullanılabilirler. Ağırlıktan kazançta da PC metallerin yerini alır çünkü PC'nin yoğunluğu alüminyumun yoğunluğunun % 44'ü kadar, karbon çeliğinin ise %16'sı kadardır [14, 15].

PC, şeffaf renksiz bir polimerdir. Bu yüzden camın yerine tercih edilebilen bir polimerdir. Görünen ışık geçirgenliği %90 civarındadır. UV bölgesinde absorbsiyon yapar. PC'nin yüksek kırılma indeksi ve bağıl ağırlığının camlara göre düşük olması, gözlükler içinde kullanılmasını cazip kılar. Özel sınıf PC türleri, hızla büyüyen optik bilgi depolama sektöründe de kullanılmaktadır. Kompakt disklerde (CD) ve DVD'lerde PC şeffaflık, düşük çift kırılım, mekanik ve dinamik kararlılık ve iyi ısıl direnç gibi özellikleri nedeniyle kullanılır [14].

Kısacası PC aşağıdaki özelliklerinden dolayı ticari olarak başarı sağlamış bir polimerdir:

- Şeffaflık,
- Tokluk,
- Mukavimlik ve süneklik,
- Boyutsal olarak kararlılık,
- Kolay işlenebilirlik,
- Kolay boyanabilirlik,
- Isı ve alev dirençliliği.

Bu özelliklerin her biri ayrı ayrı başka polimerler ile elde edilebilir. Fakat bu özelliklerin kombinasyonu PC'de toplandığı için birçok uygulamada kullanılmaktadır. PC'nin şeffaflık temelli kullanım alanları, CD, buzdolapların sebzelik haznesi, ışıklandırma, otomobil farları, gözlük camları ve uçak camları olarak sıralanabilir. Opak PC kullanım alanları ise genellikle darbe dayanımı gerektiren alanlardır. Bunlar öncelikli olarak otomotiv, güvenlik, spor ve iletişim sektörlerinde kullanılmak üzere tasarlanan ürünlerdir. Otomobillerin ön panellerinde darbe emici özelliğinden dolayı kullanılan PC ayrıca yine bu panelde bulunan klima konsolunda ısısal kararlığından dolayı kullanılmaktadır. Güvenlik ekipmanı olarak PC kask yapımında tercih edilmektedir. İnşaat bareti yapımında kullanılan PC sportif kaskların yapımında da kullanılmaktadır. Ayrıca PC taşınabilir bilgisayar kasaları, telefonlar ve hafiflik ile darbe dayanımının beraber kullanılması gereken iletişim araçlarında kullanılmaktadır [16].

1.5. Karbon Elyaf (KE)

Polimerik ana yapılı KE karmaları havacılık, otomotiv, spor ve diğer endüstrilerde yüksek dayanım, yüksek özdayanım, düşük yoğunluk ve düşük maliyet gibi özelliklerinden dolayı günden güne pazarda daha fazla yer bulmaktadır. Uzay sektöründe yüksek sıcaklık direnci nedeniyle polimerik ana yapılı KE karmaları sıklıkla kullanılmaktadır. KE ağırlıkça %92 oranında karbon içerir. KE kısa ya da sürekli olabilir. Ayrıca yapıları kristalin, amorf veya yarı kristalin olabilir [17].



Şekil 1.9. PAN temelli ve zift temelli KE üretim şeması [17]

Ticari KE prekursör (precursor) olarak PAN ya da zift kullanılarak üretilmektedir [17]. Şekil 1.9'da PAN ve zift bazlı KE'nin üretim şeması verilmiştir. PAN bazlı KE ıslak çekme (wet spinning) yöntemiyle üretilirken zift bazlı elyaf ise eriyikten çekme (melt spinning) yöntemiyle üretilmektedir. Karbonizasyon aşamasında elyaf yüksek sıcaklık altında kararlı bir yapıya dönüştürülür (>700 °C). Genel amaçlı veya yüksek performanslı elyaf üretimi için karbonizasyon aşamasından sonra grafitizasyon işlemi gerçekleştirilir. Bu işlem 2500 °C sıcaklıkta gerçekleştirilir. Yüksek performans KE üretiminde grafitizasyon aşamasında elyafa gerilim uygulanır ve daha yüksek sıcaklıklara çıkılabilir. Böylece yönlenme arttırılır [17]. Piyasada farklı üretim yöntemleriyle özellikleri farklı çok çeşitte KE bulmak mümkündür. Ticari olarak üretilen KE'lerin bazılarının özellikleri Tablo 1.4'te verilmektedir.

KE çekme dayanımına ve özdayanıma göre sınıflandırılabilir. Bu sınıflandırma aşağıda verilmiştir.

Çok yüksek özdayanıma sahip KE (Ultra high modulus (UHM)): Özdayanımı 500 GPa'dan yüksek KE için kullanılır.

Yüksek özdayanıma sahip KE (High modulus (HM)): Özdayanımı 300 GPa'dan yüksek ve dayanım/özdayanım oranı en az %1 olan KE için kullanılır.

İleri seviye özdayanıma sahip KE (Intermediate modulus (IM)): Özdayanımı 300 GPa'dan yüksek ve dayanım/özdayanım oranı $1x10^{-2}$'nin üstünde olan KE için kullanılır.

Düşük özdayanıma sahip KE: Özdayanımı 100 GPa'dan düşük ve düşük dayanıma sahip KE için kullanılır. Bu tip KE izotropik yapıdadır.

Yüksek dayanımlı KE (High strength (HT)): Dayanımı 3GPa'dan yüksek olan KE için kullanılır [17].

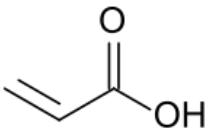
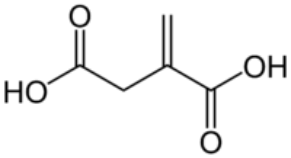
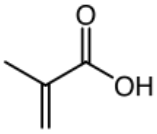
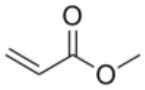
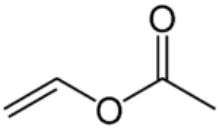
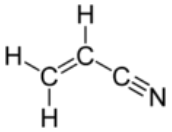
Tablo 1.3. Ticari KE türlerinin bazı özellikleri [18]

Elyaf Türü	Ticari kodu	Çekme Dayanımı (MPa)	Modül (GPa)	Uzama (%)	Çap (µm)	Üretici
PAN	T-300	3530	230	1,5	7	Toray
	t-400H	4410	250	1,8	7	Toray
	T-800H	5590	294	1,9	5,2	Toray
	T-1000	7060	294	2,4	5,3	Toray
	MR 50	5490	294	1,9	5	Mitshubishi
	MRE 50	5490	323	1,7	6	Rayon
	HMS 40	3430	392	0,87	6,2	Toho
	HMS-40X	4700	392	1,2	4,7	Rayon
	HMS-60X	3820	588	0,65	4	Toho R.
	AS-1	3105	228	1,32	8	Hercules
	AS-2	2760	228	1,2	8	Hercules
	AS-4	3795	235	1,53	8	Hercules
	AS-6	4140	242	1,65	5	Hercules
	IM-6	4382	276	1,5	5	Hercules
						Hercules
Zift	P-25	1400	160	0,9	11	Amoco
	P-75S	2100	520	0,4	10	Amoco
	P-120S	220	827	0,27	10	Amoco
	E-35	2800	241	1,03	9,6	Du Pont
	E-75	3100	516	0,56	9,4	Du Pont
	E-130	3900	894	0,55	9,2	Du Pont
	F-140	1800	140	1,3	10	Donac
	F-600	300	600	0,52	9	Donac

1.5.1. KE üretimi

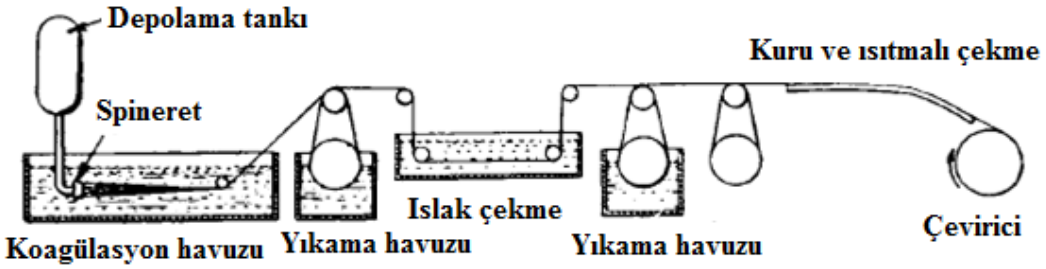
Günümüzde ticari KE'nin yaklaşık olarak %90'ı PAN bazlı olarak üretilmektedir. PAN genelde camsı geçiş sıcaklığının düşürülmesi ve oksidasyonun kontrolünün sağlanması amacıyla az miktarda metakrilat monomeri gibi diğer monomerlerin az miktarının kopolimerizasyonuyla elde edilir. Tablo 1.5'de PAN elyafının üretilmesi için akrilonitril ile kopolimerizasyon işlemi için kullanılan bazı monomerler sıralanmıştır. Elyafın %93-95 oranı akrilonitril biriminden, geri kalan kısım ise kopolimerizasyonda kullanılan monomerlerden oluşmaktadır. PAN elyafı farklı çözeltiden çekme teknikleriyle elde edilmektedir [18].

Tablo 1.4. PAN bazlı ön KE üretimi için akrilontril ile kopolimerizasyon yapılan monomerler [18]

Monomer	Yapı
Akrilik Asit	
İtakonik Asit	
Metakrilik Asit	
Metil Akrilat	
Vinil Asetat	
Akrilonitril	

1.5.1.1. PAN elyafının çözeltiden çekme yöntemi ile üretilmesi

PAN elyafın çözeltiden çekme yöntemi ile üretiminde, öncelikle kopolimer dimetilasitamit gibi uygun bir çözücüde çözülür ve depolama tanklarına gönderilir. Genelde, elyaf çekme çözeltisi (spinning solution) ağırlıkça %15-30 arasında polimer içerir. Çözelti birçok küçük delik içeren düzeden (spinneret) geçirilir. Bu işlem ayrıca filtreleme görevini yerine getirerek safsızlıkları ortadan kaldırır. Ardından şekilde de görüldüğü gibi çözelti hemen koagülasyon banyosuna alınır. Bu yöntem ıslak elyaf çekme yöntemi olarak bilinir [18]. Şekil 1.10'da tipik bir çözeltiden çekme işleminin şematik olarak gösterimi verilmiştir.



Şekil 1.10. Islak çekme yöntemiyle ön PAN elyafın üretiminin şematik gösterimi [18]

Islak çekme sürecinde, koagülant kullanılarak çözelti elyaftan uzaklaştırılır. Koagulasyon banyosunda çözücünün polimerden uzaklaştırma hızı elyafın ara kesit şeklini belirler. Dolayısıyla, sıcaklık, derişim ve koagulasyon banyosundaki sirkulasyon hızı elyafın yapısını etkiler. Hızlı bir çözücü ekstrasyonu elyafın dış yüzeyinin merkezdeki çözücünün difuzyonundan önce sertleşmesi anlamına gelmektedir. Bu durum KE'nin yoğunluğunu etkiler. Çözücü elyaftan atıldıkça yüzeyde çöküntüler meydana gelir ve bölece elyafın yoğunluğu artar [18].

Bir diğer çözeltiden çekme yöntemi de polimer çözeltisinin sıcak gaz atmosferinde uzaklaştırılması şeklindedir. Bu yöntemde sıcaklık ve gazın kompozisyonu, çözeltiyi uçurma hızının kontrol edilmesi için önemlidir. Çünkü bu parametreler elyafın yapısını etkilemektedir. Bu yöntem de kuru çekme (dry spinning) olarak bilinmektedir [18].

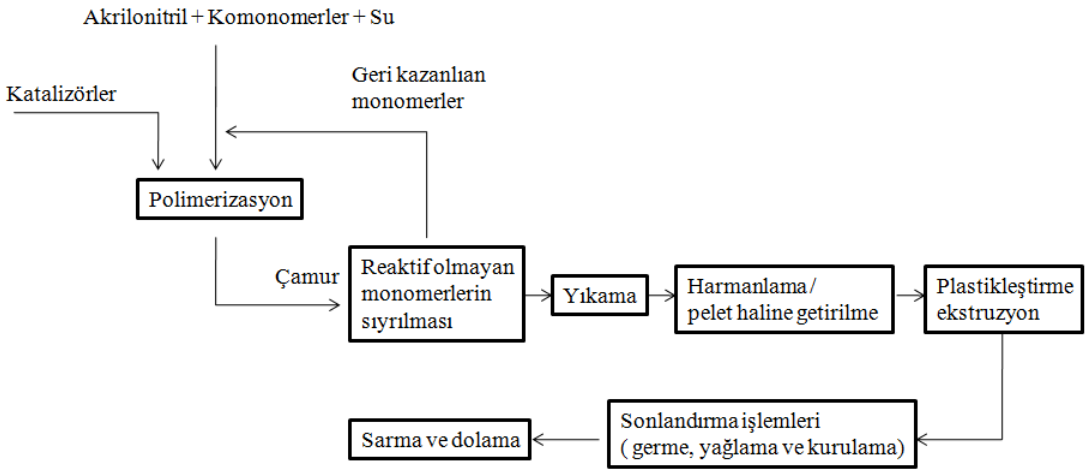
Bazı durumlarda hem ıslak hemde kuru çekilmiş elyaf, çözücü kalıntılarını uzaklaştırmak için yıkanabilir. Ardından elyafa yönlenme oluşması için bir ya da iki

aşama daha uygulanır. Bu işlemin sonunda PAN ön elyafı kurumuş ve paketlenmiş halde elde edilir [18].

1.5.1.2. PAN elyafının eriyikten çekme ile üretimi

Çözeltiden çekme ile üretilen PAN elyafı mükemmel mekanik özelliklere sahip KE'ye dönüştürülebilir. Bununla birlikte, çözeltiden çekme süreci için yüksek miktarlarda çözücüye ihtiyaç duyulur ve bu çözücünün daha sonra elyaftan uzaklaştırılması gerekmektedir. Bu gibi süreçler çözeltiden çekme işleminin maliyetini arttırmanın yanında elyaf üzerindeki safsızlıklar ile üretilen KE'nin özelliklerini sınırlandırılmaktadır. Bu problemlerin üstesinden gelmek için BASF firması PAN prekursör elyafını üretebilmek için desteklenmiş eriyikten çekme yöntemi geliştirilmiştir. Bu yöntemin akış diyagramı Şekil 1.11'de verilmiştir. Bu süreçte akrilonitril kopolimeri su ortamında süspansiyon polimerizasyonu ile elde edilir. Ardından PAN kopolimeri pelet haline getirilir ve ekstruzyon ile eriyik hale getirilir. Fazla su plastikleştirici görevi üstlenerek homojen bir erimenin oluşmasını sağlar [18].

Bu yöntemde plastikleştirilen PAN kopolimeri düzeden ilerledikçe doğrudan basınçlı buhar bölümüne gönderilir ve katılaştırılır. Buhar ortamından geçen elyaf daha sonra germe ve kurutma işlemlerinden geçer. Bu yöntemin, çözeltiden çekme yöntemine göre, maliyeti yüksek çözücülere ihtiyaç duyulmaması ve daha az atık su çıkarması gibi bazı üstünlükleri vardır. Ayrıca bu yöntemle elde edilen elyafın kesit şekli daha düzenlidir [18].



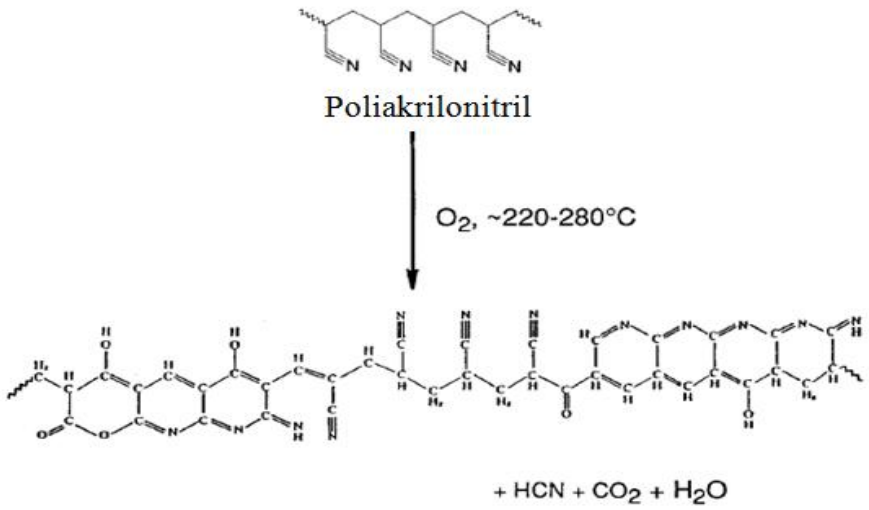
Şekil 1.11. BASF'ın geliştirdiği eriyikten çekme prosesisinin akış diyagramı [33]

1.5.2. KE üretim basamakları

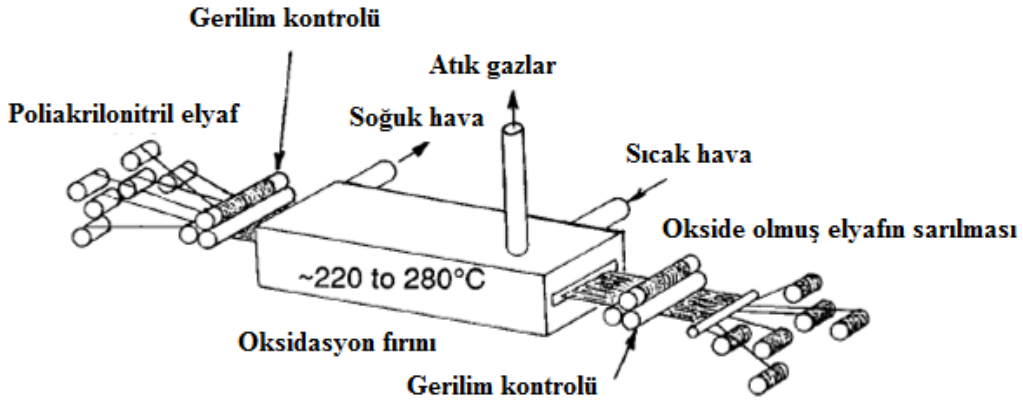
1.5.2.1. Oksidasyon

PAN prekursör elyafın moleküler yönlenmesi üretilecek KE'nin son özelliklerine doğrudan etki etmektedir. Ticari olarak, PAN prekursör elyafı 220-270 °C aralığında 30 dakikalık periyotlar ile 7 saat boyunca yük altında ısıtılır. Sürece ait kararlı yapıya geçiş ve elde edilen fonksiyonel gruplar Şekil 1.12'de şematik olarak gösterilmektedir. Nitril gruplarının halkalı yapıya geçmesi, doymuş karbon–karbon bağlarının dehidrasyonu ve oksidasyon gibi ilk tepkimeler bu aşamada olur. Bu tepkimeler PAN moleküllerini karbon-nitrojen halka yapısına çevirir [18].

Ticari olarak, oksidasyon basamağı Şekil 1.13'de görüldüğü gibi büyük fırınlarda gerçekleştirilir. PAN prekursör elyafı fırın içinden kontrollü bir yük altında geçirilir. Eğer bu işlem esnasında yük uygulanmazsa karbon elyafın yönlenmesi zayıf olacaktır. Fırın içerisindeki havanın sıcaklığı ve akış hızı, oksidasyon oranını belirler. Çünkü PAN'ı kararlı hale getirme tepkimeleri HCN'in yanı sıra CO_2 ve su üretir ve bunların fırından uzaklaştırılması gerekir [18].



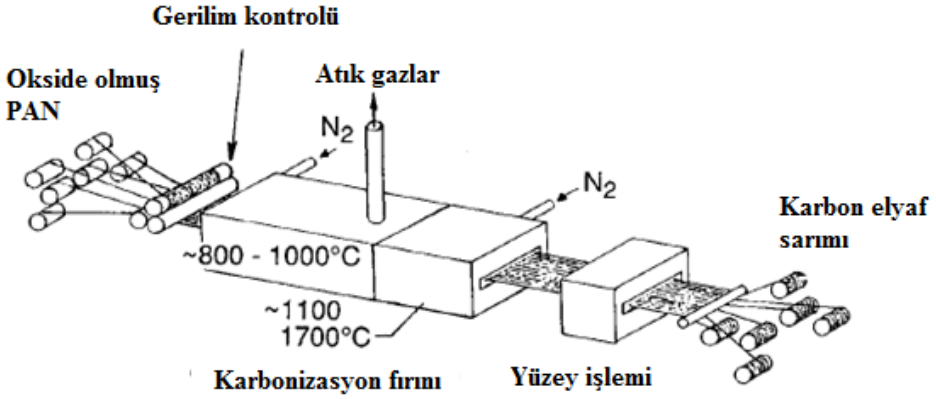
Şekil 1.12. PAN prekursörün kararlı yapıya geçişi ve en sık rastlanan fonksiyonel gruplar [18]



Şekil 1.13. PAN prekursör elyafının sürekli oksidasyon süreci [18]

1.5.2.2. Karbonizasyon ve grafitizasyon

Kararlı yapıya geçtikten sonra elyafa, inert atmosfer koşullarında 1000-2800 °C arasında yavaşça arttırılan sıcaklıklar altında karbonizasyon ve grafitizasyon işlemleri uygulanır. Karbonizasyon 1700 °C ve altındaki sıcaklıklarda grafitizasyon ise daha yüksek sıcaklıklarda gerçekleştirilen işlemlerdir. Bu son ısı uygulaması esnasında neredeyse bütün karbon olmayan elementler elyaftan uzaklaştırılmış olur. Son karbonizasyon sıcaklığına bağlı olarak elyaftaki karbon içeriği %80 ile %99 arasında bir orana sahip olur. Şekil 1.14'de bu süreçte kullanılan karbonizasyon fırını gösterilmiştir [18].



Şekil 1.14. Karbonize olmuş kararlı ön elyafın üretimi için kullanılan fırının şematik gösterimi

Bu aşamadan sonra PAN bazlı KE'ye yüzey işlemi yapılır. Bu yüzey işlemleri polimerik ana yapı ile KE'nin etkileşmesini geliştirmek amacıyla yapılmaktadır. Yüzey işlemlerinin amacı genellikle yüzeydeki oksijen içeren grupların oranı arttırmaktır [18].

Yüzey işlemlerinin ardından KE'nin ıslanabilirliğinin arttırılması amacıyla ön kaplama işlemi gerçekleştirilir. Epoksi ön kaplı karbon elyafın yüzeyinde düşük molekül ağırlıkla epoksi kaplaması bulunması buna bir örnek olarak verilebilir [18].

1.5.2.3. KE yüzey işlemi

Yüksek özdayanım ve çekme dayanımına sahip KE birçok farklı ana yapıda takviye edici malzeme olarak kullanılabilir. KE takviyeli karmaya yük uygulandığında, gerilim bir elyaftan diğerine ana yapı aracılığıyla iletilmektedir. Eğer elyaf ile ana yapı arasında zayıf bir etkileşim varsa, karma malzemenin mekanik özellikleri beklenilenin altında gerçekleşmiş olur. Genellikle bu problem elyaf yüzey işlemleri ile giderilmeye çalışılır. Bununla birlikte elyaf ile ana yapı arasındaki etkileşim kuvvetli ise karma malzeme kırılgan ve zayıf olmaktadır. Dolayısıyla en uygun seviyede bir yüzey işlemi uygulanmalıdır [19].

