

**T.C.
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**BİYOUYUMLULUK İÇİN CVD/CVI YÖNTEMİYLE ÜRETİLEN
KARBON/KARBON KOMPOZİTLERİN ARAŞTIRILMASI**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Cemalettin ÇAMYURDU

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

AĞUSTOS 2024

T.C.
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**BİYOYUMLULUK İÇİN CVD/CVI YÖNTEMİYLE ÜRETİLEN
KARBON/KARBON KOMPOZİTLERİN ARAŞTIRILMASI**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Cemalettin ÇAMYURDU

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Ayşe Şükran DEMİRKİRAN

Tez Ortak Danışmanı: Dr. Şahin ATEŞ

AĞUSTOS 2024

Cemalettin ÇAMYURDU tarafından hazırlanan “**BİYOUYUMLULUK İÇİN CVD/CVI YÖNTEMİYLE ÜRETİLEN KARBON/KARBON KOMPOZİTLERİN ARAŞTIRILMASI**” adlı tez çalışması 09.08.2024 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından **oy birliği**/oy çokluğu ile Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı’nda Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Tez Jürisi

Jüri Başkanı : **Prof. Dr. Ahmet ATASOY**
Sakarya Uygulamalı Bilimler Üniversitesi

Jüri Üyesi : **Prof. Dr. Ayşe Şükran DEMİRKİRAN (Danışman)**
Sakarya Üniversitesi

Jüri Üyesi : **Prof. Dr. Şenol YILMAZ**
Sakarya Üniversitesi



ETİK İLKE VE KURALLARA UYGUNLUK BEYANNAMESİ

Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Lisansüstü Eğitim-Öğretim Yönetmeliğine ve Yükseköğretim Kurumları Bilimsel Araştırma ve Yayın Etiği Yönergesine uygun olarak hazırlamış olduğum “BİYOUYUMLULUK İÇİN CVD/CVI YÖNTEMİYLE ÜRETİLEN KARBON/KARBON KOMPOZİTLERİN ARAŞTIRILMASI” başlıklı tezin bana ait, özgün bir çalışma olduğunu; çalışmamın tüm aşamalarında yukarıda belirtilen yönetmelik ve yönergeye uygun davrandığımı, tezin içerdiği yenilik ve sonuçları başka bir yerden almadığımı, tezde kullandığım eserleri usulüne göre kaynak olarak gösterdiğimi, bu tezi başka bir bilim kuruluna akademik amaç ve unvan almak amacıyla vermediğimi ve 20.04.2016 tarihli Resmi Gazete’de yayımlanan Lisansüstü Eğitim ve Öğretim Yönetmeliğinin 9/2 ve 22/2 maddeleri gereğince Sakarya Üniversitesi’nin abonesi olduğu intihal yazılım programı kullanılarak Enstitü tarafından belirlenmiş ölçütlere uygun rapor alındığını, çalışmamla ilgili yaptığım bu beyana aykırı bir durumun ortaya çıkması halinde doğabilecek her türlü hukuki sorumluluğu kabul ettiğimi beyan ederim.

(06/06/2024)

Cemalettin ÇAMYURDU





Eşime ve çocuklarıma



TEŞEKKÜR

Yüksek lisans tez çalışmamın tüm süreçlerinde değerli bilgi ve deneyimlerinden yararlandığım, özveri ve sabırla bana vakit ayırıp ilgi ve alakasını esirgemeyen, her zaman desteğini hissettiğim değerli Danışman Hocam Prof. Dr. Ayşe Şükran DEMİRKİRAN'a,

Tez konusunun belirlenmesi ve çalışmanın tüm aşamalarında bana zaman ayırarak yardım eden, bilimsel bilgi birikimi ve tecrübesiyle her zaman yol gösteren ortak Danışman Hocam Dr. Şahin ATEŞ'e sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Biyouyumluluk deneysel çalışmalarında, vermiş olduğu emek, bilgi ve destekten dolayı Sayın Dr. Öğr. Üyesi Kerim Emre ÖKSÜZ Hocama teşekkür ederim.

Hayatımın her noktasında, her zorlukta yanımda olan, manevi desteğini hiç bir zaman eksik etmeyen değerli eşim Cemile ÇAMYURDU'na ve varlıklarıyla bana güç, huzur ve mutluluk veren canım kızım Birce'ye ve aslan oğlum Demir Ateş'e sonsuz teşekkür ederim.