Yüzey işlemleri kesikli veya sürekli süreçler şeklinde uygulanabilir. Oksidatif yüzey işlemleri gaz fazında, çözelti, elektrokimyasal, katalitik ve plazma şeklinde yapılabilir [19].

Operasyon kolaylığı, maliyet, uygulama süresi gibi faktörler göz önünde bulundurularak uygun süreç seçilmelidir [19].

1.5.3. Yüzey işlemi ve elyaf özelliklerine etkisi

Yüzey işlemiyle, ana yapı ve elyaf arasındaki etkileşimin gelişmesini incelemek amacıyla bir çok çalışma yapılmıştır.

Herrick tarafından yapılan bir çalışmada KE, HNO_3 ile işlemiş ve yüzeydeki oksijen gruplarının arttığını görmüştür. H_2 ile işlenen KE'nin yüzeylerinde ise oksijen gruplarının azaldığı belirlenmiştir. H_2 ile işlenen KE takviyeli karmaların mekanik özellikleri kötüleşmesinden dolayı yüzeydeki oksijen gruplarının etkileşimini ya da bağ kuvvetlerini arttırdığını öne sürmüştür [19].

Scola ve Brooks, Herrick'in yaptığı çalışmayı değerlendirmek için H_2 ile KE'ye yüzey modifikasyonu yapmıştır ve aynı sonuçlara ulaşmıştır [19].

Harvey ise KE yüzey alanının etkileşimine etkisini incelemiştir. Yüzeyi işlenmiş elyafın yüzey alanınının işlenmemişe göre daha fazla olduğunu ve bunun elyaf–ana yapı etkileşimini güçlendirdiği sonucuna varmıştır [19].

Rand ve Robinson ise Harvey'in çalışmasına ek olarak aslında yüzeydeki aktif alanların fazlalığının bağlanma kuvvetine etki ettiği sonucuna varmıştır [19].

Yapılan diğer çalışmalarda ise yüzey işlemi sonucu KE'nin yüzey alanındaki değişimler elyaf tipinden bağımsız olarak yüzey işlemiyle değişmiştir ve yüzey modifikasyonu sonucu -OH, =O, =C=O, -COOH, $-CO_3$ grupları elyaf yüzeyinde tespit edilmektedir [19].

1.5.3.1. Ön kaplama

Ön kaplama ya da sonlanma (finishing) olarak adlandırılan işlem farklı yöntemler ile KE'ye uygulanabilir. Bunlar:

1. Polimer çözeltisinden geçirilerek kaplama (Deposition from solution of a polymer),

2. Elektrodepozisyon ile polimerin elyaf yüzeyine kaplanması (Deposition of a polymer onto the fiber surface by electrodeposition),

3. Elektropolimerizasyon ile polimerin elyaf yüzeyine kaplanması (Deposition of a polymer onto the fiber surface by electropolymerization),

4. Plazma polimerizasyonudur (Plasma polymerization) [19].

Ön kaplama genellikle elyaf–polimer etkileşimini geliştirmek ve elyafın işlenebilirliğini geliştirmek amacıyla uygulanan bir yüzey işleme yöntemidir. Genellikle kırpılmış elyaf kullanımı durumunda işlenebilirlik özellikleri önem kazanmaktadır. Ön kaplama malzemesi seçimi tamamen kullanılacak polimerik ana yapıya bağlıdır. Ön kaplama malzemesi olarak polimer, karbon veya metaller kullanılabilir. Kolay uygulanabilirlik açısından en fazla kullanılan kaplama malzemesi polimerlerdir. Kaplama kalınlığı genel olarak 0,1 ile 1 μm arasında değişir [17].

Ticari KE genellikle epoksi ile kaplanmaktadır. Epoksi ana yapılı kompozitler için epoksi kaplı KE oldukça uygundur. Epoksi kaplaması 250 °C civarlarında bozunur bu yüzden termoplastik anayapılı karmalar için çok uygun değildir. Fakat yapılan çalışmalarda kullanılabilir olduğu kanıtlanmıştır. Ayrıca Poliimit kaplı KE 450 °C sıcaklığa kadar dayanıklıdır [17].

Epoksiden farklı olarak birçok polimerik ön kaplama malzemesi bu işlem için kullanılabilinmektedir. Ayrıca elastomerlerle de KE ön kaplaması yapılabilmekte ve ön KE'nin darbe dayanımı arttırılabilmektedir [17].

En yaygın kullanılan ön kaplama yöntemi polimer çözeltisinden geçirilerek kaplama metodudur. Örnek olarak polihidroksieter'den ağırlıkça %0,91 içeren çözelti ile kaplanan KE'nin özellikleri artmaktadır. Ayrıca KE elektriği iyi ilettiğinden dolayı elektriksel kaplama yöntemleriyle de kaplanabilmektedir. Bu yöntemlerin avantajı kaplamanın kararlı olarak yüzeyde dağılması ve kaplama kalınlığının kısa süre içerisinde ayarlanabilmesidir [17].

Kaplama teknikleri ile ara yüzey özelliklerinde önemli artışlar meydana gelmektedir. Tablo 1.5'te oksidasyon işlemi ve polimer kaplama işlemlerinin elyafın ara yüzey özelliklerine etkileri verilmiştir. İki teknik bir arada kullanıldığında tabakalar arası kayma gerilmesi (ILLS) değeri maksimum olmaktadır [17].

Tablo 1.5. Yüzey oksidasyon ve kaplama işleminin KE özelliklerine etkisi [17]

Oksidasyon	**Kaplama**	**Kaplama miktarı (%)**	**Yoğunluk (g/cm^3)**	**Ara yüzey kayma kuvveti (MPa)**
Oksidasyon yok	Kaplama yok	-	1,28	16,2
%60 HNO_3	Kaplama yok	-	1,29	24,3
%60 HNO_3	Polivinil asetat	7	1,31	42,8
%60 HNO_3	Polivinil klorür	7	1,31	42,1
%60 HNO_3	Poliüretan	3	1,27	40,7
%60 HNO_3	Poliakrilonitril	7	1,27	16,6

Polimer ön kaplama malzemenin içerdiği fonksiyonel gruplar ile KE'ye kimyasal olarak bağlanması beklenir. Epoksi kaplama ele alınırsa, içerdiği epoksi ve amin

grupları elyaf üzerindeki fonksiyonel gruplara bağlanır. Poliimit kaplamada ise karboksilik asit grupları elyaf yüzeyindeki fonksiyonel gruplarla bağlanır [17].

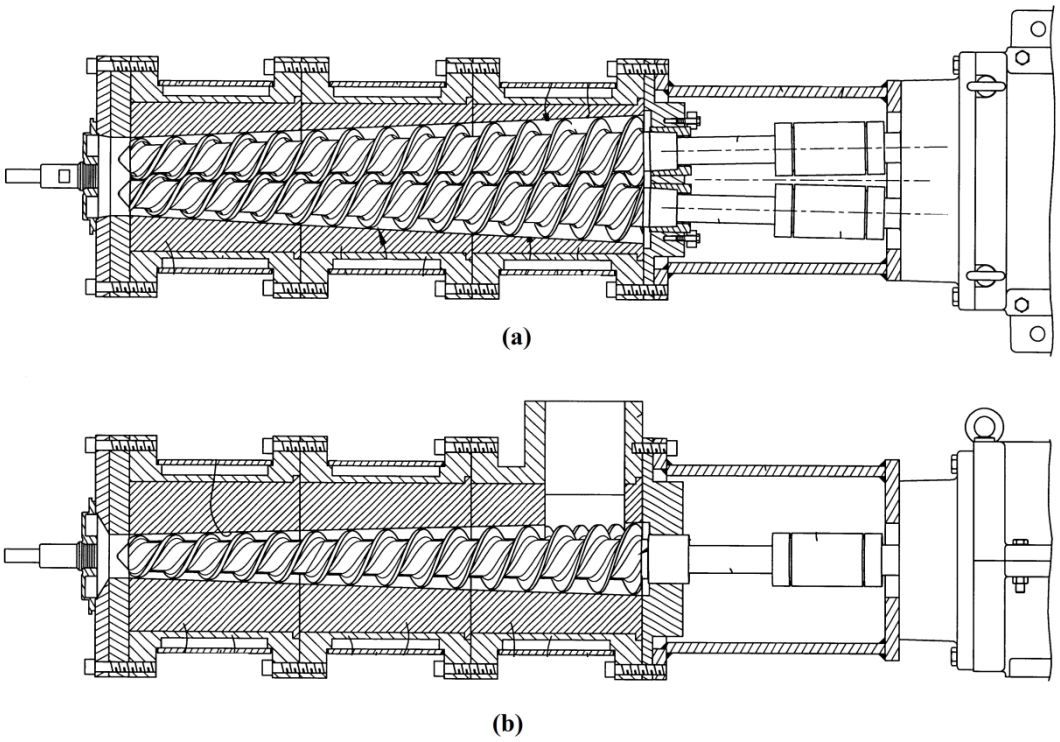
1.6. Kullanılan Karma Malzeme Üretim Yöntemleri

1.6.1. Ekstruzyon

Ekstruzyon işlemi polimerik bir malzemenin, yeterli basınç ve sıcaklık altında akışkan hale getirilerek şekillendirmesini sağlar. Bu işlem genel olarak şekillendirme ve/veya eriyik harmanlama amacıyla kullanılmaktadır. Süreç esnasında uygulanacak basınç ve sıcaklık değerleri; kullanılacak kalıbın geometrisine ve malzemenin akış özelliklerine bağlı olarak değişmektedir [20-23].

Plastik endüstrisinde, birçok farklı ekstruder çeşidi olmasına rağmen en çok kullanılan ekstruder çeşidi vidalı ekstruderlerdir. Vidalı ekstruderlerde tek ve çift vidalı olmak üzere ikiye ayrılır (Şekil 1.15). Vidalı ekstruderlerde, vidanın dönüşüne göre, aynı veya ters, vidanın konumuna göre iç içe geçmiş, ayrı ya da kısmi iç içe geçmiş olmak üzere üçe ayrılır. Vidalı ekstruderlerdede vidanın görevi bir silindir içinde dönerek, cihaza beslenen karışımın sıkıştırılıp ısıtılması ve eritilmesidir. Eriyen polimer karışımı viskoz akışkan hale geçer. Bu esnada vidanın sürekli dönme hareketi sebebiyle kayma kuvvetine maruz kalır. Vida erimiş karışımı kafa bölgesine doğru aktarırken aynı zamanda da sürekli karışım sağlar. Kafa bölgesine gelen plastik kafa geometrisine göre şekillendirilir ve hemen ardından soğutularak katılaştırılır.

Ekstruder cihazında kullanılan vidalar üç farklı bölgeden oluşmaktadırlar. Besleme bölgesi, besleme hunisinin altında polimeri alır ve erimenin başlaması için içten ısıtmalı kovana doğru iletilmesini sağlar. Basınçlandırma bölgesi ise polimerin eriyik haline geldiği kısımdır. Polimer eriyiğinin ekstruderin geri kalanına iletilmesi ve kalıba doğru geçişinin sağlanması için gerekli olan basınç kuvveti dozajlama ünitesi tarafından sağlanır. Birçok endüstriyel uygulamada, katkı ve dolgu maddeleri ile polimer karışımlarının hazırlanması için farklı vida tasarımları bulunmaktadır [24].

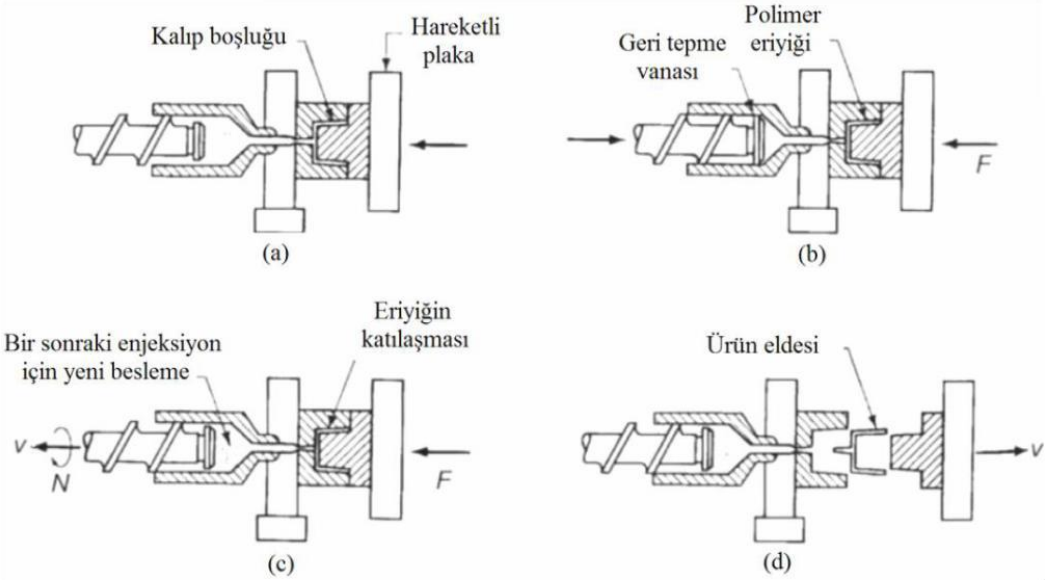


Şekil 1.15. Ekstruder çeşitleri (a) Çift vidalı ekstruder, (b) Tek vidalı ekstruder [35]

1.6.2. Enjeksiyonlu kalıplama

Enjeksiyonlu kalıplama, termoplastiklerin ve bazı termoset malzemelerin yüksek basınç altında bir kalıp yardımıyla şekillendirilmesi işlemidir. Enjeksiyonlu kalıplama cihazı, enjeksiyon ve kapatma ünitesi olmak üzere iki kısımdan oluşur. Enjeksiyon ünitesi, malzemenin eritildiği ve bu malzemenin kalıbın içine enjekte edildiği kısımdır. Enjeksiyon basıncı karşısında kalıbın açılması ve kapanması kapatma ünitesi tarafından sağlanır [25].

Enjeksiyonlu kalıplamanın işlem basamakları Şekil 1.16'da verilmiştir. İşlem basit olarak birkaç aşamadan oluşur. Önce granül ya da tozlar eriyinceye kadar ısıtılır. Ergitme işlemi ekstruderlerdeki gibi bir kovan içerisinde sürekli dönen ve ileri geri hareket edebilen bir vida yardımıyla gerçekleştirilir. Daha sonra eriyik, istenilen şekildeki kalıba basınç altında enjekte edilir ve katılaşıncaya kadar beklenir. Son olarak kalıp açılır ve ürün çıkartılır [26].



Şekil 1.16. Enjeksiyonlu kalıplama sürecinin basamakları (a) Eriyik hale getirilen malzemenin vidada ilerlemesi, (b) Kalıbın dolması, (c) Kalıbın soğutulması ve vidanın geri giderek yeni beslemenin gerçekleşmesi, (d) Yeni beslemenin vidada eriyik hale getirilerek vidada ilerlemesi ve kalıbın açılması ile ürün eldesi [27]

1.7. Kullanılan Karakterizasyon Yöntemleri

1.7.1. Çekme testi

Malzemenin mekanik özelliklerini belirlemede kullanılan tekniklerden en önemlisi çekme testidir. Çekme cihazları genel olarak sabit bir alt çene, hareketli bir üst çene ve uzamanın ölçüldüğü ekstansometreden oluşmaktadır. Bunun yanında, her iki çenenin hareketli olduğu test cihazları da mevcuttur [15]. Şekil 1.17'de tipik bir test cihazı ve bölümleri gösterilmektedir.



Şekil 1.17. Tipik bir çekme testi cihazı [28]

Standartlara göre hazırlanan numuneler çekme testi esnasında, sabit hızla çekme kuvveti uygulanarak, malzemenin deformasyona karşı gösterdiği gerilme dayanımı, uzamanın bir fonksiyonu olarak ölçülmektedir [27].

Çekme testi sonucunda elde edilen gerilim-gerinim eğrisi altında kalan alan, malzemeyi kırmak için gerekli olan enerjiyle orantılıdır ve malzemenin tokluğunun bir ölçüsüdür. Malzeme küçük gerilimlere maruz kaldığı sürece elastikiyet özelliğini korur ve bu süreçte meydana gelen şekil değişimleri kalıcı değildir. Bu noktadan sonra malzeme plastik deformasyon bölgesine geçiş yapmıştır ve artık oluşan şekil değişimleri kalıcı hale gelmiştir [29].

1.7.2. Darbe testi

Darbe testi malzemelerin ani darbelere karşı gösterdikleri dayanımın ölçülmesini ve dayanım değerlerinin elde edilmesi için kullanılan bir başka mekanik testtir. Darbe dayanımı ise birim boyuttaki malzemenin kırılması için gerekli olan enerjidir [30].

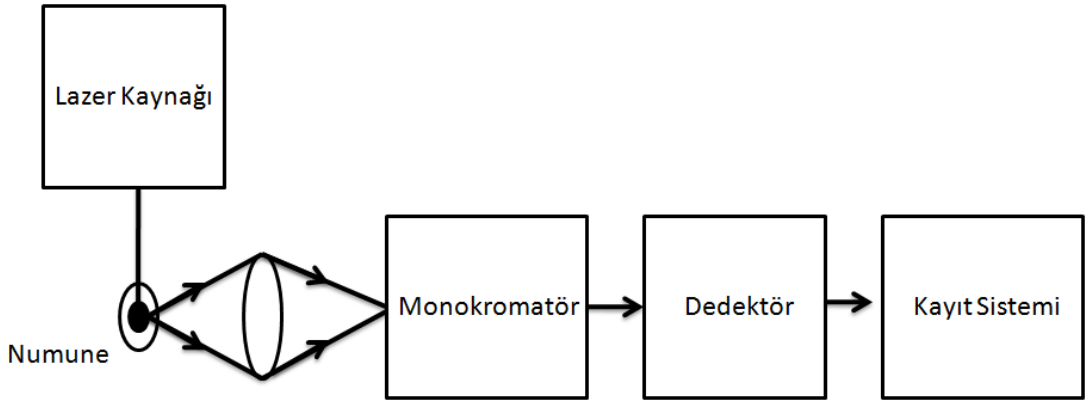
Polimer sektöründe yaygın olarak sarkaçlı darbe testi yöntemleri kullanılmaktadır. Sarkaçlı darbe testi yöntemleri de kendi aralarında Izod darbe testi ve Charpy darbe testi olmak üzere ikiye ayrılmaktadır. Bu iki teknikte de test cihazının çalışma prensibi aynı olup, aralarındaki tek fark örneğin yerleştirilme şeklidir. Bununla birlikte her iki test de çentikli ve çentiksiz durumlarda yapılabilmektedir [30].

Sarkaçlı darbe testi yöntemlerinde, ucunda farklı büyüklüklerde ağırlık bulunabilen bir çekiç, standartlaştırılmış belirli bir yükseklikten serbest bırakılarak test edilecek numuneye çarptırılır ve numunenin kırılması sağlanır. Numunenin kırılması için harcanan enerji, yani numunenin darbe dayanımı değeri, darbeyi sağlayacak çekicin ilk enerjisi ile darbe sonrası yeni enerjisi arasındaki farktan yararlanarak hesaplanmaktadır [20].

1.7.3. Fourier dönüşümlü kızılötesi spektrofotometresi (FTIR)

Malzeme içindeki fonksiyonel grup türlerinin tanımlanmasında kullanılan fourier dönüşümlü kızılötesi spektrofotometresi (FTIR), spektrofotometrik bir analiz yöntemidir [30]. Şekil 1.18'de FTIR cihazının çalışma prensibi şematik olarak verilmiştir.

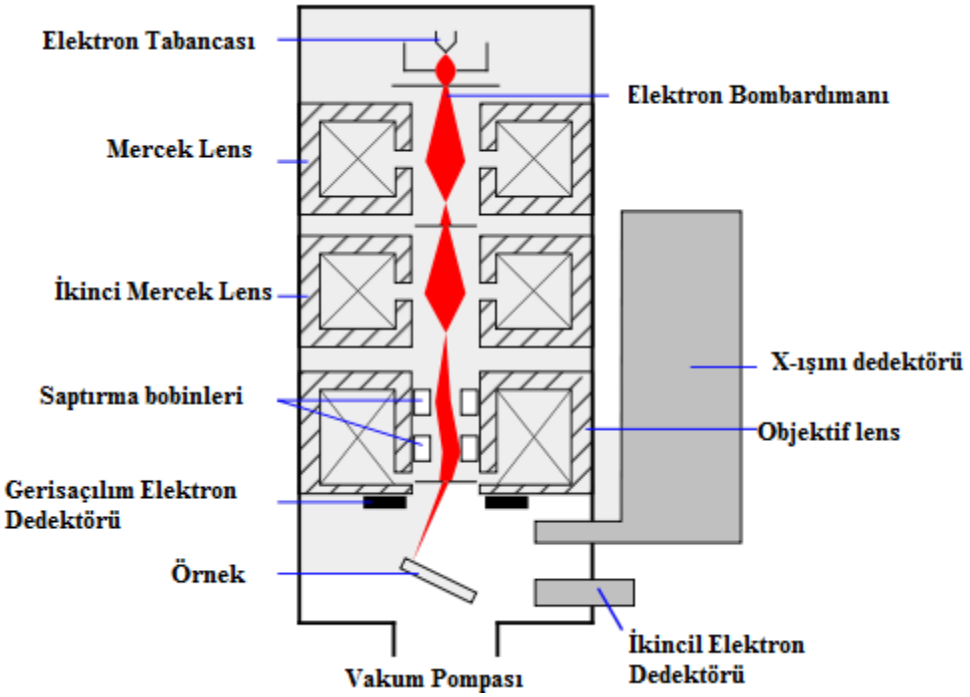
Malzeme yüzeyindeki molekülleri oluşturan atomlar sürekli hareket halinde bulunmaktadırlar. Dolayısıyla moleküllerde titreşim hareketleri oluşmaktadır. Bu titreşim hareketleri de bağlarda gerilme ve eğilme hareketlerinin oluşmasını sağlamaktadır. IR ışınları molekülün titreşim hareketleri tarafından soğurulmaktadır. [30]. FTIR cihazında örnek ve referans malzeme üzerine düşen ışın yoğunlukları dedektör tarafından işlendikten sonra çıkış verisi transmitans ya da absorbans olarak elde edilir. FTIR analizi ile, moleküler bağ karakterizasyonu yapılarak; yapılardaki fonksiyonel gruplar, iki yapının benzerlikleri ve yapının aromatik ya da alifatik olduğu belirlenebilir [31].



Şekil 1.18. FTIR cihazının çalışma prensibi [30]

1.7.4. Taramalı elektron mikroskopu (SEM)

Bir tür elektron mikroskobu olan taramalı elektron mikroskobu (SEM), incelenecek örneğin yüzeyinin elektron ışınları ile taranması yoluyla yüksek çözünürlükte yüzey görüntülerinin elde edilmesine yarayan bir cihazdır. Şekil 1.19'da SEM cihazının çalışma mekanizması şematik olarak gösterilmiştir.

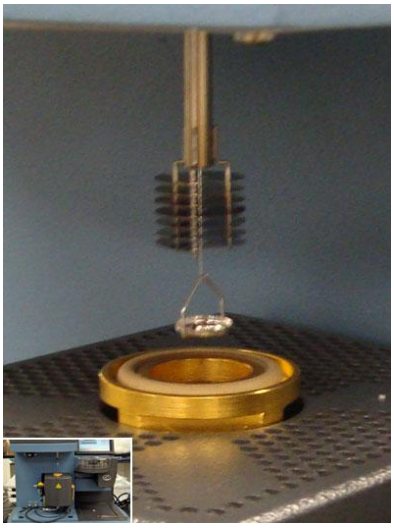


Şekil 1.19. SEM cihazının çalışma mekanizması [32]

SEM ile örneklerin yüzey incelemesinin yapılabilmesi için örneklerin iletken olması gerekmektedir. Bunun için, SEM ile incelenen polimerik örnekler genelde altın, altın/ paladyum veya alüminyum gibi ince iletken bir tabakayla kaplanarak yalıtkan karakteristiktiği iletken hale dönüştürülür [26].

1.7.5. Termogravimetrik analiz (TGA)

Termogravimetrik analizde (TGA), numunede meydana gelen ağırlık değişimlerinin sıcaklığın ve zamanın fonksiyonu olarak ölçülebilir. TGA analizinde örneğin ağırlık kaybı sabit hızda (sıcaklık/zaman) sıcaklığın fonksiyonu ve sabit sıcaklıkta zamanın fonksiyonu (izotermal veya statik termogravimetri) olmak üzere iki şekilde ölçülür.



Şekil 1.20. TGA cihazının fırın bölümü [33]

TGA analizinde, fırına yerleştirilen numune, fırının ısıtılmasıyla birlikte ağırlık değişimine uğrar. Sıcaklık artışı ile birlikte örneğin ağırlık değişimi sistem tarafından ölçülür ve veriler bir bilgisayara aktarılır. Şekil 1.20'de bir TGA cihazının fırını görülmektedir [25]. Bu yöntem yaygın olarak polimerlerin termal kararlılıklarının değerlendirilmesi, kompozisyon analizi ve dekompozisyon modellerinden polimerleri tanımlama amacı için kullanılır [34-36].

2. LİTERATÜRDEKİ KE İLE PC ARASINDAKİ ETKİLEŞİMİN İYİLEŞTİRİLMESİ İÇİN YAPILAN ÇALIŞMALARIN ARAŞTIRILMASI

Literatürde yüzeyi işlenmiş KE ile termoplastik ana yapı kullanılarak üretilen karmalar ile ilgili çalışmalar incelenmiştir. Özellikle PC ana yapısıyla farklı özellikte KE'lerin çalışıldığı makaleler ve yapılan yüzey işlemlerinin etkileri aşağıda özetlenmiştir.

Kushawa ve arkadaşları KE takviyeli PC karmaların özelliklerine, nikel kaplamanın etkisini incelemişlerdir. Çalışmada KE'ye nikel kaplamanın karmanın çekme, bükülme, darbe, aşınma ve termal özelliklerine etkisini incelemek amacıyla kaplanmamış KE ile takviye edilmiş PC karmalarının karakterizasyon sonuçları karşılaştırılmıştır. Nikel kaplanmış KE ile takviye edilen karmaların çekme dayanımı ve özdayanım değerlerinin kaplanmamışlarla takviye edilen karmalara göre daha yüksek olduğu görülmüştür. KE içeriğinin artışıyla karmanın sertliği (stiffness) artarken ve tokluğu azalmıştır. Çünkü nikel kaplaması KE'nin sertliğini ve rijitliğini arttırmıştır. Bu durum takviye edici özelliklere iyi etki etmektedir. Lif yüklemesi arttıkça darbe dayanımı ve tokluk azalmakta, bükülmezlik ve serlik ise artmaktadır. Ayrıca DMA analizleri sonucunda nikel kaplı KE içeriği arttıkça camsı geçiş sıcaklığınında (T_g) arttığı gözlenmiştir [37].

Zihlif ve arkadaşları KE takviyeli polikarbonat karmalarının çekme özelliklerini ve kırılma davranışlarını incelemek amacıyla farklı sıcaklıklarda ve farklı çekme hızlarında karmaların akma ve kopma dayanımı özelliklerini incelemişlerdir. Çalışmada KE içeriği arttıkça malzemenin gevrekliğinin arttığı görülmüştür. Yapılan çalışmalar sonucunda karmaların çekme dayanım ve özdayanım değerlerinin KE miktarının artmasıyla arttığı görülmüştür. Akma dayanımının ise sıcaklığa ve çekme hızına bağlı olduğu belirlenmiştir. PAN bazlı KE içeriği arttıkça karmanın kırılganlığı artmıştır. Çalışmada PC'nin karma malzemelerde yaygın olarak kullanılma sebebinin yüksek darbe dayanımı, iyi elektriksel özellikleri ve boyutsal kararlılıkları gibi özelliklerinden dolayı olduğu belirtilmiştir. SEM görüntülerinden

düşük lif yükleme oranlarında (%5-10), elyafın PC ana yapıya iyi yapıştığı fakat yüksek oranda yüklemelerde (%18-30) KE'nin fazla miktarından dolayı ana yapıyla daha az etkileşim içinde olduğu görülmüştür [38].

Montes-Moran ve arkadaşları KE takviyeli PC karma malzemelerinde arayüzey özelliklerine plazma oksidasyon işleminin etkisini incelemişlerdir. Bunun için çalışmada kullanılacak zift ve PAN bazlı KE çeşitlerine oksijen plazma ile yüzey işlemi yapılmıştır. Yüzey işleminin mekanik özelliklere etkisinin incelendiği bu çalışmada, çekme dayanımında oksidasyon sonucu belirgin bir değişiklik olduğu görülmüştür. Daha sonra KE takviyeli PC karmalarına, fraksiyonlama testi (fragmentation test) uygulanmış ve sonucunda plazma oksidasyon işleminin KE ile PC ara yüzeyini iyileştirdiği görülmüştür. Çalışmada yüzeydeki fonksiyonel grupların plazma işlemi ile artması, ara yüzey etkileşiminin artmasındaki ana sebep olarak görülmüştür [39].

Lee ve Drzal tarafından yapılan bir çalışmada KE yüzey karakterizasyonu çalışmaları yapılarak, PC ve epoksi ana yapıları ile KE'nin etkileşimi incelenmiştir. Ana yapı ile elyaf etkileşimini incelemek amacıyla çalışmada yüksek dayanımlı Toray karbon elyafı kullanılmıştır. Bu elyaf, elektrokimyasal oksidasyon ile işlenmiştir. PAN bazlı KE'nin yüzey işleminden önce ve sonra X-ray fotoelektron spektroskopi (XPS) ile yüzey kimyası incelenmiş ve dinamik kontak açı ile yüzey serbest enerjisi ölçülmüştür. Ara yüzey yapışması ise tek lif çekme (single fiber fragmentation) yöntemiyle belirlenmiştir. XPS sonucunda KE'ye yüzey işlemi uygulandığında polar yüzey enerjisi artmakta ve yüzeydeki hidrojen bağları PC yüzeyindeki karbonil grupları ile etkileşime girerek yapışmayı arttırmıştır. Tek lif çekme testi sonucunda ise yüzey işleminin ara yüzey kayma kuvvetini arttırdığı görülmüştür. Bu da ara yüzey iyileşmesini gösteren bir başka sonuç olarak gösterilmiştir [40].

Zhang ve arkadaşları farklı moleküler ağırlığa sahip ön kaplama malzemelerinin KE'nin ve KE takviyeli karmaların performansını ne yönde etkilediğini inceleyerek, kaplama malzemesinin moleküler ağırlığının karmaların özelliklerine etkisini belirlemişlerdir. Bu çalışmada üç farklı molekül ağırlığına sahip kaplama malzemesi kullanılmıştır. Ön kaplanmış KE türlerinin yüzeyleri XPS, atomik kuvvet mikroskopu (AFM) ve SEM ile incelenmiştir. Analizler sonucunda kaplama

malzemesinin moleküler ağırlığının KE'yi ve dolayısıyla KE takviyeli karmaların özelliklerini etkilediği görülmüştür. Yüksek ve düşük molekül ağırlıklı kaplamalar ara yüzey kayma kuvvetini azaltırken, orta büyüklükte bir molekül ağırlığa sahip ön kaplama malzemelerin yapışmayı arttırdığı görülmüştür [41].

Kim ve arkadaşları KE takviyeli polikarbonat karmalarının reolojik ve mekanik özelliklerine, elyaf boyunun, elyaf kaplama işleminin, elyaf içeriğinin ve vida hızının etkisini incelemişlerdir. Bunun için KE/PC karmaları çift vidalı ekstruderde hazırlanmıştır. Çalışmada ön kaplanmış KE kullanıldığı durumda karmaların viskozitesinin arttığı ve bu artışın kaplanmış KE türlerinin ekstruzyon sonrası boyutlarının kaplanmamış elyafa göre daha uzun olmasından kaynaklandığı belirlenmiştir. Vida hızının ise karmaların mekanik ve reolojik özelliklerine doğrudan etki ettiği görülmüştür. Vida hızı 100 devir (rpm)'den 200 devir (rpm)'e çıktığında elyaf boyu oldukça kısalmakta ve karmaların çekme dayanımı azalmaktadır. Bu sonuçlar ışığında elyaf uzunluğunun KE/PC karmalarının mekanik özellikleri üzerinde büyük bir etkisinin olduğu ve kaplama işleminin elyaf boyuna olumlu olarak etki ettiğini ve böylece mekanik özellikleri arttırdığı sonucuna varılmıştır [42].

Raghavendran ve Drzal, KE ile PC ana yapısı arasındaki etkileşimi arttırabilmek için elyaf yüzeyine polimer aşılamanın (graft) etkilerini incelemişlerdir. Çalışmada elyaf ile termoplastik anayapıların yapışmasının genellikle zayıf olduğu vurgulanmıştır. Elyaf ile anayapı arasındaki yapışmanın uygun molekül ağırlığına ve yoğunluğa sahip, uyumlu polimerlerin elyaf yüzeyine aşılanmasıyla arttırılabileceği belirlenmiştir. Düşük molekül ağırlıklı PC ve polimetilmetakrilat (PMMA)'ı KE yüzeyine aşılamışlardır. Ara yüzey yapışmasının %25 ile %100 arasında arttığını ve bu yapışmanın aşılanan polimerin molekül ağırlığından bağımsız olduğu belirlenmiştir [4].

Zhang ve arkadaşları KE yüzeyindeki ön kaplama malzemesinin derişiminin KE ile anayapı arasındaki yapışmaya etkisini incelemişlerdir. AFM ve SEM, KE yüzeyini incelemek için kullanılan karakterizasyon yöntemleri arasında yer alır. Bu çalışmada %1, %1.5 ve %2 olarak 3 farklı kaplama miktarı kullanılmıştır. Farklı konsantrasyonlardaki kaplama malzemeleri ile KE'nin farklı ıslanabilirlik özelliğine

sahip olduğu görülmüştür. En iyi ıslanabilirlik değerleri %1,5 kaplama miktarı ile ön kaplanmış KE ile sağlandığı belirtilmiştir. Çalışmanın sonucunda ise, kaplama miktarının KE yüzeyini geliştirmekte önemli bir etkisi olduğu ve dolayısıyla karma malzemenin performansına doğrudan etki ettiği belirlenmiştir [43].

Luo ve arkadaşları kaplamanın KE ile polimer anayapı arasındaki yapışmaya olan etkisini incelemişlerdir. Bunun için farklı iki kaplama malzemesiyle kaplanmış KE ile takviye edilen karmalar, AFM, SEM ve XPS ile incelenmiştir. SEM ve AFM sonuçlarına gore kaplama işlemi KE yüzeyini daha pürüzsüz bir hale getirmektedir. XPS sonuçlarına göre ise yüzeydeki oksijen içeren fonksiyonel grupların oranı kaplama işleminden sonra değişmektedir. KE'nin yüzey pürüzlülüğü ve yüzeyindeki fonksiyonel grupları yapışma açısından çok önemlidir. Bu çalışmada kaplama işleminin yapışmaya doğrudan etki etmediği fakat elyafın kırılmasını önleyerek dolaylı olarak elyaf/ana yapı ara yüzey yapışmasını geliştirdiği öne sürülmüştür [44].

Li ve arkadaşları KE takviyeli Polietereterketon (PEEK) karmalarında elyaf–ana yapı arayüzey yapısını incelemişlerdir. Bunun için, kaplanmamış ve PEEK kaplanmış KE'yi FT-Raman spektroskopisi kullanarak analiz etmişlerdir. KE test edildiğinde polimerik fonksiyonel gruplarının elyaf yüzeyiyle güçlü bir uyum içinde olması beklenmiştir. Elyaf karakterizasyonu aşamasında yüzeyin eriyik ince PEEK tabakasıyla kaplanması yapışmanın artması için önemli rol oynamaktadır. Bu çalışmada PEEK zincirlerinin KE ile iyi bir etkileşim sağlamaya yatkın oldukları kaplamanın da bu etkiyi arttırdığı görülmüştür. Grafit kristalleri ile aromatik polimerin arasında bir etkileşim vardır. Bu elyaf ile anayapı arasında oldukça kısa mesafelerde gerçekleşen bir tür etkileşimdir. Öte yandan arayüzeyde herhangi bir kimyasal bağ olduğu tespit edilememiştir. Buna rağmen ara yüzey etkileşiminin ince polimer kaplamasıyla geliştiği öne sürülmektedir [45].

Vaurad ve arkadaşları KE'ye yapılan termo-kimyasal işlem ile özelliklerinin nasıl değişeceğini incelemişlerdir. Bunun için yüzeyi işlenmiş ve işlenmemiş KE karşılaştırılmıştır. Termo-kimyasal yüzey işleminin seçilmesinin nedeni yüzeydeki oksijen atomu miktarının artması, yüzey kimyasının kolay kontrol edilebilmesi ve elyafın çekme dayanımlarının artması olarak gösterilmiştir. Termo kimyasal yüzey işlemi elyafın yüzeyinde 10 nm'nin altında pürüzlülük sağlamakta ve ana yapı ile

mekanik bir yapışma sağlanmasını kolaylaştırmaktadır. Bunun yanında termo kimyasal yüzey işlemi ile elyaf yüzeyinde yüksek derişimde hidroksil ve karboksilik asit grupları oluşturulmakta ve elyafın yüzey enerjisini arttırılmaktadır. Bu durumda elyafın polimerik ana yapı tarafından daha iyi ıslatılmasını sağlamaktadır. Mekanik kenetlenmenin ise yükün elyaftan anayapıya, oradan da tekrar elyafa aktarılmasında rol oynamaktadır. Ayrıca yüzeyde oluşan yüksek derişimli fonksiyonel gruplarda ön kaplama işlemi için uygun koşulları sağlamaktadır [46].

Dai ve arkadaşları ön kaplama işleminin KE özelliklerine ve elyaf/epoksi arayüzey yapışmasına etkisini incelemişlerdir. Bunun için kaplanmamış ve kaplanmış KE kıyaslanmıştır. Çalışmada kaplanmamış ve kaplanmış elyaf türlerine XPS analizi yapılmış ve kaplanmış elyafta kaplanmamış elyafa göre yüzeyde oksijen ve nitrojen ile bağ yapabilecek aktif karbon atomlarının derişiminin daha fazla olduğu görülmüştür. Yine kaplanmış ve kaplanmamış KE kıyaslandığında, kaplanmış KE türünün daha fazla polar yüzey enerjisine sahip olduğu fakat kaplanmamış KE türünün daha yüksek arayüzey kayma kuvvetine (IFFS) sahip olduğu görülmüştür. Kaplama işleminin epoksi ile bağlanmayı sağlayacak asidik grupları azalttığı ve arayüzey etkisine negatif bir etki ettiği belirlense de KE takviyeli epoksi reçine sistemlerinde mekanik özelliklerin elyaf ile ana yapı arasındaki kimyasal bağ gibi fiziksel yapışma kuvvetlerinden de etkilendiği söylenerek kaplama işleminin sistemin özelliklerini geliştirdiği öne sürülmüştür [47].

Jin ve arkadaşları KE ön kaplama işleminin KE/fenolik reçine sistemlerine etkisini incelemek için; fenol, fenilendiamin ve akrilik asit ön kaplama malzemeleri elektropolimerizasyonu yöntemi kullanılarak KE'yi kaplamışlardır. KE türlerinin kaplama işlemi sonrasındaki yüzey enerjileri deiyonize su ve diiyodametan kullanılarak temas açısı ölçümleri ile incelenmiştir. KE türleri elektropolimerik kaplama işleminden sonra daha düşük bir yüzey enerjisine sahip olmaktadır. Kaplanmamış KE takviyeli fenolik reçine sistemleri ile kıyaslandığında, ön kaplanmış KE kullanıldığı durumlarda darbe ve eğilme özellikleri artmaktadır. Sonuçlar incelendiğinde elektropolimerizasyon kaplama yönteminin, KE ön kaplama işlemleri arasında kullanılabilir ve tercih edilebilir bir yöntem olduğu ve ana yapı ile elyaf arasındaki ara yüzey performansını arttırarak karmanın mekanik özelliklerini arttırıcı bir etkiye sahip olduğu görülmüştür [48].

Drzal ve Raghavendran elyaf-ana yapı arasındaki yapışma ile polimerin molekül ağırlığı, elyaf kimyası ve işleme sıcaklığı arasındaki ilişkiyi incelemişlerdir. Bunun için önce farklı molekül ağırlığında dört faklı PC ana yapısı kullanılmıştır. Elyaf takviyeli bu farklı ana yapılar üç faklı işleme sıcaklığında hazırlanmıştır. Bu işlem sonucunda molekül ağırlığının ve işleme sıcaklığının arayüzey yapışmasında etkin bir rol oynadığını bulmuşlardır. En iyi yapışma en düşük molekül ağırlığına sahip PC ile elde edilmiştir. İkinci aşamada farklı oranlarda oksidatif yüzey işlemi uygulanmış dört farklı KE kullanılmıştır. Bu işlemin sonucunda yapışmaya yüzeydeki oksijen fonksiyonel gruplarının mekanik kitlenmeden çok daha fazla etki ettiği görülmüştür [49].

Bismarck ve arkadaşları, KE yüzey işlemlerinden biri olan oksidasyonun PC karmalarının özelliklerine etkisini incelemişlerdir. Karmanın mekanik özelliklerinin, elyaf ile PC anayapısı arasındaki yapışmanın oksidasyon işlemi ile nasıl değiştiğini gözlemlemişlerdir. Çalışmada oksidasyon işlemi sonucu ara yüzey yapışmasının arttığına yönelik bir sonuç elde edilememiştir. Temas açısı ölçümleri sonucunda elyafın işlem sonrası değişen yüzey kimyasının özellikleri değiştirici bir etkisi olmadığı görülmüştür. Oksidasyon sonrası KE yüzeyleri karma sistemi içerisinde daha pürüzsüz bir hale gelmişlerdir. Fakat işlem görmemiş KE ile kıyasla yüzey işleminin KE'nin PC tarafından ıslatılabilirliğinin arttığı söylenmektedir [50].

Brady ve Porter, KE takviyeli PC karmalarında ara yüzey etkileşiminin tavlama süresiyle değişimini incelmişlerdir. Bunun için farklı süre ve sıcaklıklardaki işleme parametreleri ile tavlanan karmaların mekanik ve morfolojik özellikleri karşılaştırılmıştır. Bunun için karmalara çekme testi ile SEM analizi yapılmıştır. Çalışma sonuçlarına göre uzun süreli ve yüksek sıcaklıklarda yapılan tavlama işleminin ara yüzey etkileşmine daha fazla etki ettiği ve ana yapı olarak yüksek molekül ağırlığına sahip PC kullanıldığında daha iyi bir ara yüzey yapışması sağlandığı ve bu yapışmanın özellikleri daha fazla etkilediği belirlenmiştir [51].

3. MALZEME VE YÖNTEM

Bu bölümde, çalışmada kullanılan malzemelerin özellikleri, karma malzeme üretim yöntemleri ve üretilen karma malzeme türlerinin karakterizasyonu ile ilgili çalışmalar anlatılmıştır.

3.1. Malzemeler

Polimerik ana yapı olarak Kempro Kimyasal Mad. Ve Dış Tic. Ltd. Şti.'den temin edilen Wonderlite PC 110 kullanılmıştır. Bu polimerin ısıl, mekanik, fiziksel ve diğer özellikleri Tablo 3.1'de verilmiştir.

Tablo 3.1. Kullanılan anayapı olan Wonderlite PC-110'un özellikleri [52]

Fiziksel Özellikler	**Değer**	**Birim**	**Test Standartı**
Eriyik akış indeksi	10	g/10dk	ASTM D 1238
İşleme sıcaklığı	300	^{o}C	
Mekanik Özellikler	**Değer**	**Birim**	**Test Standartı**
Akma gerilmesi	65	MPa	ISO 527-1/-2
Charpy Darbe	75	kJ/m²	ISO 179/1eA
Izod Darbe Testi	80	kJ/m²	ISO 180/1A
Rockwell Sertlik	M77	-	ASTM D 785
Termal Özellikler	**Değer**	**Birim**	**Test Standartı**
Vikat yumuşama sıcaklığı	128	^{o}C	ISO 306
Isıl İletkenlik	0,2	W/(mK)	ASTM C
Diğer Özellikler	**Değer**	Birim	**Test Standartı**
Yoğunluk	1200	Kg/m^3	ISO 1183
Pusluluk (Haze)	0,8	%	ASTM D 1003
Işık geçirgenliği	1,58	%	ASTM D 1003

Takviye edici olarak kullanılan KE türleri ön kaplanmış ve kaplanmamış olmak üzere AKSACA ticari adı ile tedarik edilmiştir. Kırpılmış KE işleme öncesinde 0,6 cm boyunda ve 7μm çapındadır. Farklı ön kaplama malzemeleri ile kaplanmış elyafın, kaplama miktarları %1, %2 ve %3 olarak değiştirilmiştir. Karmalar için de

ağırlıkça %30 oranında KE kullanılmıştır. Tablo 3.2'de kullanılan KE türleri ve bunların çalışmada geçen kısaltmaları verilmiştir.

Tablo 3.2. Kullanılan KE türleri ve kısaltmaları

Elyaf türleri	**Kısaltılma**
Kaplanmamış	Kaplanmamış
Poliüretan kaplı	PU
Alternatif Poliüretan kaplı	Alt_PU
Epoksi/Fenoksi kaplı	EP/P
Poliimit kaplı	PI
Fenoksi Kaplı	P
Poliamit Kaplı	PA

3.2. Karmaların Üretimi ve Karakterizasyon Yöntemleri

3.2.1. Karmaların üretilmesi

KE takviyeli polikarbonat karmaların üretimi "DSM Xplore" markalı aynı yönde dönen çift vidalı konik mini ekstruder ile gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.1). Ağırlıkça %30 KE içeren karmalar 295 °C sıcaklıkta ve 100 rpm vida hızı ile 3 dakika boyunca ekstruderde karıştırılarak hazırlanmıştır. Mekanik test örnekleri, çekme ve darbe testi numunesi olarak, "DSM Xplore" markalı enjeksiyonlu kalıplama cihazı kullanılarak üretilmiştir (Şekil 3.2). Enjeksiyonlu kalıplama işleminde kalıp sıcaklığı 120 °C enjeksiyon basıncı 10 bar olarak sabitlenmiştir. PA ön kaplamasının kullanıldığı KE dışında tüm ön kaplama türlerinin kullanıldığı KE'ler ile karmalar kolaylıkla üretilmiştir. Ancak PA kaplama kullanıldığında PC ana yapısı daha fazla akışkan hale geçerek viskozite çok fazla düşmüş ve kalıplama esnasında zorluk yaşanmıştır.