Cemalettin ÇAMYURDU



İÇİNDEKİLER

Sayfa

ETİK İLKE VE KURALLARA UYGUNLUK BEYANNAMESİ	v
TEŞEKKÜR	ix
İÇİNDEKİLER	xi
KISALTMALAR	xiii
SİMGELER	xv
TABLO LİSTESİ	xvii
ŞEKİL LİSTESİ	xix
ÖZET	xxi
SUMMARY	xxiii
1. GİRİŞ	1
2. KARBON/KARBON KOMPOZİT MALZEMELER	3
2.1. Karbon/Karbon Kompozitlerin Yapısı	4
2.1.1. Takviye malzemesi	6
2.1.1.1. Karbon fiberler	6
2.1.1.2. İki boyutlu (2d) karbon fiber kumaş	12
2.1.1.3. Üç boyutlu (3d) karbon fiber kumaş	13
2.1.2. Pirolitik karbon matris yapısı	16
2.2. Karbon/Karbon Kompozitlerin Özellikleri	17
2.3. Karbon/Karbon Kompozit Malzemelerin Üretim Yöntemleri	19
2.3.1. PIP (Polymer infiltration and pyrolysis) yöntemi	21
2.3.2. CVD/ CVI yöntemi	23
2.4. Karbon/Karbon Kompozitlerin Kullanım Alanları	26
2.5. Karbon/Karbon Kompozitlerin Biyouyumluluğu ve Uygulanan Testler	33
3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	37
3.1. Çalışmanın Amacı	37
3.2. Çalışma Prosedürü	37
3.2.1. Preformların yoğunlaştırılması	38
3.2.2. SiC kaplama	38
3.3. Karakterizasyon Çalışmaları	40
3.3.1. XRD analizleri	40
3.3.2. Taramalı elektron mikroskobu (SEM-EDS) incelemeleri	40
3.3.3. Yoğunluk ölçümleri	40
3.3.4. Gözenek miktarının tespiti	41
3.3.5. Su emme testi	41
3.3.6. Spesifik ısı, termal difüzivite ve termal iletkenlik katsayısının belirlenmesi	42
3.3.7. Termal genleşme katsayısının belirlenmesi	42
3.3.8. Çekme deneyi	43
3.3.9. Üç nokta eğme deneyi	43
3.3.10. Sitotoksosite testi	44
3.3.11. In-vitro biyodegradasyon analizi	44

4. BULGULAR VE TARTIŞMA	47
4.1. CVD/CVI Prosesi Sonuçları.....	47
4.2. Yapısal Karakterizasyon.....	52
4.2.1. XRD analiz sonuçları	52
4.2.2. SEM ve EDS analiz sonuçları	53
4.2.3. Yoğunluk.....	60
4.2.4. Görünür gözenek miktarı	61
4.2.5. Su emme miktarı	62
4.3. Termal Davranışlar.....	62
4.3.1. Spesifik ısı ölçüm sonuçları	62
4.3.2. Termal difüzivite ve termal iletkenlik ölçüm sonuçları	63
4.4. Mekanik Özellikler.....	65
4.4.1. Çekme testi.....	65
4.4.2. Üç Nokta Eğme testi	66
4.5. Biyouyumluluk Özellikleri.....	68
4.5.1. Stotoksisite analizi.....	68
4.5.2. In-vitro degradasyon testleri.....	70
5. GENEL SONUÇLAR VE ÖNERİLER.....	73
5.1. Genel Sonuçlar	73
5.2. Öneriler.....	74
KAYNAKÇA	75
ÖZGEÇMİŞ.....	79

KISALTMALAR

CVD	: Kimyasal buhar biriktirme
CVI	: Kimyasal buhar infiltrasyonu
PIP	: Polimer infiltrasyonu ve pirolizi
EDS	: Enerji dağılımlı X-Işını spektroskopisi
SEM	: Taramalı electron mikroskopu
PAN	: Polyacrylonitrile
SiC	: Silisyum karbür
C/C	: Karbon-Karbon
PyC	: Pirolitik karbon
XRD	: X-Işını difraktometresi



SİMGELER

Å	: 10^{-8} cm
k	: Termal iletkenlik
ρ	: Yoğunluk
α	: Termal difüzivite katsayısı
λ	: Dalga boyu
μm	: Mikron, mikrometre
μ	: Sürtünme katsayısı