Şekil 3.1. DSM Xplore mini ekstuder



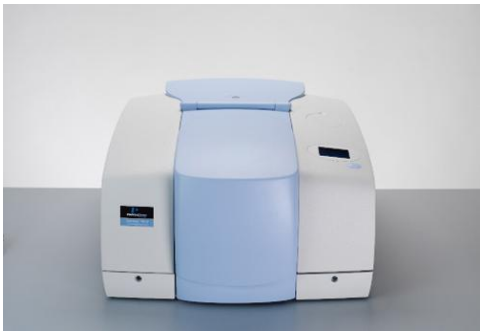
Şekil 3.2. DSM Xplore enjeksiyonlu kalıplama cihazı

3.2.2. Termogravimetrik analiz (TGA)

KE türlerinin yüzeylerindeki kaplama malzemelerinin üretim süreci esnasındaki çalışma sıcaklığında ağırlık kayıplarını belirlemek amacıyla izotermal TGA testi yapılmıştır. Bu test için Perkin Elmer markalı TGA cihazı kullanılmıştır. Analiz hava atmosferinde KE türlerinin 295 °C'de 3 dk bekletilmesi ve ağırlık kaybının belirlenmesi şeklinde gerçekleştirilmiştir.

3.2.3. Fourier dönüşümlü kızılötesi spektrofotometresi (FTIR)

Farklı ön kaplama malzemeleriyle kaplanmış KE türlerinin yüzeylerini incelemek amacıyla elyaf türlerine FTIR analizi yapılmıştır. FTIR analizleri "Perkin Elmer Spectrum 100" markalı cihaz ile gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.3). Farklı ön kaplama malzemeleriyle kaplı karbon elyafın yüzeylerindeki kimyasal gruplar incelenmiştir. Analizler 4000–650 cm^{-1} dalga boyları arasında elmas uç kullanılarak yapılmıştır.



Şekil 3.3. Perkin Elmer Spectrum 100 FTIR cihazı

3.2.4. Darbe testi

KE takviyeli polikarbonat karmalarına Instron Ceast 9050 markalı darbe cihazıyla ISO 180/1A standartına uygun olarak darbe testi uygulanmıştır (Şekil 3.4). PC ana yapılı darbe numunelerine standartlarda belirtilen şekilde, Instron çentik açma cihazıyla 0,2 mm'lik çentikler açılmıştır. Test için 5,5 J'luk çekiç kullanılmıştır. Örneklere 3,46 m/sn hızla darbe uygulanarak, darbe dayanımı değerleri belirlenmiştir. Daha sonra tüm örneklerin darbe dayanımları kıyaslanmıştır.



Şekil 3.4. Instron Ceast 9050 darbe cihazı

3.2.5. Çekme testi

KE takviyeli polikarbonat karmalarının çekme testi Shimadzu 100 kN markalı cihaz kullanılarak yapılmıştır (Şekil 3.5). Çekme testi ASTM D638 standartına uygun olarak yapılmıştır. Bu test sonucunda numunelerin çekme dayanımı, özdayanım ve kopmada uzama değerleri elde edilmiştir. Örnekler oda sıcaklığında 5 mm/dk çekme hızı ile test edilmiştir.



Şekil 3.5. Shimadzu 100 kN çekme testi cihazı

3.2.6. Taramalı elektron mikroskopu (SEM)

Örneklerin çekme testi sonucunda oluşan kırılma yüzeyleri altın-paladyum alaşımı ile kaplanmıştır. Daha sonra JSM-6510 Scanning Electron Microscope markalı taramalı elektron mikroskopu cihazı kullanılarak 3 farklı büyütme oranında SEM mikrografları elde edilmiştir.

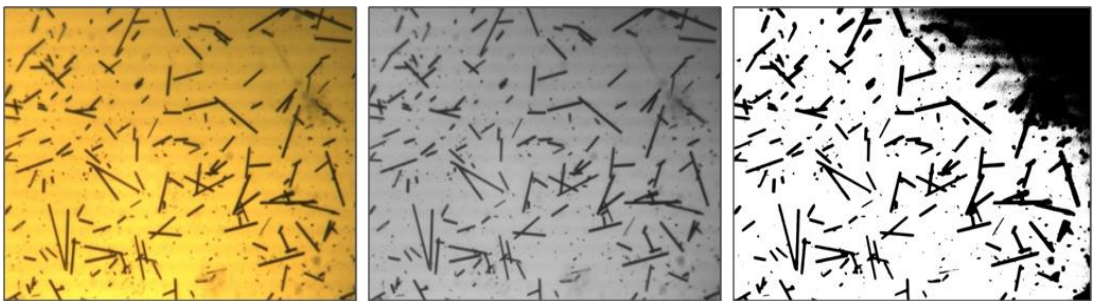
3.2.7. Elyaf boyu dağılımı analizi

Üretilen KE takviyeli PC karmalarında elyaf boyu dağılımı analizi yapabilmek için önce seçilen karmalardan bir miktar numune krozelere koyularak kül fırınında 20 dakika boyunca 600 °C'de bekletilmiş ve numuneler yakılmıştır. Geriye kalan KE optik mikroskopta incelenmiştir. Şekil 3.6'da elyaf boyu dağılımı analizi için kül fırınında yakılan numunelerden arta kalan ve incelenen kısım görülmektedir. Kül fırınından çıkan numuneler cam lamellerde su ile dağıtılmış ve James Swift-England markalı optik mikroskop cihazı ile incelenmişlerdir. Optik mikroskoptan alınan görüntüler bir görüntü analiz yazılımı olan Image J programı ile işlenmiş ve elyaf boyu dağılımı belirlenmiştir. Bu işlem sırasında her karışımdan 20 görüntü alınmıştır ve 400 karbon lifinin boyu ölçülmüştür. Daha sonra da ortalama elyaf boyu ve dağılımı belirlenmiştir.



Şekil 3.6. Elyaf boyu dağılımı analizi için kül fırınında yakılan numunelerden geri kalan ve incelenecek olan kısım

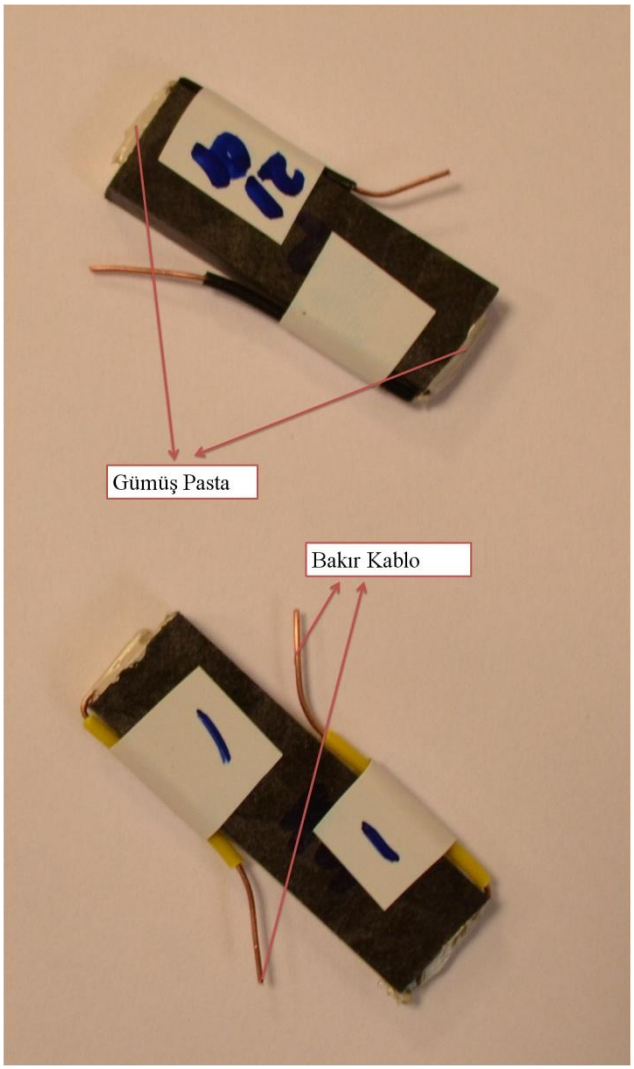
Şekil 3.7 (a)'da kül fırınında yakılan numunelerin optik mikroskoptaki görüntüsü verilmiştir. Bu görüntü bir yazılım ile önce Şekil 3.7 (b)'de gösterilen şekle daha sonra da Şekil 3.7 (c)'de gösterilen biçime dönüştürülmüştür. Bu aşamadan sonra elyaf boyları ölçülmüştür.



Şekil 3.7. Elyaf boyu dağılımı analizi için elde edilen görüntüler (a) Optik mikroskoptan alınan görüntü, (b) Siyah-beyaz, (c) Bilgisayar yazılımının elyaf boylarını hesaplayacağı son görüntü

3.2.8. Elektriksel özelliklerin tayini

KE takviyeli PC karmalarının elektrik iletim değerlerinin ölçülmesi için önce karmaların uçları düzgünce kesilmiştir. Sonra seçilen karmaların düzgünce kesilen uçlarına bakır kablolar gümüş pasta ile yapıştırılmıştır. Gümüş pastanın kuruması için numuneler 2 gün bekletilmiştir. Daha sonra numunelerin elektriksel direnci değerleri, 2 nokta prob tekniği ile bakır tellerden, elektrik direnci ölçme (multimetre) cihazı kullanılarak ölçülmüştür.



Şekil 3.8. Elektriksel iletim ölçümlerinde kullanılan test numuneleri

Numuneler Şekil 3.8'de görüldüğü gibi hazırlanmıştır. Kaplamanın elektriksel özelliklere etkisinin incelenmesi için her bir KE türü ile takviye edilen numunelerden 5 kez ölçüm yapılmış ve ortalamaları alınarak elektriksel direnç değerleri elde edilmiştir. Ardından ölçülen elektriksel direnç değerleri, aşağıdaki eşitlik kullanılarak elektriksel iletkenlik değerlerine çevrilmiştir [53]:

$$\sigma\ (\mathrm{S/cm}) = \frac{\text{Örnek Uzunluğu (cm)}}{\text{kesit alanı (cm}^2\text{) x elektriksel direnç (}\Omega\text{)}} \qquad (3.1)$$

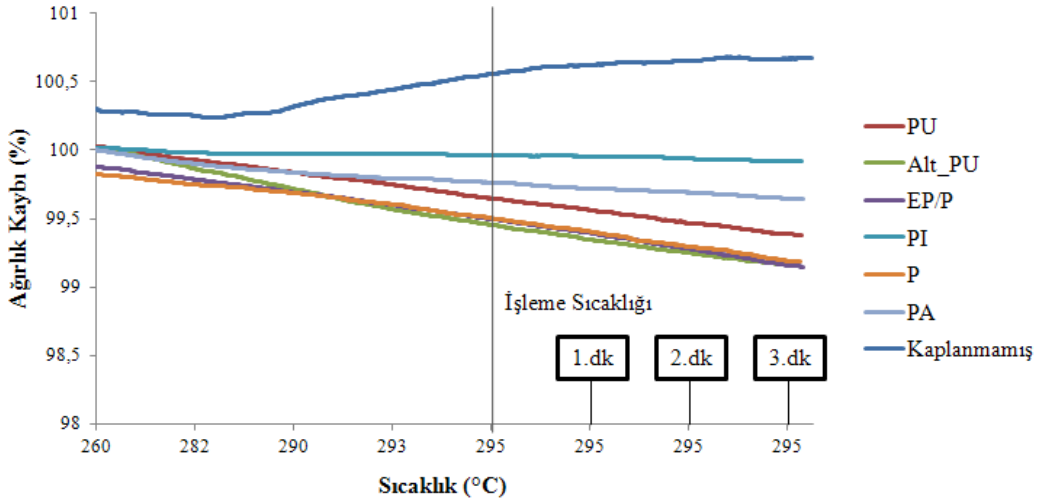
4. BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1. Karbon Elyaf Karakterizasyonu

Bu bölümde, öncelikle takviye malzemesi olarak kullanılan karbon liflerin karakterizasyonu için yapılan çalışmalar anlatılmıştır. Kullanılan ön kaplanmış ve kaplanmamış elyafın yüzey analizi için FTIR, termal analizi için de TGA yapılmıştır.

4.1.1. Termogravimetrik analiz (TGA)

KE türlerinin işleme süreci esnasındaki termal davranışlarını incelemek amacıyla, işleme sıcaklığında (295 °C) izotermal TGA yapılmıştır. İzotermal TGA ile işleme koşullarının benzeri bir ortamda karbon elyafın ve KE yüzeyindeki kaplama miktarının ağırlık kaybı incelenmiştir. Bunun için, sıcaklık 295 °C'ye kadar 100 °C/dk hızla arttırılmış ardından 295 °C'de hava ortamında, örnekler 3 dakika boyunca bekletilmişlerdir.



Şekil 4.1. Bütün KE türlerinin izotermal TGA termogramı

%3 kaplama miktarına sahip kaplanmış karbon elyafın izotermal koşullar altındaki termal davranışları Şekil 4.1'de verilmiştir. Şekil 4.1'de görüldüğü üzere kaplanmış KE türlerinin hepsi 260 °C'den başlayarak 295 °C'ye kadar ağırlık kaybına

uğramışlardır. Daha sonra 295 °C'de işleme sıcaklığında 3 dk bekletilen KE türlerinin ağırlık kaybı azalmaya devam etmiştir. Dolayısıyla KE yüzeyindeki kaplama malzemeleri sıcaklık ve zamana bağlı olarak ağırlık kaybına uğramaktadırlar. Öte yandan kaplanmamış KE ağırlık kaybına uğramamakta aksine ağırlığı artmaktadır. Bunun sebebi hava ortamında yapılan analiz esnasında KE yüzeyine oksijen atomlarının bağlanmasıdır. Oksijen yüzeydeki alifatik gruplarla bağ yapmaya yatkındır. Analiz esnasında kütle artışı elyafın yüzeyinin reaktivitesine bağlıdır. Dolayısıyla kaplama işleminin KE yüzeyini oksidasyona karşı koruduğu söylenebilir [54].

Tablo 4.1. Kullanılan KE türlerinin TGA sonucunde elde edilen ağırlık kaybı değerleri

Elyaf türü	Kaplanmamış	PU	Alt_PU	EP/P	PI	P	PA
260°C'den itibaren Ağırlık kaybı %	0,37(artış)	0,58	0,8	0,77	0,07	0,73	0,34
3 dakika 295°C'de Ağırlık kaybı %	0,18 (artış)	0,25	0,13	0,4	0,04	0,33	0,13

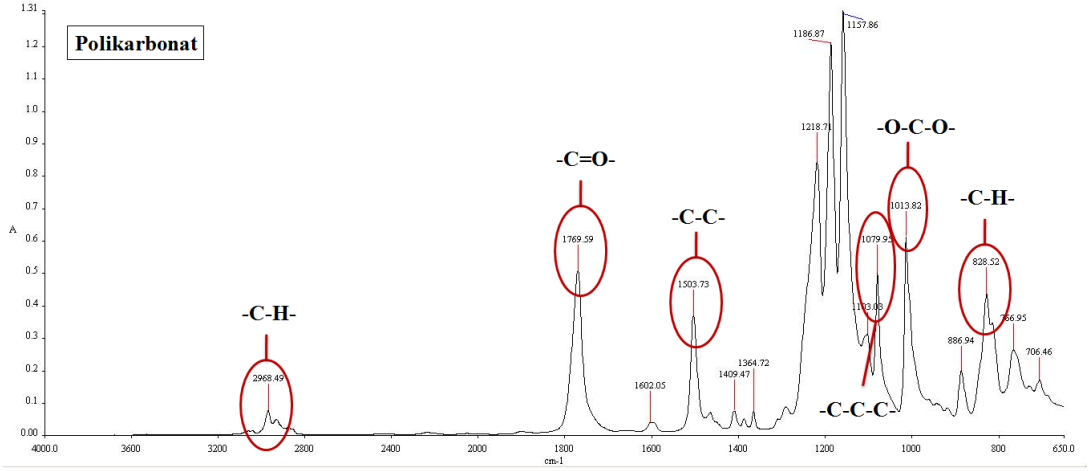
Tablo 4.1'de, kullanılan KE türlerinin TGA analizi sırasında elde edilen ağırlık kayıpları verilmiştir. TGA eğrilerine göre ön ısıtma bölgesinde PI kaplanmış KE'nin %0,07 ağırlık kaybına uğramıştır ve kaplanmış KE türleri arasında ağırlığını en az kaybeden elyaf türü olduğu görülmektedir. EP/P ve P kaplanmış KE türleri PI ve PU kaplanmış KE türlerine göre daha fazla ağırlık kaybına uğramışlardır. Alt_PU kaplı KE ise %0.80 ağırlık kaybına uğramış olup işleme ağırlığını en fazla kaybeden KE türüdür. 295 °C sıcaklıkta ise en fazla %0,4 oranıyla EP/P kaybetmiştir. Dolayısıyla işleme esnasında Alt_PU kaplama malzemesinin diğer elyaf türlerine göre işleme sıcaklığında daha fazla bozunmakta ve KE yüzeyinden ayrıldığı söylenebilir. Bunun sonucu olarak elyaf ve anayapı arasındaki yapışma da bu durumdan etkilenebilir.

4.1.2. Fourier dönüşümlü kızılötesi spektrofotometresi (FTIR)

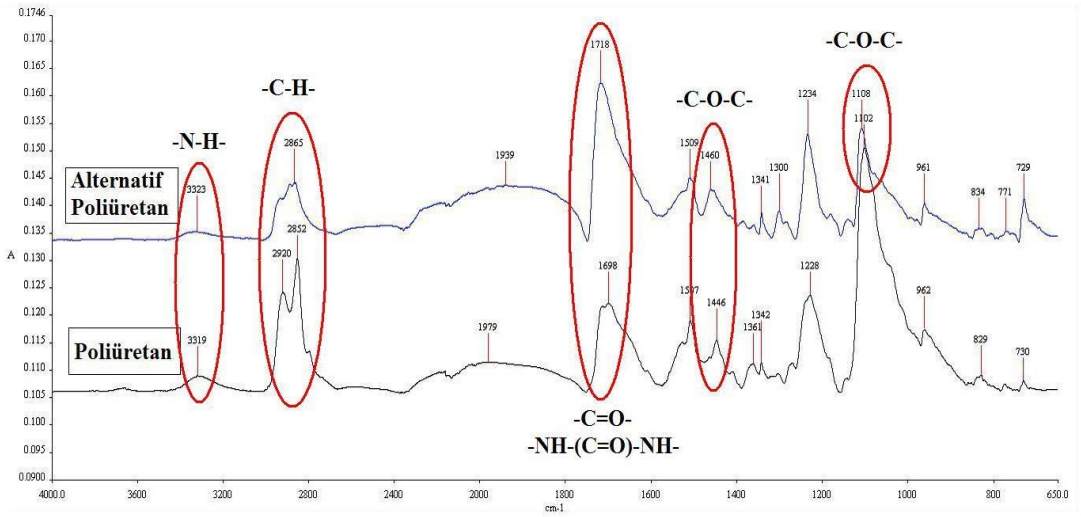
Çalışmada kullanılan bütün KE türlerinin yüzeylerinin kimyasal yapısı FTIR analizi ile incelenmiştir. Bu analiz ile ön kaplama işleminin elyaf yüzeylerinde oluşturduğu farklılıklar, ön kaplanmış KE türleri ile kaplanmamış KE sonuçları karşılaştırılarak görülmüştür. Ayrıca elyaf türlerinin gerçekten kaplanıp kaplanmadığı da FTIR

analizi ile doğrulanmıştır. Ön kaplama işlemi sonucu elyaf yüzeyinde oluşan ve elyaf ile ana yapı arasındaki etkileşimi arttırıcı etkiye sahip olduğu düşünülen fonksiyonel gruplarda belirlenmiştir.

Şekil 4.2'de PC ana yapısına ait FTIR spektrumu görülmektedir. 950-1020 cm^{-1} arasında O-C-O grubunun gerilme titreşiminden ötürü oluşan pik görülmektedir. 1080 cm^{-1} dalga boyunda C-C-C grubunun bükülme piki görülmektedir. 2968 cm^{-1} dalga boyunda ise metil grubunun asimetrik C-H grubunun gerilmesinden dolayı oluşan pik görülmektedir. 1503 cm^{-1} dalgaboyunda C-C gerilme piki ve 1770 cm^{-1} dalgaboyunda ise C=O gerilme pikleri görülmektedir [55].

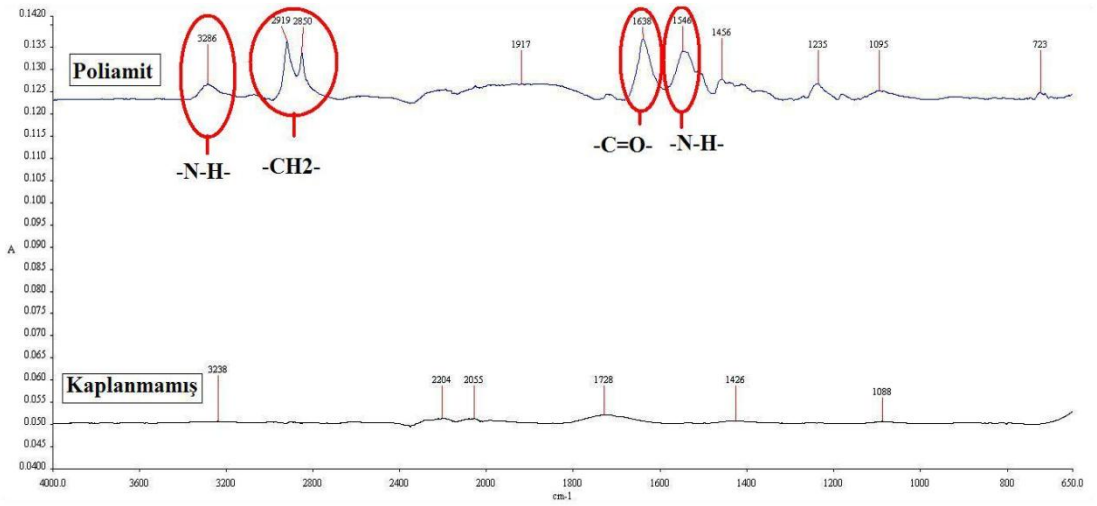


Şekil 4.2. PC ana yapısının FTIR analizi spektrumu



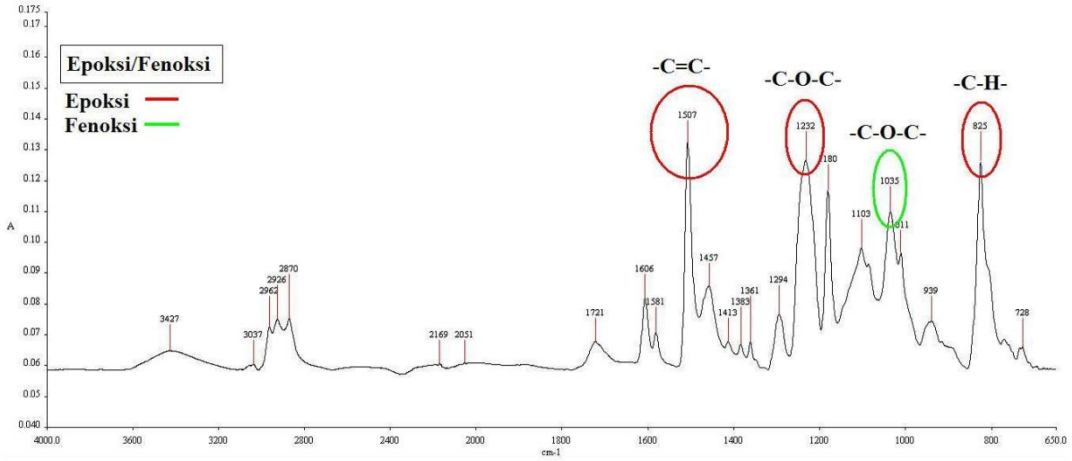
Şekil 4.3. PU ve Alt_PU bazlı ön kaplama malzemesi ile kaplanan elyafa ait FTIR analizi spektrumu

Şekil 4.3'de yüzeyi PU ve Alt_PU ile ön kaplanan KE türüne ait FTIR spektrumu görülmektedir. Bilindiği gibi, PU 3323-3319 cm^{-1}'deki büyük pikle karakterize edilir. Bu pikin oluşma sebebi hidrojen bağlı N-H grubunun gerilme titreşimidir [56-58]. Poliüretanın diğer karakteristik absorbsiyon pikleri ise 2930-2850 cm^{-1} arasında görülür ve bu pik C-H gerilmesinden kaynaklanır [56, 58-60]. 1710-1740 cm^{-1} arasındaki pikler poliüretana ait karbonil (C=O) grubunun gerilmesinden kaynaklanır [56-59]. 1446-1460 cm^{-1} arasında ve 1101-1108 cm^{-1} arasında ise poliestere ait C-O-C piki görülür [59, 60]. Bu pikler bize KE'nin poliüretan ile kaplandığını göstermektedir. Ayrıca poliüretan türlerinde pikler incelendiğinde PC ile benzer yapılar olduğu görülmektedir. Bunlar -C-H- ve -C=O- fonksiyonel gruplarıdır.



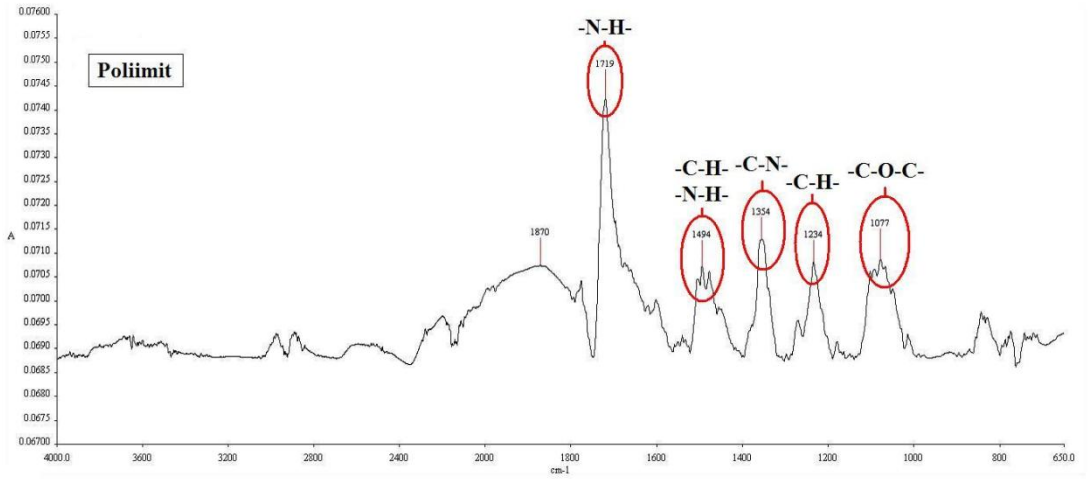
Şekil 4.4. PA bazlı ön kaplama malzemesi ile kaplanan elyafın ve kaplanmamış elyafın FTIR analizi spektrumları

Şekil 4.4'te yüzeyi PA ile ön kaplanan KE türüne ait FTIR spektrumu verilmiştir. Poliamitin FTIR analizinde 3286 cm^{-1}'de N-H gerilme titreşimi, 2919 cm^{-1}'de asimetrik CH_2 gerilimi, 2850 cm^{-1}'de simetrik CH_2 gerilme titreşimi sonucu oluşan pikleri görülmektedir [61]. Ayrıca 1638 cm^{-1}'de C=O gerilme titreşimi ve 1546 cm^{-1}'de N-H eğilme titreşimi ile oluşan pikler görülmektedir[61-63]. Bu pikler bize KE'nin poliamit ile kaplandığını göstermektedir. Ayrıca poliamit türlerinde pikler incelendiğinde PC ile benzer yapı olarak sadece -C=O- olduğu görülmektedir.



Şekil 4.5. P ve EP/P bazlı ön kaplama malzemesi ile kaplanan elyafa ait FTIR analizi spektrumları

Şekil 4.5'te yüzeyi EP/P ile ön kaplanan KE türüne ait FTIR spektrumu görülmektedir. FTIR spektrumunda 1506 cm^{-1}, 1231 cm^{-1} ve 825 cm^{-1} dalga boylarındaki pikler sırasıyla C=C gerilmesi, eter bağ titreşimi ve benzen halkası ile C-H gerilmesinden kaynaklanmaktadır. Bu pikler fenoksinin karakteristik pikleridir. Ayrıca spektrumda gözüken 940-900 cm^{-1} dalga boyları arasındaki pik epoksi halkasının asimetrik gerilmesinden kaynaklanırken 1035 cm^{-1} dalga boyunda ise asimetrik C-O-C gerilmesi piki vardır. Bu pikler epoksinin karakteristik pikleridir [64]. Bu pikler bize KE'nin epoksi ve fenoksi ile kaplandığını göstermektedir. Ayrıca epoksi ve fenoksi türlerinde pikler incelendiğinde PC ile benzer yapı olarak sadece -C-H- olduğu görülmektedir.



Şekil 4.6. PI bazlı ön kaplama malzemesi ile kaplanan elyafa ait FTIR analizi spektrumu

Şekil 4.6'da yüzeyi PI ile ön kaplanan KE türüne ait FTIR spektrumu verilmiştir. Spektrum incelendiğinde 1719 cm^{-1} dalga boyunda -NH- gerilme titreşimi sonucu oluşan pik görülmektedir [65]. -C-H- ve -N-H- titreşimi sonucunda 1494 cm^{-1} ve 1234 cm^{-1} dalga boylarında meydana gelen pikler ise poliimitin karakteristik pikleridir [66]. Poliimitin diğer karakteristik pikleri ise 1354 cm^{-1} ve 1077 cm^{-1} dalga boylarında görülür ve sırasıyla -C-N- gerilme titreşiminden ve -C-O-C- gerilmesinden kaynaklanmaktadır [65, 67]. Bu pikler bize KE'nin poliimit ile kaplandığını göstermektedir. Ayrıca poliimit türlerinde pikler incelendiğinde PC ile benzer yapı olarak sadece -C-H- olduğu görülmektedir.

4.2. KE Takviyeli Polikarbonat Karmaların Karakterizasyonu

Bu bölümde KE takviyeli polikarbonat karma malzemeler üretildikten sonra, bu karmalara yapılan karakterizasyon testleri değerlendirilmiştir.

4.2.1. Darbe testi

KE takviyeli karmaların havacılık, otomotiv ve sportif ürünler endüstrilerinde yaygın olarak kullanılması ve bu uygulamalarda karmaların sıklıkla darbeye maruz kalması KE takviyeli karma malzemelerin darbe özelliklerinin incelenmesinin gerekliliğini göstermektedir [68].

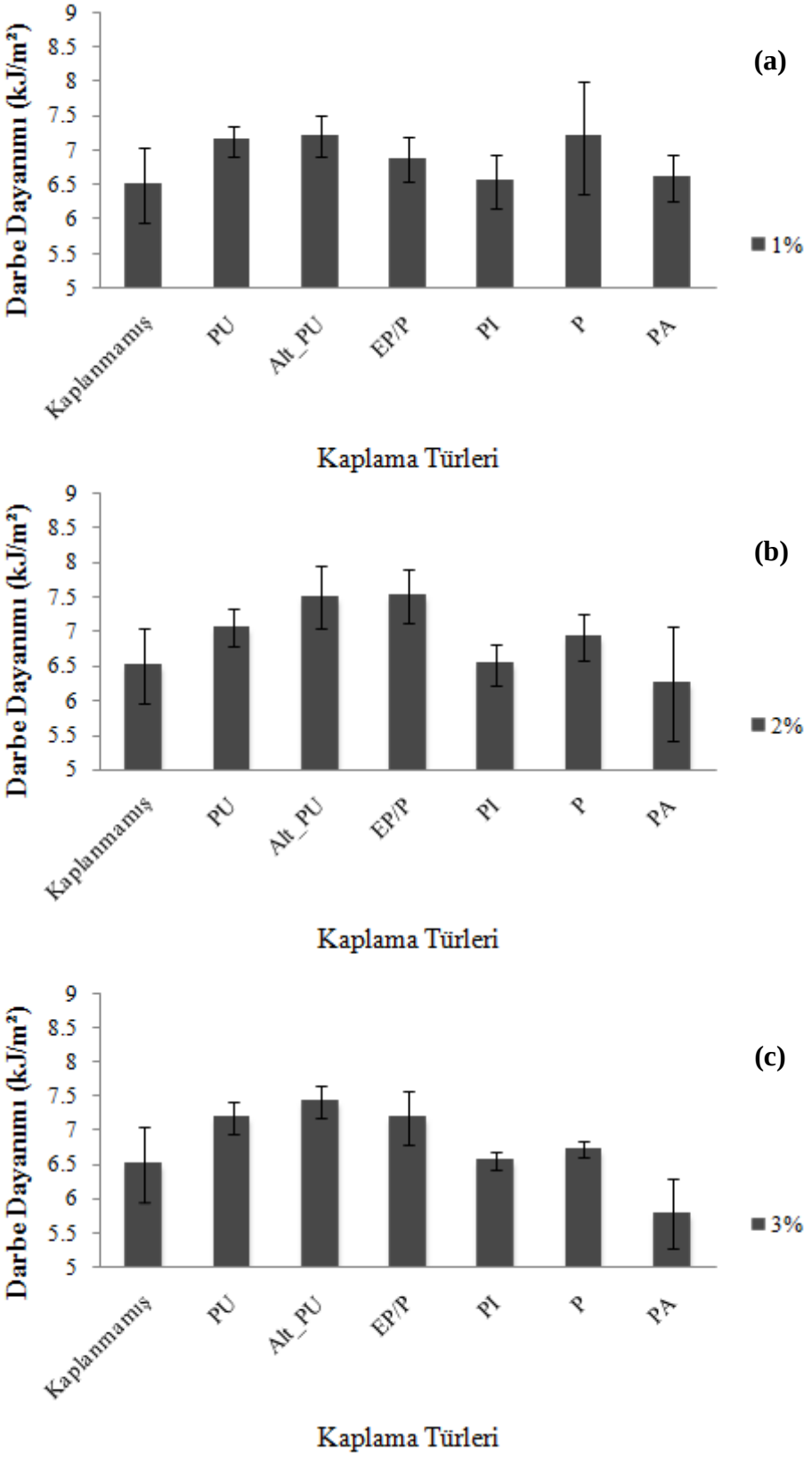
Şekil 4.7'de farklı ön kaplama malzemeleriyle ve miktarlarıyla ön kaplanmış KE ile takviye edilen PC karmalarının darbe dayanım grafikleri verilmiştir. PC'nin elyaf eklenmeden önceki darbe dayanım değeri yaklaşık olarak 12 Kj/m^2 dir. PC'nin yapısında bulunan karbonat grupları malzemeye yüksek esneklik verirler. PC'ye KE ilavesiyle karmanın darbe dayanımlarının düşmesi ise beklenen bir durumdur [69-75]. KE ilavesi ile ana yapının tokluğu azalırken bükülmezliği artar. Dolayısıyla darbe dayanımı da düşer [12, 75]. Çünkü tokluğu yüksek malzemeler darbe esnasında plastik deformasyona uğrayarak daha fazla enerjiyle kırılmaktadır [68]. Ayrıca, kaplanmamış karbon elyafla takviye edilen PC karmaları ile ön kaplanmış KE türlerinin kullanıldığı karmalar karşılaştırıldığında ise ön kaplama işleminin darbe dayanımını etkilediği görülmüştür.

Şekil 4.7 (a)'da %1 kaplama miktarı ile ön kaplanmış KE türleri ile takviye edilen PC karmaları ile kaplanmamış KE ile takviye edilen PC karmalarının darbe dayanımları karşılaştırılmıştır. Bu grafikten Alt_PU, P ve PU ön kaplanmış KE türleri ile takviye edilen karmaların darbe dayanımlarının, kaplanmamış KE ile takviye edilen karmaların darbe dayanımlarına göre, sırasıyla %10,7, %10,6 ve %9,7 oranında arttığı görülmektedir.

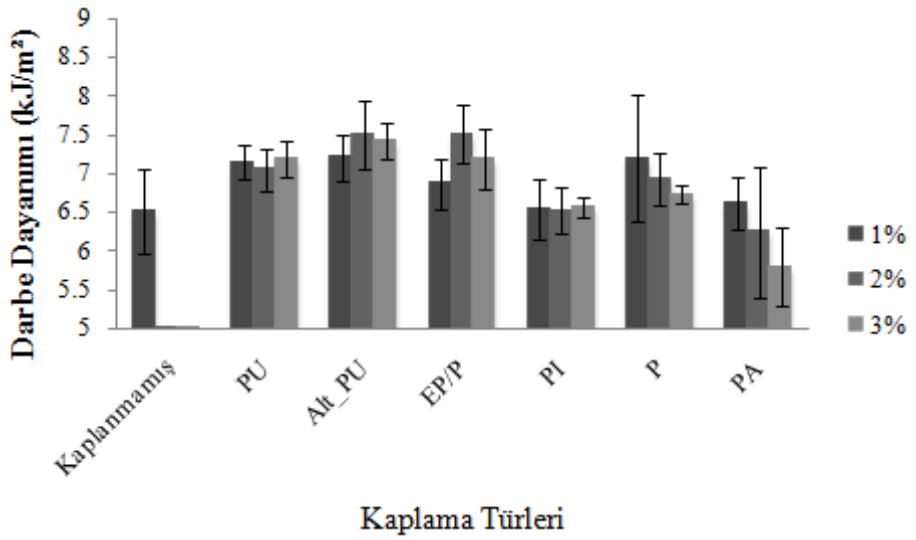
Şekil 4.7 (b)'de %2 kaplama miktarında EP/P, Alt_PU ve PU ön kaplanmış KE türleri ile takviye edilmiş karmaların darbe dayanımlarını sırasıyla %15,4, %15,2 ve %8,4 oranında arttırdığı görülmektedir. Şekil 4.7 (c)'de ise %3 kaplama miktarında Alt_PU, EP/P ve PU ön kaplama türleri ise karmaların darbe dayanımlarını sırasıyla %14, %10,5 ve %10,3 oranında arttırmıştır.

Şekil 4.8'de ise tüm karmaların darbe dayanımı değerleri bir arada verilmiştir. Bu grafiğe göre, tüm darbe dayanımı sonuçları bir arada değerlendirildiğinde ön kaplama işleminin KE'nin darbe dayanımı değerlerini arttırdığı görülmüştür. Ayrıca en yüksek darbe dayanımı değeri %2 kaplama miktarında EP/P ile ön kaplanmış KE kullanıldığında elde edilmiştir.

Kaplama türleri kendi içlerinde kaplama miktarına göre farklı tepkiler vermektedir. Örneğin PI kaplamada artan kaplama ile darbe dayanımı azalırken, PU ve Alt_PU da artan kaplama miktarıyla darbe dayanımı artmaktadır. Bunun için kullanılan kaplama türüne göre, miktarın etkisi dikkate alınmalıdır.



Şekil 4.7. PC kaplama miktarı-darbe dayanımı grafiği (a) %1 kaplama, (b) %2 kaplama, (c) %3 kaplama

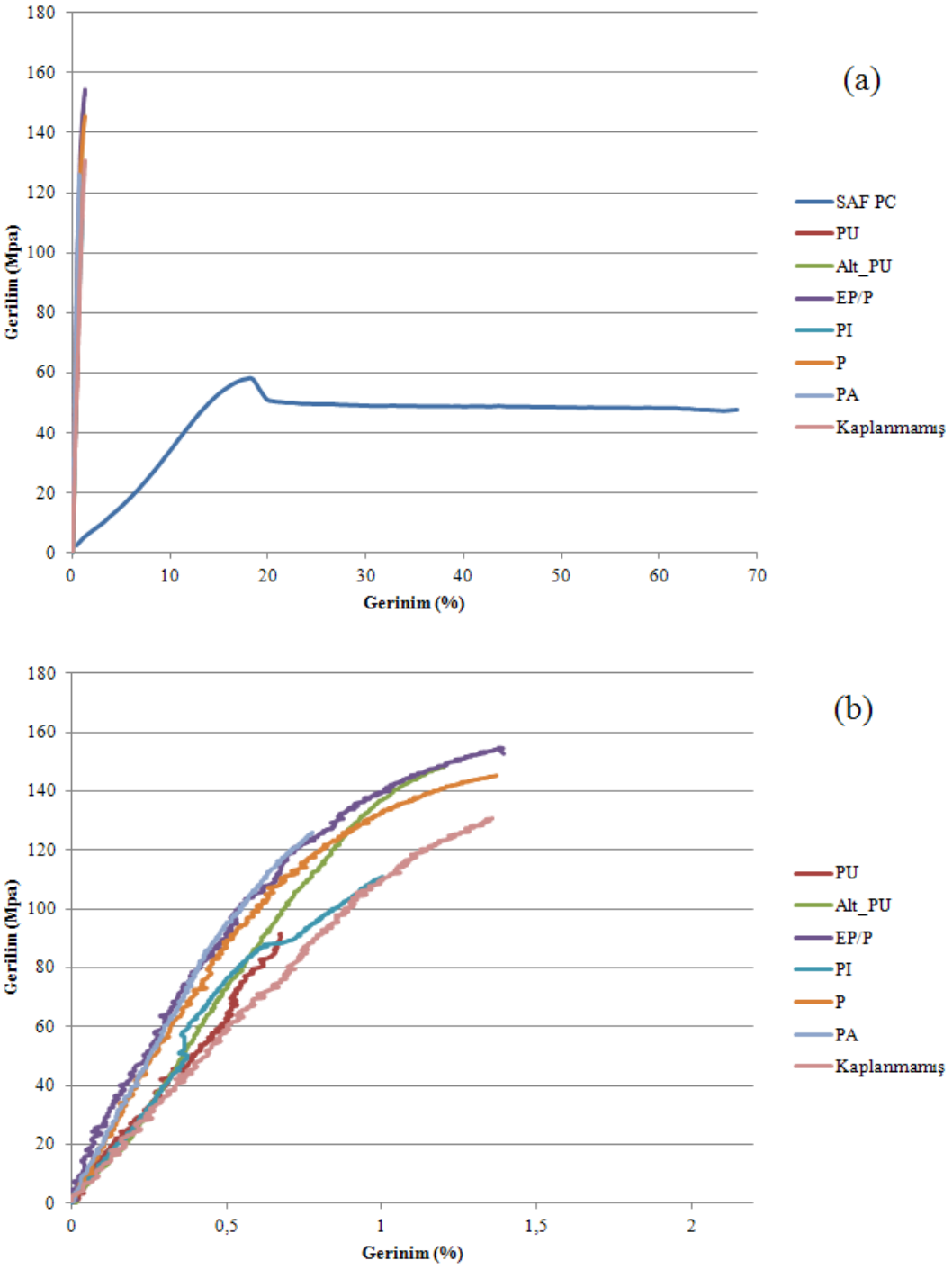


Şekil 4.8. PC karmaların darbe dayanımının takviye edici karbon elyafın kaplama miktarı ile değişimi grafiği

4.2.2. Çekme testi

Elyaf takviyeli karmalar üretmek için polimerlere KE ilave edildiğinde, genellikle polimerin mekanik özellikleri değişmektedir. Polikarbonat sünek bir polimerdir ve KE ilavesiyle sünek yapıdan gevrek bir yapıya geçmektedir [76-78].

Şekil 4.9'da üretilen numunelerin (%2 kaplama miktarı) gerilim-gerinim eğrileri gösterilmiştir. Şekil 4.9 (a) ile sünek yapının gevrek bir yapıya geçişi gösterilmiştir. Ayrıca KE ilavesi ile numunelerin çekme dayanımı artarken, kopmada uzama değerlerinin azaldığı da şekilde net bir şekilde görülmektedir. Şekil 4.9 (b) ise karbon elyaf takviyeli karmaların gerilim-gerinim eğrilerinin karşılaştırmasını içerir.



Şekil 4.9. KE takviyeli karmaların gerilim-gerinim eğrileri (a) Saf polikarbonat ile karbon elyaf takviyeli karmaların karşılaştırılması, (b) Karmaların karşılaştırılması.

KE ile polimer ana yapı arasındaki etkileşim kimyasal bağlar veya mekanik kilitlenme şeklinde olmaktadır. Eğer aradaki etkileşim kötü ise KE ana yapıya yeteri kadar tutunamaz ve çekme esnasında ana yapıdan sıyrılar ve yerinden çıkarlar. Böyle bir durumda KE takviye edicilik görevini yerine getiremez [73, 77, 79, 80].

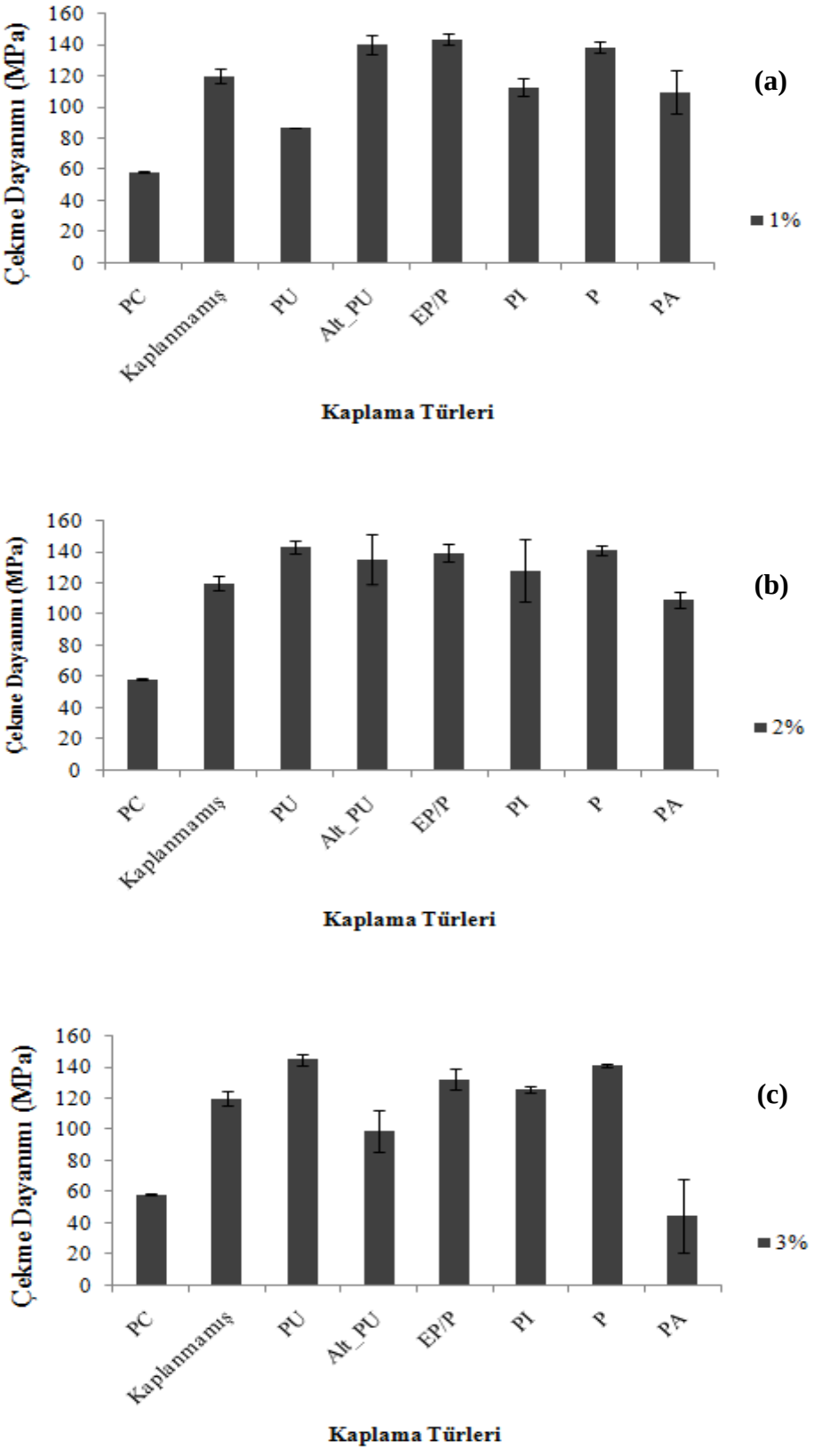
Dolayısıyla kaplama miktarının ve türünün KE takviyeli polikarbonat karmalarının çekme dayanımına etkisi ölçülerek ara yüzey etkileşimi değerlendirilmiştir.

Şekil 4.10'da kaplanmamış KE ve altı farklı kaplama malzemesi, üç farklı kaplama kalınlığı kullanılarak üretilen KE takviyeli PC karmalarının çekme dayanımı grafikleri verilmiştir. Saf PC'nin çekme dayanımı değeri 58,65 MPa'dır. Fakat kaplanmamış KE takviyeli PC karmasının çekme dayanımı ile kıyaslandığında PA kaplı KE takviyeli karmaların çekme dayanımı daha düşüktür. Bunun nedeni iyi arayüzey oluşturamayan veya ana yapı ile uyumlu olmayan ön kaplanmış elyafın çekme esnasında ana yapıdan sıyrılması ve yüzeyden kopmasıdır. Dolayısıyla kötü arayüzeye sahip elyaf, takviye edicilik görevini yerine getiremez [73, 79-81]. Bu sonuçlardan, PA ile PC'nin iyi bir ara yüzey oluşturamadıkları ve PC için iyi bir ön kaplama malzemesi olmadığı kararlaştırılmıştır.

Şekil 4.10 (a)'da %1 kaplama miktarı, Şekil 4.10 (b)'de %2 kaplama miktarı ve Şekil 4.10 (c)'de %3 kaplama miktarı etkisi değerlendirilmiştir. Buna göre genel olarak KE ilavesinin PC karmalarının çekme dayanımını arttırıcı etki gösterdiği şekillerden görülmektedir. %1 kaplama miktarı ile üretilmiş karbon elyaftan EP/P, Alt_PU ve P kaplamaların PC karmaların çekme dayanımlarını saf PC'ye göre sırasıyla %145,5, %140 ve %137 oranında arttırdığı görülmektedir.

Şekil 4.10 (b)'de PU, P ve EP/P kaplamaların PC karmaların çekme dayanımlarını saf PC'ye göre sırasıyla %144, %140,75 ve %138 oranında arttırdığı görülmüştür.

Şekil 4.10 (c)'de ise PU, P ve EP/P kaplamaların PC karmaların çekme dayanımlarını saf PC'ye göre sırasıyla %147,5, %140,7 ve %125,7 oranında arttırdığı tespit edilmiştir.

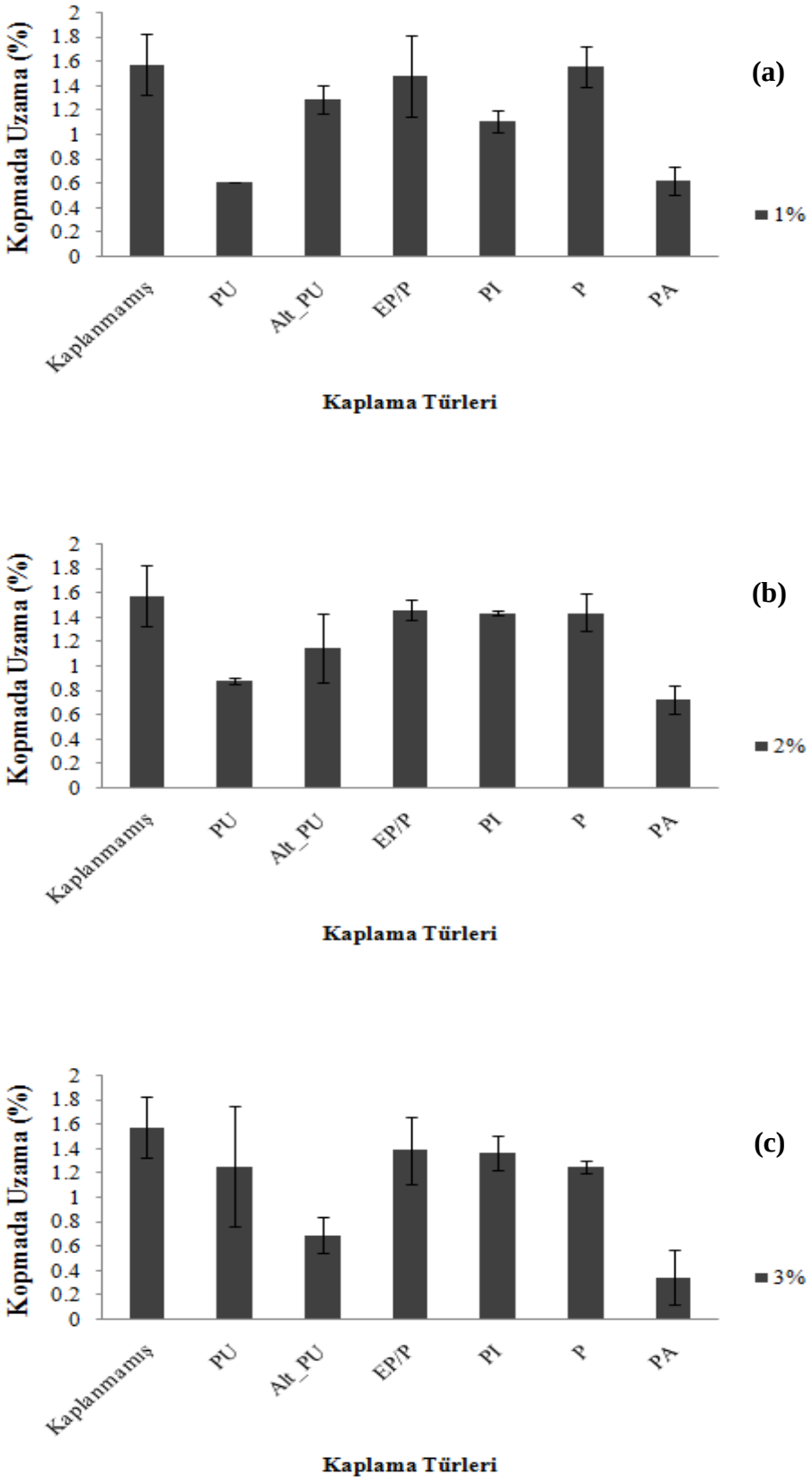


Şekil 4.10. Kaplama miktarı-çekme dayanımı grafiği (a) %1 kaplama, (b) %2 kaplama, (c) %3 kaplama

Şekil 4.11'de kaplanmamış KE ve altı farklı kaplama malzemesi kullanılarak yüzeyi kaplanmış KE takviyeli PC karmaların kopmada uzama grafikleri verilmiştir. Saf PC'nin kopma uzaması değeri %65 olduğu için grafiklerde gösterilmemiştir. Çünkü KE ilavesiyle karmaların çekme uzaması oldukça azalmaktadır. KE takviyesiyle uygulanan yük ana yapıdan KE türlerine iletilir ve çekme dayanımı artar fakat kopma uzaması azalır [14].

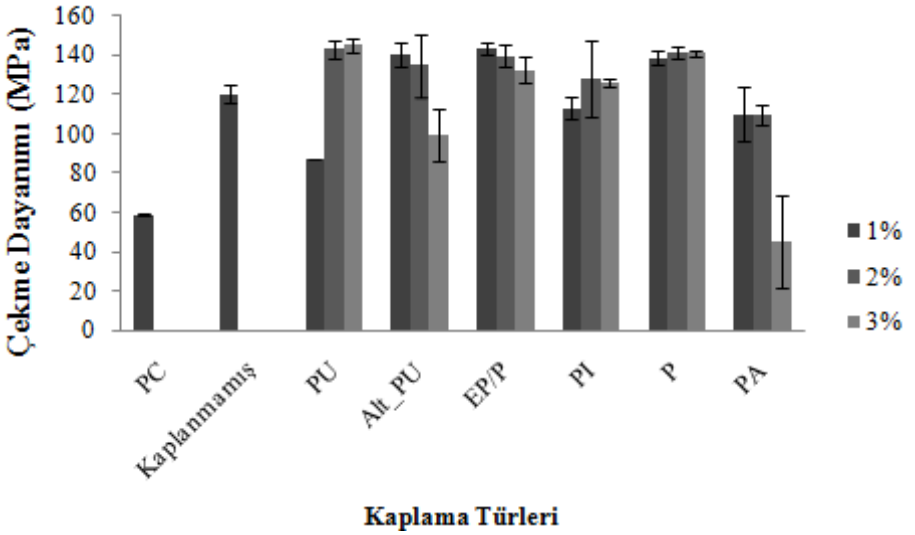
İyi ara yüzey etkileşimine sahip karma malzemelerde uygulanan yük ana yapıdan elyafa iletilir. Lifler uygulanan bu yüke karşı direnç gösterir. Yük arttıkça lifler ile ana yapı arasındaki bağlar kopar. Çünkü lifleri koparmak elyaf ile ana yapı arasındaki bağı koparmaktan daha fazla enerji gerektirir [82]. KE takviyeli karma malzemelere bir yük uygulandığı zaman ilk çatlaklar elyaf sonu denilen kısımlarda meydana gelmektedir. Bu çatlaklar daha sonra elyaf ile anayapı arayüzeyine ilerler ve daha az uzama değerlerinde kopma gerçekleşir [83]. Grafiklerden de görüldüğü gibi karmaların kopma uzaması değerleri saf polikarbonatın kopma uzaması değerine göre oldukça düşüktür.

KE takviyesi ile karmaların kopma uzaması değerlerinin düşmesinin bir başka açıklaması ise KE varlığında polikarbonat zincirlerinin hareketliliklerini yitirmesi ve zincir sarmallarının açılmasının elyaf tarafından engellenmesi şeklinde yapılabilir [84]. Dolayısıyla ana yapıda elyaf sonlarında oluşan çatlaklar zincirlerin açılmasından daha önce oluşur ve çekme testi esnasında numuneler uzayamadan kopmuş olurlar.



Şekil 4.11. Kaplama miktarı-kopma uzaması grafiği (a) %1 kaplama, (b) %2 kaplama, (c) %3 kaplama

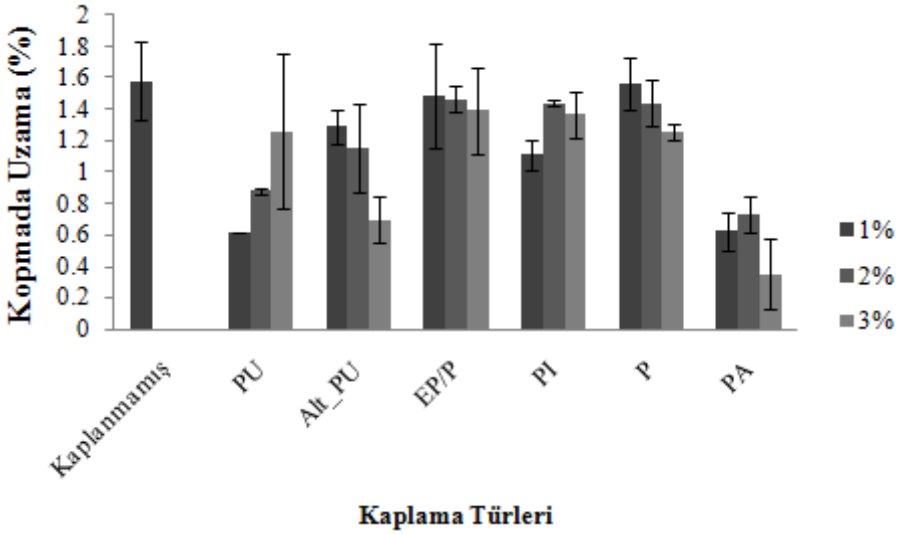
Şekil 4.12'de kaplama türünün ve kaplama kalınlığının karmaların çekme dayanımı değerleri üzerine etkisi toplu olarak verilmiştir.



Şekil 4.12. KE takviyeli karmalarda kaplama türü/kalınlığı–çekme dayanımı karşılaştırması

Şekil 4.12 incelendiğinde kaplama malzemesi olarak PU, kullanıldığı durumda kaplama miktarı arttıkça çekme dayanımı değerlerinin de arttığı görülmektedir. Bu durum PU kaplama ile PC matris arasında iyi bir uyum olduğu şeklinde açıklanabilir. Kaplama malzemesi olarak PI ve P kullanıldığı durumda en yüksek çekme dayanımının %2 kaplama kalınlığında elde edildiği görülmektedir. Kaplama malzemesi olarak Alt_PU, EP/P ve PA kullanıldığı durumda ise en yüksek çekme dayanımı %1 kaplama kalınlığında elde edilmiştir. Görüldüğü gibi kaplama miktarının etkisi, kaplama malzemesi türüne göre değişmektedir.

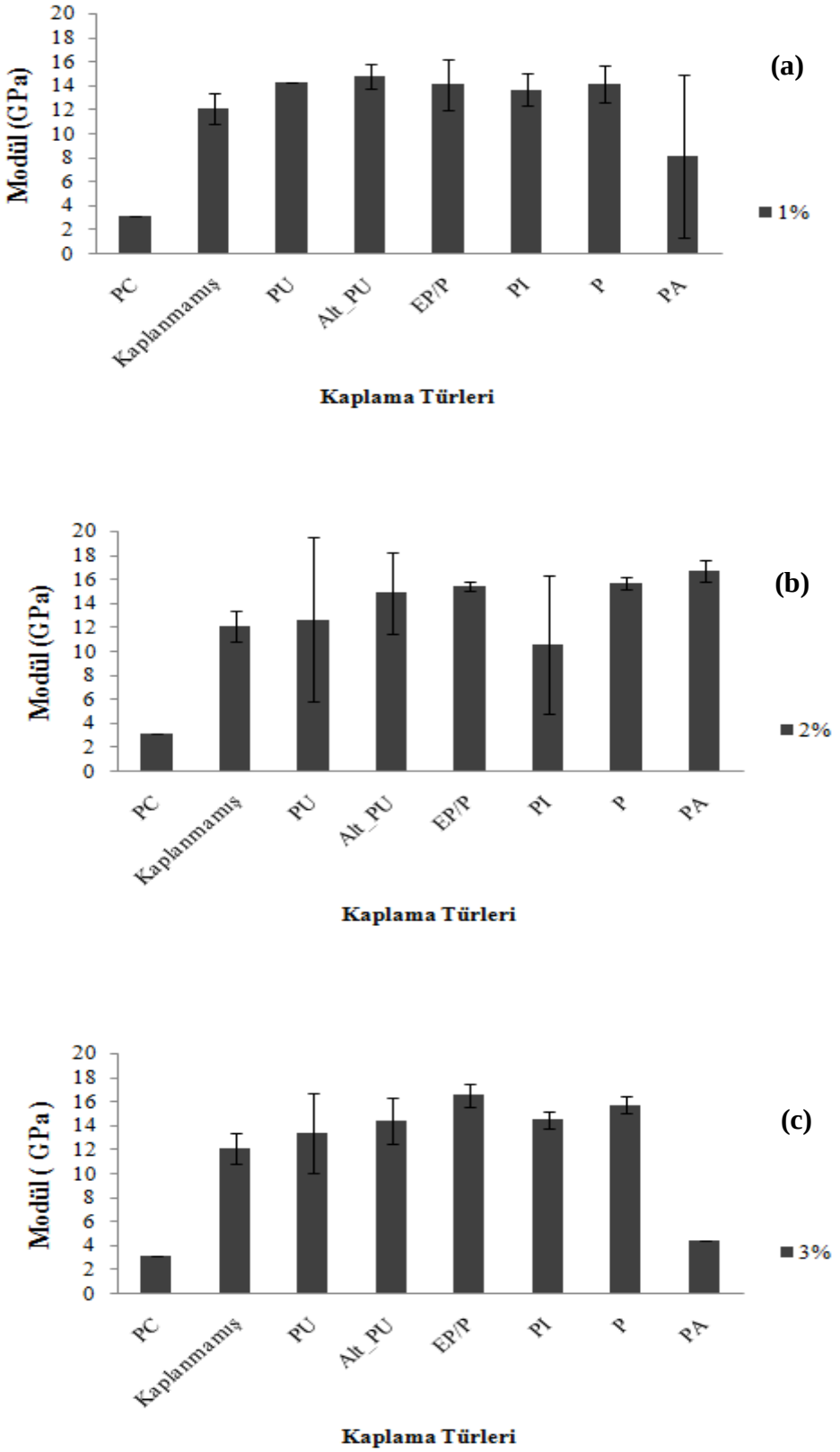
Şekil 4.13'te kaplama türünün ve kaplama kalınlığının karmaların kopma uzaması değerleri üzerine etkisi birlikte verilmiştir.



Şekil 4.13. KE takviyeli karmalarda kaplama türü/kalınlığı–kopma uzaması karşılaştırılması

Kopma uzaması sonuçları incelendiğinde, PI kaplama malzemesi dışında genel olarak en düşük kopma uzaması değerinin %2 kaplama kalınlığında elde edildiği görülmüştür. Ancak kaplama malzemesi olarak PI kullanıldığı durumda en düşük kopma uzaması değeri %1 kaplama miktarında elde edilmiştir. Bunu sırasıyla %2 ve %3 kaplama kalınlıkları izlemektedir.

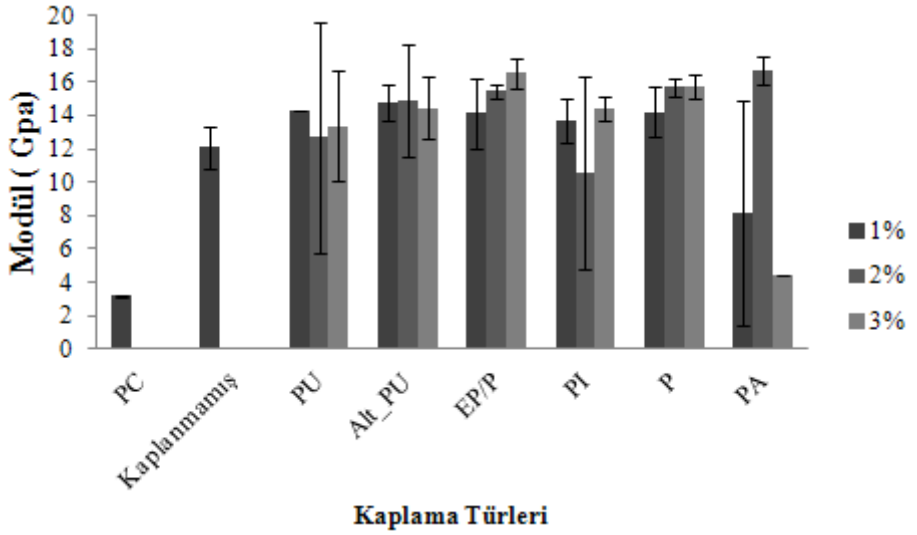
Şekil 4.14'te farklı kaplama miktarlarında, altı farklı kaplama malzemesi kullanılarak üretilen KE takviyeli karmaların özdayanım grafikleri verilmiştir. Şekil 4.14 (a) incelendiğinde Alt_PU ön kaplaması uygulanmış KE takviyesiyle saf PC'nin özdayanım değerinin %464 arttığı, bunu yaklaşık %450 değer ile PU, P ve EP/P kaplamalarının izlediği görülmüştür. Şekil 4.14 (b) incelendiğinde PA ön kaplaması uygulanmış KE takviyesiyle saf PC'nin özdayanım değerinin %530 arttığı, bunu yaklaşık %475 artış ile EP/P, P ve Alt_PU kaplamalarının izlediği belirlenmiştir. Şekil 4.14 (c)'de ise EP/P ön kaplamasının saf PC'nin özdayanım değerinin %520 arttığı, bunu %495 ile P kaplamasının izlediği görülmüştür. Kaplanmış karbon elyaf türlerinin kaplanmamış karbon elyafa göre özdayanımı daha fazla arttırdığı görülmektedir. Bunun bir nedeni de ön kaplanmış KE türlerinin ana yapı ile daha iyi bir arayüzey etkileşimine sahip olmasıdır [17].



Şekil 4.14. Kaplama miktarı-özdayanım grafikleri (a) %1 kaplama, (b) %2 kaplama, (c) %3 kaplama

Şekil 4.15'te kaplama türünün ve kaplama miktarının karmaların özdayanım değerleri üzerine etkisi birlikte verilmiştir. Şekil 4.15'ten görüldüğü gibi en yüksek özdayanım değeri Alt_PU, EP/P ve P kaplama malzemeleriyle kaplanmış KE türü ile takviye edilen karmalardan elde edilmiştir.

KE takviyeli karmalarda özdayanımın artışı bilinen bir durumdur. Düşük elyaf derişimlerinde bile karmaların özdayanımı, karbon elyafın yüksek özdayanımından ve yüksek boy/çap oranından dolayı artmaktadır [17].



Şekil 4.15. KE takviyeli karmalarda kaplama türü/miktarı-özdayanım karşılaştırma grafiği

4.2.3. Elyaf boyu dağılımı

Kısa elyaf takviyeli karma malzemelerde mekanik özellikler, elyaf boyu dağılımı ve elyaf yönlenmesi ile etkilenmektedir. Ekstruzyon ve enjeksiyonlu kalıplama işlemleri esnasında, lifler kırılmaktadır. Karmaların mekanik özellikleri böylece değişmektedir. Elyaf yönlenme derecesi, karma yapısı içerisindeki liflerin boyu ve derişimi, eriyik polimerin akış davranışı, işleme koşulları ve kalıp geometrisi ile değişiklikler gösterir [85].

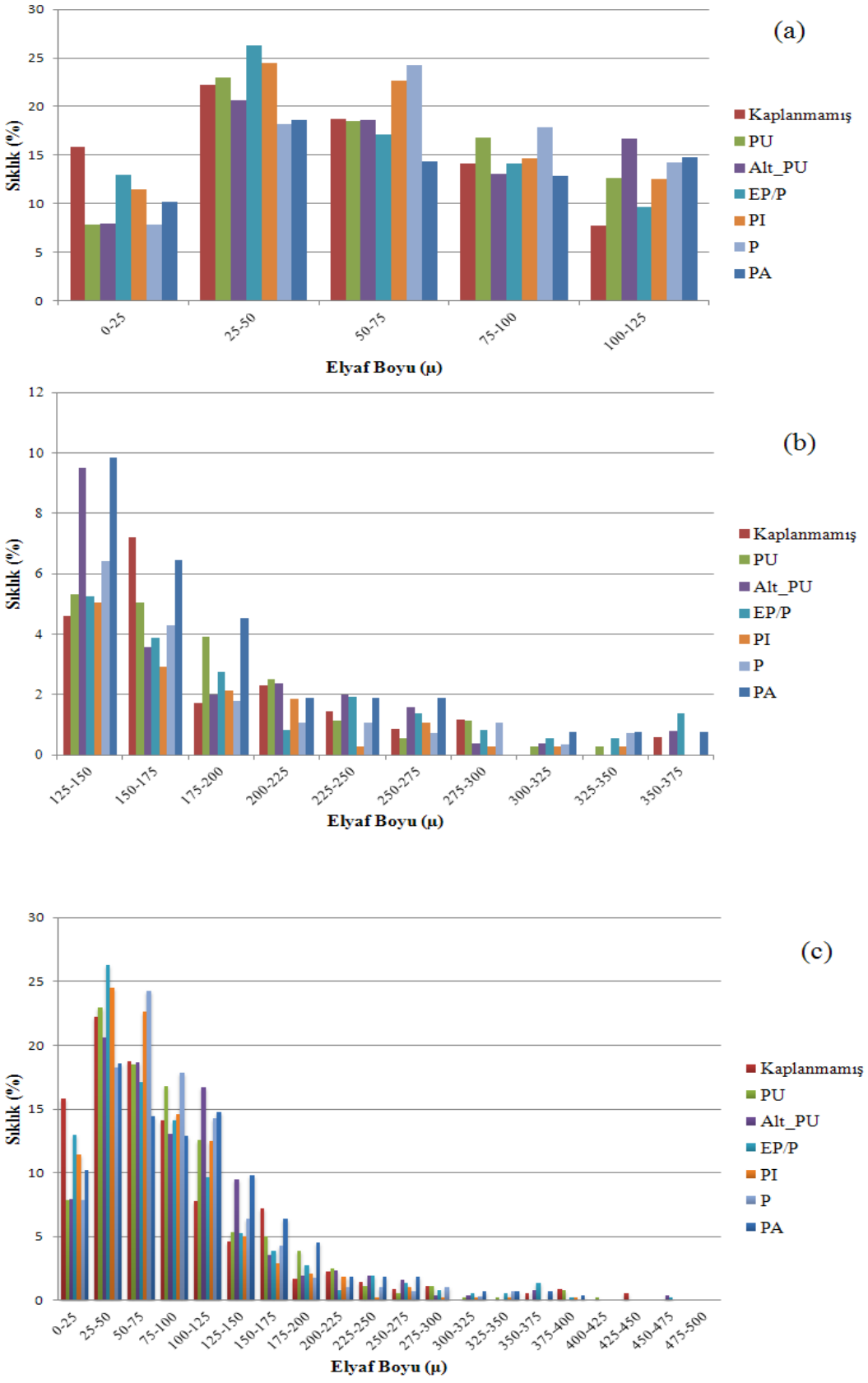
Karma malzemeye bir yük uygulandığında kısa kalan karbon lifler anayapıya tutunamazlar ve sıyrılıp ayrılırlar, uzun kalan karbon lifler ise kırılabilirler. Dolayısıyla karmanın özellikleri arttıran en uygun bir KE boyu aralığı vardır [85].

Ekstruzyon ve enjeksiyonlu kalıplama sonrası karmalar içerisindeki elyaf boyunu incelemek için numunelere elyaf boyu dağılımı testi yapılmıştır. Bütün KE tipleri için bu değerler belirlenmiştir.

Karıştırma öncesi bütün elyaf türlerinin boyu eşit ve 6 mm olarak alınmıştır. Şekil 4.16'da elyaf boyu dağılımı değerleri grafik halinde verilmiştir. Bu grafiğe göre karmaların üretimden sonra elyaf boyunun azaldığı ve en fazla elyafın 25-75μm boy aralığında olduğu görülmüştür.

Şekil 4.16'dan, en kısa elyaf aralığının 0-25 μm aralığı olduğu ve bu aralıkta en fazla sayıda olan elyaf türünün kaplanmamış KE türü olduğu görülmektedir. Öte yandan diğer aralıklarda kaplanmamış KE oranı kaplanmış KE oranlarından daha düşük olduğu belirlenmiştir. Şekilden görüldüğü gibi P ve EP/P ön kaplı KE tipleri elyaf boyu dağılımı açısından üretim sürecinden daha az etkilenmiş olduğu belirlenmiştir.

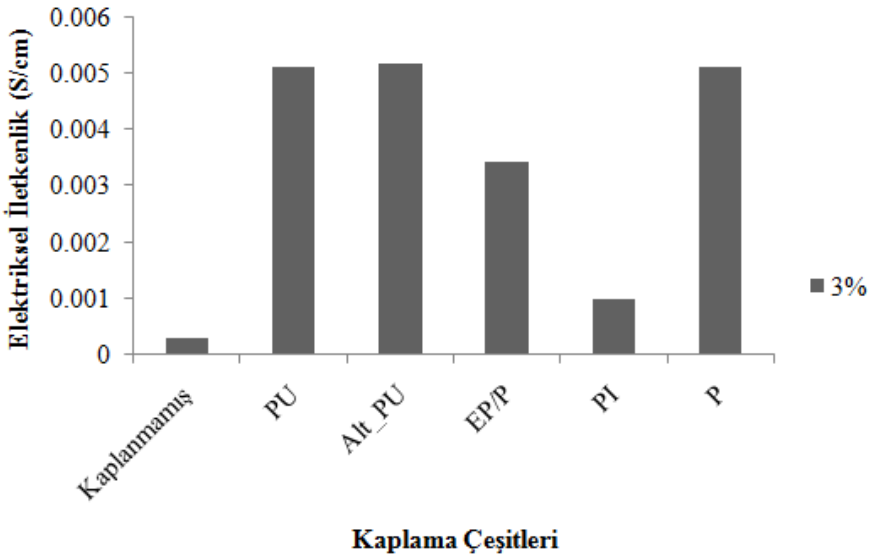
Karma içerisinde KE boyutu arttıkça karmaların dayanımının ve pekliğinin arttığı bilinen bir durumdur [86]. Elyaf ile ana yapı arasındaki etkin temas alanı karmanın birçok mekanik özelliğine etki ettiğinden, elyaf boyu artması karmanın özelliklerini geliştirici bir etkendir. Dolayısıyla yapıdaki uzun elyaf belli bir yükleme oranına kadar karmanın mekanik özelliklerini iyileştirmektedir. Çekme değerlerine kısa karbon liflerin uzun karbon lifler kadar etki edememesinin sebebi ise öbekleşmenin meydana gelmesinden kaynaklıdır [44]. Ayrıca çatlaklar genellikle elyaf sonu denilen bölgelerde başlar. Eğer elyaf yapı içinde kısa kalırsa daha çok elyaf sonu oluşacağı için malzemenin özellikleri kötüleşmeye başlar [73].



Şekil 4.16. Elyaf türlerinin boyut dağılımı karşılaştırılması (a) 0-125 µ aralığı, (b) 125-375 µ aralığı, (c) 0-500 µ aralığı karşılaştırmaları

4.2.4. Elektriksel özelliklerin ölçümü

Genellikle, KE karmaların mekanik özelliklerini iyileştirmenin yanı sıra malzemenin elektriksel özelliklerini de etkiler. İletken polimerler karbon karası ya da KE gibi iletken dolgular ile üretilebilmektedir [87]. KE takviyeli karma malzemelerde elektriksel iletkenlik, iletkenlik özelliği bulunan KE türleri üzerinden sağlanmaktadır [53]. KE takviyeli karmaların elektriksel iletimi ile karmadaki elyaf derişimi, elyaf yönlenmesi ve ortalama elyaf boyu dağılımı arasında bir ilişki vardır. Karmalarda elyaf boyu dağılımı yüksek olduğu durumlarda, elyaf içeriği azalsada liflerin birbirine temas etmesinden dolayı elektrik iletkenliği sağlanmaktadır [88].



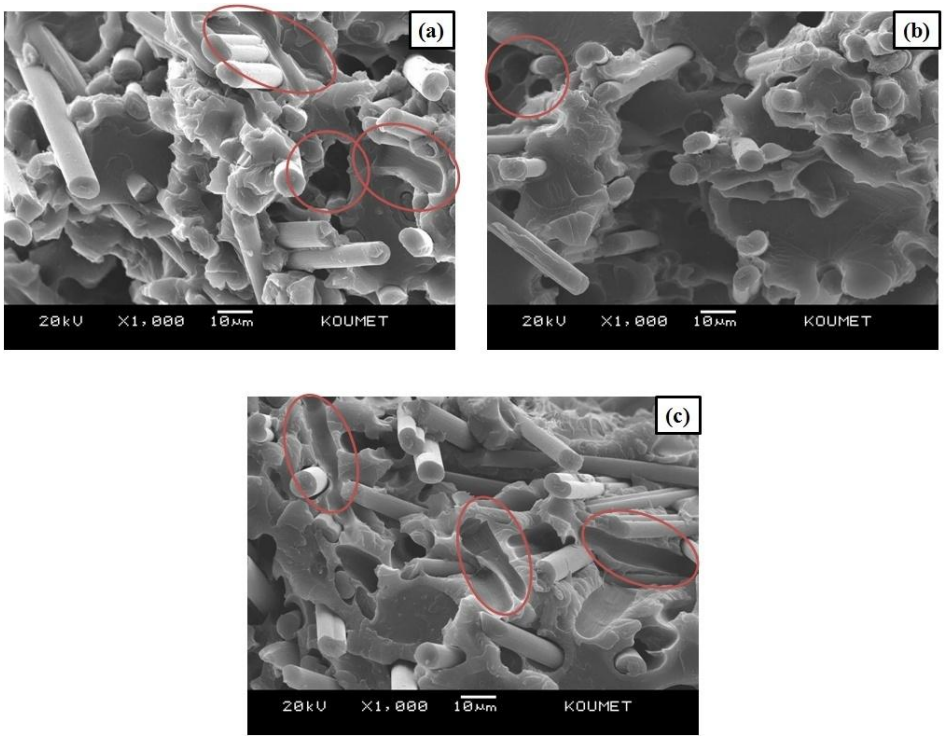
Şekil 4.17. Karmaların elektriksel iletkenlik değerleri

Elektriksel iletime sahip malzemeler iletkenlik değerlerine göre sınıflandırılmaktadır. Buna göre elektriksel iletim değeri 10^{-6} S/cm ile 10^{-2} S/cm arasında olan malzemeler yarı iletken malzeme sınıfına girmektedir. 10^{-6} S/cm' den düşük iletkenliğe sahip malzemeler yalıtkan, 10^{-2} S/cm değerinden yüksek elektriksel iletkenliğe sahip malzemeler ise iletken olarak sınıflandırılmaktadır [89]. Bu çalışmada karmalar içerisinde sabit yükleme oranında KE kullanıldığı için elyaf derişimi etkisi tüm türler için aynıdır. Şekil 4.17'de kaplama malzemesinin karmaların elektriksel iletkenliğe etkisi görülmektedir. Şekilden kaplama işleminin karmaların elektriksel özelliğini arttırdığı ve en düşük elektriksel iletkenlik değerinin kaplanmamış KE kullanıldığında oluştuğu görülmüştür. Bu durum elyaf boyu dağılımı analizi ile desteklenmiştir. Ayrıca ön kaplama işlemi ile elyaf ile ana yapı arasındaki etkileşim

iyileşerek elektronların boşluklar tarafından engellenme ihtimali azalmakta ve elektronların ilerlemesi kolaylaşmaktadır. Bu durumda malzemenin elektrik direnci azalmakta ve elektriksel iletkenliği artmaktadır [90]. En yüksek elektriksel iletkenlik değerleri, PU, Alt_PU ve P kaplı karbon elyaf kullanılan karmalarda ölçülmüştür. EP/P kaplı karbon elyaf kullanıldığı durumda biraz daha düşük bir iletkenlik elde edilmiştir. PI kaplı KE ise elektriksel iletkenliğe çok az etki etmiştir.

4.2.5. Taramalı elektron mikroskopu (SEM)

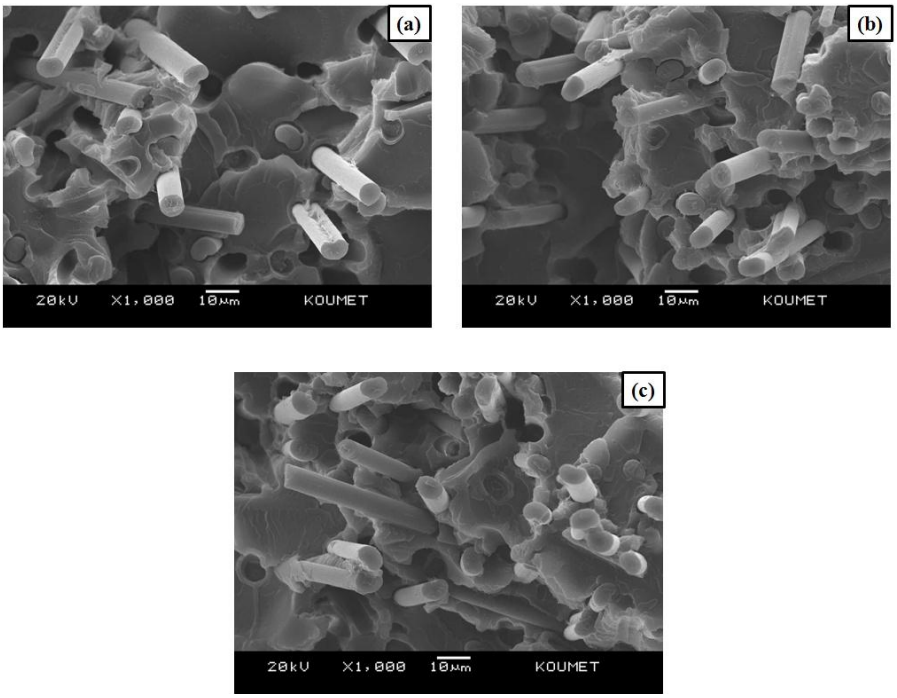
Elyaf ana yapı arasındaki yapışmanın incelenmesi amacıyla karbon elyaf takviyeli polikarbonat karmalarının, çekme testi sonucu oluşan kırılma yüzeylerine SEM analizi yapılmıştır. Şekil 4.18'de kaplanmamış ve Alt_PU ve PI kaplama malzemesiyle kaplanmış KE türleri ile takviye edilen karmaların 1000 kat büyütülmüş SEM görüntüleri verilmiştir.



Şekil 4.18. KE ile takviye edilen PC karmaların SEM görüntüleri (a) Kaplanmamış, (b) Alt_PU, (c) PI ile kaplanmış

Bu görüntülerden özellikle işaretlenmiş kısımlarda karbon liflerin anayapı ile iyi yapışma sağlayamadığı ve ana yapıdan sıyrıldığı ve takviye edicilik görevini yerine getiremediği anlaşılmaktadır. Ayrıca liflerin yüzeyi pürüzsüz ve ana yapı tarafından

kaplanmamış olması da arayüzey etkileşimlerinin zayıf olduğunu göstermektedir. Mekanik test sonuçlarında bu liflerin kullanıldığı durumlarda karmaların dayanım değerleri düşük çıkmıştır.



Şekil 4.19. KE ile takviye edilen PC karmaların SEM görüntüleri
(a) PU, (b) EP/P, (c) P ile kaplanmış

Şekil 4.19'da ki SEM görüntülerinden PU, EP/P ve P kaplanmış karbon elyafın ana yapı ile etkileşimi incelenmiştir. Şekil 4.18'den farklı olarak, Şekil 4.19'daki görüntüler incelendiğinde elyaf ile ana yapı arasında iyi bir etkileşim olduğu ve çekme yükü altında elyafın ana yapıya tutunarak kopmadığı ve sıyrılmadığı görülmektedir. Ayrıca liflerin yüzeyleri pürüzlü ve ana yapı tarafından ıslatılmıştır. Dolayısıyla PU, EP/P ve P bazlı kaplama malzemeleri PC ana yapısı ile uyumludur ve yapışmayı iyi yönde etkilediği söylenebilir. Bu kaplama malzemeleriyle kaplanmış KE ile takviye edilen PC karmalarının mekanik özellikleride oldukça iyidir. SEM görüntüleri mekanik testler ile desteklenmektedir.

5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Bu tez çalışmasında, KE takviyeli polikarbonat karma malzemelerinde, elyaf ile ana yapı arasındaki etkileşimin arttırılması için karbon elyafa uygulanan ön kaplama işleminin etkisi incelenmiştir. Günümüzde elyaf takviyeli karma malzemelerde elyaf ile ana yapı arasındaki etkileşimin arttırılması amacıyla birçok ana yapı değişiklikleri ya da elyaf yüzey işlemi uygulanmaktadır. Elyaf yüzeyine uygulanan işlemlerden birisi de ön kaplama işlemidir. Bu çalışmada, %1-2-3 kaplama miktarlarında, altı farklı ön kaplama malzemesi ile ön kaplanmış KE ve kaplanmamış KE takviye malzemesi olarak kullanılmıştır. KE iki farklı poliüretan cinsi, epoksi ile fenoksi esaslı kaplama malzemeleri ve poliimit ile poliamit bazlı kaplama malzemeleri farklı kaplama miktarlarında kaplanmış ve bu işlemlerin elyaf takviyeli polikarbonat karmalarının özelliklerine etkisi incelenmiştir.

Çalışma kapsamında ulaşılan sonuçlar şöyledir:

Karmalar üretilmeden önce bütün KE türlerine izotermal termogravimetrik analiz (TGA) ve fourier dönüşümlü kızılötesi spektrofotometresi (FTIR) analizi yapılmıştır. KE türlerinin izotermal TGA ile üretim koşullarına benzer bir koşuldaki ağırlık kaybı oranları incelenmiştir. Sonuçlar, bütün kaplama malzemelerinin sıcaklık artışıyla ağırlık kaybına uğradığı, ayıca işleme koşullarında da bu malzemelerin zamanın bir fonksiyonu olarak ağırlık kaybına uğradıkları görülmüştür. İşleme koşullarında %80 ağırlık kaybına uğrayan Alt_PU en fazla ağırlık kaybeden, %0,07 ağırlık kaybına uğrayan PI ise en az ağırlık kaybeden malzemelerdir. Dolayısıyla Alt_PU kaplama malzemesi, karmalar işlenirken bir miktar bozunmuş ve olması gerekenden daha az bir etki göstermiş olabilir.

PC'ye KE ilave edildiğinde oluşan karmanın mekanik özelliklerinde önemli değişimler meydana gelmiştir. KE takviyesi PC' nin çekme dayanımı değerini iki kat arttırmıştır. Ayrıca kaplama işleminin etkisi incelendiğinde kaplanmış KE'ler ile takviye edilen PC karmasının çekme dayanımı, kaplanmamış KE ile takviye edilen PC karmalarından daha yüksektir. En yüksek çekme dayanımı değerleri PU, EP/P ve

P bazlı kaplama malzemesiyle kaplanmış KE kullanıldığı durumlarda meydana gelmiştir. Fakat karmaların çekme dayanımına kaplama miktarının etkisi her malzeme için değişkendir. Dolayısıyla kaplama miktarının her zaman arttırıcı bir etkisi olduğu söylenemez. Karmaların kopmada uzama değerleri ise KE ilavesiyle oldukça azalmaktadır. Fakat kaplanmış KE kullanıldığı durumlarda kaplanmamış karbon elyafa göre bir miktar artma gözlenmektedir. Karmaların özdayanım değerleri ise kaplanmış KE kullanıldığı durumlarda oldukça yükselmektedir.

PC'ye KE ilavesi ile karmaların çekme özellikleri gelişirken, darbe özellikleri kötüleşmektedir. Kaplanmamış KE takviyeli PC karmalarının darbe dayanımı değerleri oldukça düşüktür. Bununla birlikte kaplanmış KE takviyeli PC karmaların darbe dayanımı daha yüksektir. Karmaların darbe dayanımına kaplama miktarının etkisi, çekme dayanımında da olduğu gibi değişkendir. En yüksek darbe dayanımı değerleri Alt_PU ve EP/P kaplanmış karbon elyaf kullanıldığı durumlarda elde edilmektedir.

Çekme testi sonucu oluşan kırılma yüzeyleri SEM analizi ile incelenerek elyaf ana yapı arasındaki etkileşim incelenmiş ve mekanik test sonuçları ile görüntüler kıyaslanmıştır. Alt_PU kaplanmış KE kullanıldığı durumlarda PC ana yapı çekme esnasında sünerek kopmaktadır. PI kaplı karbon elyaf hariç kaplanmış bütün karbon liflerinin ana yapı ile etkileşimi iyidir.

KE ilavesi karma malzemelerin mekanik özelliklerinin yanısıra elektriksel özelliklerinin de gelişmesini sağlamaktadır. Üretilen karmaların elektriksel özellikleri elektriksel direnç ölçülerek ve iletkenlik değerleri hesaplanarak incelenmiştir. Genel olarak kaplama işleminin karma malzemelerin elektriksel iletkenliğini arttırıcı bir etkisinin olduğu görülmüştür. Bunun nedeni kaplama işlemiyle yapı içinde daha uzun boyutlarda dağılan karbon liflerinin birbirleri ile temas etme olasığının artması ve iletimin KE üzerinden ilerleme sağladığı şeklinde yorumlanmıştır.

Karbon liflerinin yapı içindeki boyut dağılımı incelemek amacıyla karmaların elyaf boyu dağılımları incelenmiştir. Bunun için kül fırınında yakılan karmalardan geriye kalan lifler optik mikroskop ile incelenmiştir. İşleme sırasında kaplanmış lifler daha uzun boylarda ana yapı içinde kalmaktadır. Kaplama işleminin liflerin daha kısa boyutlara kırılmasını önlediği görülmektedir. Bu durum karmaların çekme özelliklerine ve elektriksel iletime iyi yönde etki etmiştir.

Bu çalışmada Ağırlıkça %30 oranında KE içeren PC karmalar, laboratuvar tipi çift vidalı ekstruderde üretilmiş ve enjeksiyonlu kalıplama yöntemi ile kalıplanmıştır. Kaplama işleminin PC karmalarının son özelliklerini etkilediği görülmüştür. Elyaf ile ana yapı arasındaki etkileşim bazı kaplama malzemeleri ile güçlendirilmiş ve elyaf ile anayapı arasındaki yük aktarımı geliştirilmiştir. Çalışma sonucu olarak PC ana yapısı ile en uyumlu KE kaplama malzemeleri PU, EP/P ve P bazlı kaplama malzemeleri olduğu belirlenmiştir. PA bazlı kaplama malzemesinin ise PC ana yapısı ile uyumlu olmadığı görülmüştür.

Son bir kaç yılda KE takviyeli polimerik karma malzemeler iyi özelliklerinden ve düşük yoğunluklarından dolayı otomotiv, havacılık ve inşaat sektörlerinde yaygın olarak kullanılmaya başlanmıştır. Polikarbonat, özellikle enjeksiyonlu kalıplama yöntemiyle üretilmiş kısa KE takviyeli karmalar başta olmak üzere karma malzemelerde ana yapı olarak kullanılmaktadır. Literatürde KE ile polikarbonat ana yapı arasındaki etkileşimin arttırılmasına yönelik birçok çalışma bulunmasına rağmen, kaplama işleminin yapışmaya etkisi daha az incelenmiş bir konudur. İleriye dönük, bu çalışmanın devamı olarak süreç koşullarının elyaf boyu dağılımına direk etki edebileceği yüksek ihtimal olduğundan ve bu durumun karmanın bütün özelliklerinde farklılık yaratacağından incelenebilir bir konu olduğu, ayrıca ana yapı ile ön kaplanmış elyaf arasında çeşitli uyumlaştırıcıların da rol alıp değerlendirilebileceği düşünülmektedir.

KAYNAKLAR

[1] Carneiro O. S., Maia J. M., Rheological behavior of (short) carbon fiber/thermoplastic composites. Part I: the influence of fiber type, processing conditions and level of incorporation, *Polym. Compos,* 2000, **21**(6), 960-969.

[2] Erden S., Sarıkanat M., Yıldız H., Karbon fiber takviyeli termoplastik kompozitlerde ara yüzey dayanımının arttırılmasında kullanılan yöntemler, *Tekstil Teknolojileri Elektronik Dergisi*, 2009, **3**, 39-56.

[3] Legnard D. G., Bendler J. T., *Handbook of polycarbonate science and technology*, 1st ed., Marcel Dekker, New York, 1999.

[4] Raghavendran V. K., Drzal L. T., Fiber-matrix interfacial adhesion improvement in carbon fiber-bisphenol-a polycarbonate composites by polymer grafting, *J. Adhesion*, 2002, **78**, 895-922.

[5] Danyadi L., Gulyas J., Pukanszky B., Coupling of carbon fibers to polycarbonate: surface chemistry and adhesion, *Compos. Interface*, 2003, **10**(1), 61-76.

[6] Dai Z., Zhang B., Shi F., Li M., Zhang Z., Gu Y., Chemical interaction between carbon fibers and surface sizing, *J. Appl. Polym. Sci*., 2012, **124**, 2127-2132.

[7] Liu J., Tian Y., Chen Y., Liang J., Zhang L., Fong H., A surface treatment technique of electrochemical oxidation to simultaneously improve the interfacial bonding strength and the tensile strength of PAN-based carbon fibers, *Mater. Chem. Phys.*, 2012, **122**, 548-555.

[8] Ramanathan T., Bismarck A., Schulz E., Subramanian K., The use of single-fibre pull-out test to investigate the influence of acidic and basic surface groups on carbon fibres on the adhesion to poly(phenylene sulfide) and matrix-morphology-dependent fracture behaviour, *Compos. Sci. Technol.*, 2001, **61**, 1703–1710

[9] Wang R. M., Zheng, S. R., Zheng Y. P., *Polymer matrix composites and technology*, 1st ed., Woodhead Publishing, Science Press, Beijing, 2011.

[10] Mitchell B. S., *An introduction to materials engineering and science for chemical and materials engineers*, 1st ed.,Wiley Interscience, Canada, 2004.

[11] Arai Helmets [online] http://www.araiehelmet-europe.com/site/collection, (Ziyaret Tarihi: 5 Nisan 2013).

[12] Scheirs J., Timothy E. L., *Modern polyesters: chemistry and technology of polyesters and copolyesters,* 1st ed., Wiley Series in Polymer Science, England, 2003.

[13] Brunelle D. J., Korn M. R., *Advances in polycarbonates*, 1st ed., American Chemical Society Symposium Series, Washington, 2005.

[14] Othmer K., *Kirk-Othmer encyclopedia of chemical technology,* 5th ed., John Wiley & Sons, 2004.

[15] Harper C. A., *Modern plastics handbook*, 1st ed., McGraw Hill Comp., New York, 1999.

[16] Legrand D. G., Bendler J. T., *Handbook of polycarbonate science and technology*, 2nd ed., Marcel Dekker Inc., New York, 2000.

[17] Chung D. D. L., *Carbon fiber composites*, 1st ed., Butterworth-Heinemann, Washington, 1994.

[18] Bucjey J. D., Edie D. D., *Carbon-carbon materials and composites*, 1st ed., Noyes Publications, New Jersey, 1993.

[19] Morgan P., *Carbon fibers and their composites*, 1st ed., Taylor & Francis, Boca Raton, Florida, 2005.

[20] Mark H. F., *Encyclopedia of polymer science and technology*, 1st ed., John Wiley & Sons, Inc., New York, 2004.

[21] Baird D. G., *Encyclopedia of physical science and technology*, 1st ed., Elsevier Science Ltd., Academic Press, Amsterdam, 2001.

[22] Vegt A. K., *From polymers to plastic*s, 1st ed., Delft University Press, Holland, 2002.

[23] Rauwendaal C., *Polymer extrusion,* 4th ed., Hanser Gardner Publications Inc., Ohio, 2001.

[24] Ebewele R. O., *Polymer science and technology*, 1st ed., CRC Press LLC., New York, 11-13, 2000.

[25] Xanthos M., Todd D. B., *Encyclopedia of Polymer Science and Technology*, 1st ed., John Wiley and Sons Inc., New Jersey, 2005.

[26] Turan D., Organokil esaslı nanokompozit endüstriyel liflerin üretilmesi ve karakterizasyonu, Yüksek lisans tezi, Kocaeli Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kocaeli, 2012, 301649.

[27] Yıldız S., Poli(laktik asit)'in silikon kauçuk ile toklaştırılması, Yüksek Lisans Tezi, Kocaeli Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kocaeli, 2012, 323188.

[28] Şirin H., Poli(Hedral oligomerik silseskuokzan) (POSS) esaslı nanokompozit endüstriyel liflerin üretimi ve karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Kocaeli Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kocaeli, 2012, 301648.

[29] Brostow W., *Encyclopedia of polymer science and technology*, 4th ed., John Wiley and Sons Inc., New Jersey, 2005.

[30] Bower D. I., *An introduction to polymer physics*, 1st ed., Cambridge University Press, Cambridge, 2002.

[31] Cheremisinoff N. P., *Polymer characterization laboratory techniques and analysis*, 1st ed., Noyes Publications, New Jersey, 1996.

[32] Brundle C. R., Evans C. A., Wilson S., *Encyclopedia of materials characterization*, 1st ed., Reed Publishing, New York, 1992.

[33] Warner babcock [online], Lab Instrumentation, http://www.warnerbabcock.com/partner_with_wbi (Ziyaret tarihi: 7 Nisan 2013)

[34] Wunderlich B., *Thermal analysis of polymeric materials*, 1st ed., Springer, Berlin, 2005.

[35] Nairn J. A., *Polymer characterization*: *Material Science and Engineering 5473*, 1st ed., University of Utah, Utah, 2003.

[36] Jha A., Bhowmick A. K., Thermal degradation and ageing behaviour of novel thermoplastic elastomeric nylon-6/acrylate rubber reactive blends, *Polym. Degrad. Stabil.*, 1998, **62**, 575-586.

[37] Kushwaha S., Kar K. K., Krishnan P. S. G., Sharma K., Preparation and characterization of nickel coated carbon fiber reinforced polycarbonate composites, *J. Reinf. Plast. Comp.*, 2011, **30**(14), 1185-1196.

[38] Zihlif A. M., Di Liello V., Martuscelli E., Ragosta G., tensile properties and fracture behaviour of polycarbonate/pan-based carbon fiber composite, *Int. J. Polym. Mater*., 1995, **29**, 3-4.

[39] Montes-Moran M. A., Alonso A. M., Tascon J. M. D., Paiva M. D., Bernardo C. A., Effects of plasma oxidation on the surface and interfacial properties of carbon fibers/polycarbonate composites, *Carbon*, 2001, **39**, 1057-1068.

[40] Lee J., Drzal L. T., Surface characterization and adhesion of carbon fibers to epoxy and polycarbonate, *Int. J. Adhes. Adhes*., 2005, **25**, 389-394.

[41] Zhang R. L., Huang Z. D., Liu L., Tang Y. R., Su D., Xu L. W., Effect of the molecular weight of sizing agent on the surface of carbon fibers and interface of its composites, *Appl. Surf. Sci*., 2011, **257**, 1840-1844.

[42] Kim Y. H., Yoon S. H., Jang S. H., Lee Y. K., Sung Y. T., Lee H. S., Kim W. N., Effect of fiber characteristics on the rheological and mechanical properties

of polycarbonate/carbon fiber composites, *Compos. Interface*, 2009, **16**, 477-491.

[43] Zhang R. L., Huang Y. D., Li N., Liu L., Su D., Effect of the concentration of the sizing agent on the carbon fibers surface and interface properties of its composites, *J. Appl. Polym. Sci*., 2012, **125**, 425-432.

[44] Luo Y., Zhao Y., Duan Y., Du S., Surface and wettability property analysis of CCF300 carbon fibers with different sizing or without sizing, *Mater. Design*, 2011, **32**, 941-946.

[45] Li T. Q., Zhang M. Q., Zeng H. M., Strong interaction at interface of carbon fiber reinforced aromatic semicrystalline thermoplastics, *Polymer*, 1999, **40**, 4307-4313.

[46] Vautard F., Ozcan S., Heyer M., Properties of thermo-chemically surface treated carbon fibers and of their epoxy and vinyl ester composites, *Compos. Part A-Appl. S*., 2012, **43**, 1120-1133.

[47] Dai Z., Shi F., Zhang B., Li M., Zhang Z., Effect of sizing on carbon fiber surface properties and fibers/epoxy interfacial adhesion, *Appl. Surf. Sci*., 2011, **257**, 6980-6985.

[48] Jin L., Qun F., Zhen-hua C., Kai-bing H., Ying-liang C., Effect of electropolymer sizing of carbon fiber on mechanical properties of phenolic resin composites, *T. Nonferr. Metal Soc*., 2006, **16**, 457-461.

[49] Drzal L. T., Raghavendran V. K., Adhesion of thermoplastic matrices to carbon fibers: effect of polymer molecular weight and fiber surface chemistry, *J. Thermoplast. Compos*., 2003, **16**, 21-32.

[50] Bismarck A., Kumru M. E., Song B., Springer J., Moos E., Karger-Kocsis J., Study on surface and mechanical fiber characteristics and their effect on the adhesion properties to a polycarbonate matrix tuned by anodic carbon fiber oxidation, *Compos. Part A-Appl. S.*, 1999, **30,** 1351–1366

[51] Brandy R. L., Porter R. S., Interfacial adsoprtion and crystallization of PC in carbon fiber composites, *J. Mater. Sci*., 1989, **8**, 0-29.

[52] Material Data Center Datasheets [online] http://www.materialdatacenter.com /ms/en/Wonderlite (Ziyaret Tarihi: 6 Nisan 2013)

[53] Choi M. H., Jeon B. H., Chung I. J., The effect of coupling agent on electrical and mechanical properties of carbon fiber/phenolic resin composites, *Polymer*, 2000, **41**, 3243-3252,

[54] Wazir A. H., Kakakhel L., Preparation and characterization of pitch based carbon fibers, *New Carbon Mater*., 2009, **24**(1), 83-88.

[55] Kraus R. G., Emmons E. D., Thompson J. S., Covington A. M., Infrared absorption spectroscopy of polycarbonte at high pressure, *J. Polym. Sci. Pol. Phys*., 2008, **46**, 732-742.

[56] Boubakri A., Elleuch K., Guermazi N., Ayedi H. F., Investigations on hygrothermal aging of thermoplastic polyurethane material, *Mater. Design*, 2009, **30**, 3958–3965.

[57] Vega-Baudrit J., Sibaja-Ballestero M., Vazquez P., Torregrosa-Macia R., Martin-Martinez J. M., Properties of thermoplastic polyurethane adhesives containing nanosilicas with different specific surface area and silanol content, *Int. J. Adhes. Adhes*., 2007, **27**, 469-479.

[58] Liu Z., Tian Y., Kang S., Zhang X., Synthesis and characterization of novel epoxy-modified waterborne polyurethanes and their use in carbon fiber sizing, *J. Appl. Polym. Sci*., 2012, **125**, 3490-3499.

[59] Yang X. F., Vang C., Tallman D. E., Bierwagen G. P., Croll S. G., Rohlik S., Weathering degradation of a polyurethane coating, *Polym. Degrad. Stabil*., 2001, **74**, 341-351.

[60] Wang T. L., Yu C. C., Yang C. H., Shieh Y. T., Tsai Y. Z., Wang N. Z., Preparation, characterization, and properties of polyurethane-grafted multiwalled carbon nanotubes and derived polyurethane nanocomposites, *J. Nanomater*., DOI:10.1155/2011/814903.

[61] Cui L., Yeh J. T., Wang K., Fu Q., Miscibility and isothermal crystallization behavior of polyamide 6/poly(vinyl alcohol) blend, *J. Polym. Sci. Pol. Phys*., 2008, **46**(13), 1360-1368.

[62] Hassan M. M., Mechanical, thermal and morphological behavior of the polyamide 6/acrylonitrile–butadiene–styrene blends irradiated with gamma rays, *J. Polym. Eng*., 2008, **46**(2), 373-380.

[63] Wang G., Zhang C., Guo X., Ren Z., FTIR and molecular mechanics studies of H-bonds in aliphatic polyurethane and polyamide-66 model molecules, *Spectrochim. Acta A*, 2009, **69**, 407–412.

[64] Lakshmi M. S., Srividhya M., Reddy B. S. R., A study on the effect of new cyanate and phenoxy polymer on tgddm/dds/gmp formulations, *J. Appl. Polym. Sci*., 2003, **88**, 2963–2973.

[65] He S., Zhang S., Lu C., Wu G., Yang Y., An F., Guo J., Li H., Polyimide nano-coating on carbon fibers by electrophoretic deposition, *Colloid. Surface. A*., 2011, **381**, 118–122.

[66] Pramoda K. P., Chung T. S., Liu S. L., Oikawa H., Yamaguchi A., Characterization and thermal degradation of polyimide and polyamide liquid crystalline polymers, *Polym. Degad. Stabil*., 2000, **67**, 365-374.

[67] Garg M., Quamara J. K., FTIR analysis of high energy heavy ion irradiated kapton h polyimide, *Indian J. Pure Ap. Phy*., 2007, **45**, 563-568.

[68] Gao S. L., Kim J. K., Coolinf rate influences in carbon fibre/PEEK composites. Part III: impact damage performance, *Compos. Part. A-Appl. S*., 2001, **32**, 775-785.

[69] Theberge J., Arkles B., Robinson R., Carbon fiber reinforced thermoplastics, *Ind. Eng. Chem.Prod. Res. Dev*., 1976, **15**(2), 100-114.

[70] Pittman C. U., He G. R., Wu B., Gardner S. D., Chemical modification of carbon fiber surface by nitric acid oxidation followed by reaction with tetraethylenepentamine, *Carbon*, 1997, **35**, 317-331.

[71] Miyagawa H., Drzal L. T., Effect of oxygen plasma treatment on mechanical properties of vapor grown carbon fiber nanocomposites, *Compos. Part. A-Appl. S.*, 2005, **36**, 1440-1448.

[72] Chen Z., Liu X., Lü R., Li T., Friction and wear mechanisms of pa66/pps blend reinforced with carbon fiber, *J. Appl. Polym. Sci.*, 2007, **105**, 602-608.

[73] Phua Y. J., Mohd Ishak Z. A., Injection molded short glass and carbon fibers reinforced polycarbonate hybrid composites: effects of fiber loading, *J. Reinf. Plast. Comp*., 2010, **29**, 2592-2603.

[74] Claverie A. L., Valdez J. O, Hernandez E. G., Zizumbo A., Castillo A. A., Castano V. M., Reprocessing effects on the properties of a hybrid nylon 6, 6-composite reinforced with short glass and carbon fibers, *J. Reinf. Plast. Comp.*, 2002, **21**, 847-856.

[75] Anuar H., Ahmad S. H., Rasid R., Ahmad A., Wan Busu W. N., Mechanical properties and dynamic mechanical analysis of thermoplastic- natural- rubber-reinforced short carbon fiber and kenaf fiber hybrid composites, *J. Appl. Polym. Sci.*, 2008, **107**, 4043-4052.

[76] Caldeira G., Maia J. M., Carneiro O. S., Covas J. A., Bernardo C. A., Production and characterization of innovative carbon fiber-polycarbonate composites, *Polym. Composite*, 1998, **19**, 147-151.

[77] Carneiro O. S., Covas J. A., Bernardo C. A., Caldeira G., van Hattum F. W. J., Ting J. M., Alig R. L., Lake M. L., Production and assessment of polycarbonate composites reinforced with vapour-grown carbon fibres, *Compos. Sci. Technol*., 1998, **58**, 401-407.

[78] Felix J. M., Gatenholm P., The nature of adhesion in composites of modified cellulose fibers and polypropylene, *J. Appl. Polym. Sci*., 1998, **42**, 609-621.

[79] Xu B., Wangi X. X., Lu Y., Surface modification of polyacryrlonitrile-based carbon fiber and its interaction with imide, *Appl. Surf. Sci*., 2006, **253**, 2695-2701.

[80] Selzer R., Friedrich K., Mechanical properties and failure behaviour of carbon fiber-reinforced polymer composites under the influence of moisture, *Compos. Part. A-Appl. S.*, 1997, **28**, 595-604.

[81] Choi Y. K., Sugimoto K. I., Song S., Endo M., Production and characterization of polycarbonate composite sheets reinforced with vapor grown carbon fiber, *Compos. Part. A-Appl. S.*, 2006, **37**, 1944-1951.

[82] Blassiau S., Thionnet A., Bunsell A. R., Micromechanisms of load transfer in a unidirectional carbon fibre-reinforced epoxy composite due to fibre failures. Part 2: influence of viscoelastic and plastic matrices on the mechanisms of load transfer, *Compos. Struct*., 2006, **74**, 319-331.

[83] Fu S. Y., Lauke B., Mader E., Yue C. Y., Hu X, Mai Y. W., Hybrid effects on tensile properties of hybrid short glass fiber and short carbon fiber reinforced polypropylene composites, *J. Mater. Sci*., 2001, **36**, 1243-1251.

[84] Threepopnatkul P., Kaerkitcha N., Athipongaporn N., Effect of surface treatment on performance of pineapple leaf fiber-polycarbonate composites, *Compos. Part B-Eng*., 2009, **40**, 626-632.

[85] Fu S. Y., Lauke B., Effects of fiber length and fiber orientation distributions on the tensile strength of short-fiber-reinforced polymers, *Compos. Sci. Technol*., 1996, **56**, 1179-1190

[86] Vishkaei M. S., Salleh M. A. M., Yunus R., Biak D. R. A., Danafar F., Mirjalili F., Effect of short carbon fiber surface treatment on composite properties, *J. Compos. Mater*., 2010, **45**(18), 1-7.

[87] Feller J. F., Chauvelon P., Linossier I., Glouannec P., Characterization of electrical and thermal properties of extruded tapes of thermoplastic conductive polymer composites, *Polym. Test*., 2003, **22**, 831-837.

[88] Taipalus R., Harmia T., Zhang M. Q., Friedrich K., The electrical conductivity of carbon fiber reinforced polypropylene/polyaniline complex blends: experimental charactrerisation and modelling, *Compos. Sci. Technol*., 2001, **64**, 801-814.

[89] Bal S., Experimental study of mechanical and electrical properties of carbon nanofiber/epoxy composites, *Mater. Design*, 2010, **31**, 2406-2413.

[90] Mironov V. S., Park M., Choe C., Kim J., Lim S., Ko H., Influence of carbon fiber surface treatments on the structure and properties of conductive carbon fiber/polyethylene films, *J. Appl. Polym. Sci*., 2002, **84**, 2040-2048.

KİŞİSEL YAYINLAR VE ESERLER

[1] Karslı Yılmaz N. G., **Özkan C.**, Aytaç A., Deniz V., Evaluating the effect of sizing agent types on the properties of carbon fiber/polyamide 6, 6 composites, *The 29th International Conference of The Polymer Processing Society (PPS-29)*, Nurenberg, Almanya, 15-19 Temmuz 2013.

[2] **Özkan C.**, Karslı Yılmaz N. G., Aytaç A., Deniz V., Ön kaplanmış karbon elyaf destekli polikarbonat karmaların özelliklerinin incelenmesi, *1. Uluslararası Plastik & Kauçuk Teknolojileri Sempozyumu ve Ürün Sergisi*, Ankara, Türkiye, 29-31 Mayıs 2013.

[3] **Özkan C.**, Karslı Yılmaz N. G., Aytaç A., Deniz V., Effect of the loading level of sizing materials on carbon fiber reinforced polyamide 66 (PA66) composites, *The 28th International Conference of The Polymer Processing Society (PPS-28)*, Pattaya, Tayland, 11-15 Aralık 2012.

[4] Karslı Yılmaz N. G., **Özkan C.**, Aytaç A., Deniz V., Karbon elyaf ön kaplama türünün poliamit 6,6 karmaların özelliklerine etkileri, *4. Ulusal Polimer Bilimi ve Teknolojisi Kongresi*, Çanakkale, Türkiye, 5-8 Eylül 2012.

ÖZGEÇMİŞ

1987 yılında Gölcük'te doğdu. Lise öğrenimini Gölcük Atatürk Anadolu Lisesi'nde tamamladı. 2006 yılında girdiği Kocaeli Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Kimya Mühendisliği Bölümü'nden 2011 yılında Kimya Mühendisi olarak mezun oldu. 2011 yılında Kocaeli Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Polimer Bilimi ve Teknolojisi Anabilim Dalı'nda başladığı Yüksek Lisans eğitimine halen devam etmektedir.