TABLO LİSTESİ

Sayfa

Tablo 2.1. Karbon fiberlerin özelliklerine göre uygulama alanları [17]	12
Tablo 2.2. Prekürsör olarak kullanılan bazı reçinelerin karbon verimliliği [28]	22
Tablo 2.3. Matris oluşturma tekniklerinin karşılaştırılması [28]	23
Tablo 4.1. CVI süreçleri ve numunelerdeki ağırlık değişimleri	49
Tablo 4.2. Yoğunluk ölçümünde kullanılan metodlar ve numunelerin yoğunluk değerleri	61
Tablo 4.3. Kaplamasız ve kaplamalı numunelerin çekme deneyi sonuçları	66
Tablo 4.4. Kaplamasız ve kaplamalı numunelerin eğme deneyi sonuçları	67
Tablo 4.5. Farklı literatür çalışmalarında ve bu tez çalışmasında kaplamasız numuneden elde edilen yoğunluk ve mekanik özelliklerin karşılaştırılması	68



ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 2.1. Kompozitlerin sınıflandırılması [10]	4
Şekil 2.2. Karbon yapıları a) mükemmel grafit kristali, b) karbon liflerinde bulunan turbostratik yapı [2].....	5
Şekil 2.3. Bazı polimer, metal, seramik ve karbon matrislerin sıcaklık dayanımları [11]	6
Şekil 2.4. Karbon fiberin yapısı [12]	8
Şekil 2.5. Karbon fiberlerin iki üretim yöntemi [2]	8
Şekil 2.6. İki boyutlu karbon fiberlerin örgü tipleri [2]	13
Şekil 2.7. Üç boyutlu karbon fiberlerin dokuma tipleri [2]	13
Şekil 2.8. Üç boyutlu dokunmuş karbon fiberlerin örgü tipleri a) orthogonal, b) kalınlık boyunca açılı kilitli, c) katmandan katmana açılı kilitli ve d) tamamen geçmeli [13]	14
Şekil 2.9. Üç boyutlu karbon fiberlerin kullanıldığı uzay ve savunma sektörü görselleri [20]	15
Şekil 2.10. Üç boyutlu karbon fiberlerin kullanıldığı havacılık sektörü görselleri [13]	16
Şekil 2.11. a) Elmas, b) Grafit ve c) Pirolitik karbonun yapısı [22].....	17
Şekil 2.12. Çeşitli yüksek sıcaklık malzemelerinin mukavemet/yoğunluk oranları [8]	18
Şekil 2.13. Bazı mühendislik malzemelerin sıcaklığa bağlı mukavemet değerleri [26]	19
Şekil 2.14. Karbon fiber preform üretim teknikleri; a) filament sargı, b) elle yatırma, c) 2D örgü, d) 3D örgü, e) 2D dikiş ve f) 3D dikiş [2]	20
Şekil 2.15. Karbon/karbon kompozit üretim yöntemlerinin akış şeması [11]	21
Şekil 2.16. PIP yöntemi akış şeması	22
Şekil 2.17. CVI metodları [35]	24
Şekil 2.18. CVD çalışma prensibi [31]	24
Şekil 2.19. Airbus uçaklarına ait C/C kompozit fren diskleri (Courtesy of Sepcarb, France) [32].....	26
Şekil 2.20. Otomobiller için C/C kompozit fren diski tertibatı [32].....	27
Şekil 2.21. Uzay mekiği yörünge aracındaki C/C kompozit alanlar [33].....	28
Şekil 2.22. Roket nozulunun şeması ve dizayn konsepti [32]	28
Şekil 2.23. Askeri uçaklar için C/C kompozit gaz dümeni [32]	29
Şekil 2.24. Hipersonik tahrik ünitesinin C/C kompozit genişleme tankı [32]	29
Şekil 2.25. Roket motoru 2D C/C kompozit çıkış konisi tertibatı (HITCO) [8]	30
Şekil 2.26. C/C kompozit Ariana V Booster'ın nozul çıkış boğazı [32]	30
Şekil 2.27. C/C kompozit türbin rotoru [8].....	31
Şekil 2.28. Geleneksel ve C/C kompozit protezlerin karşılaştırılması [32].....	31
Şekil 2.29. C/C kompozit total kalça protezi [32]	32
Şekil 2.30. C/C kompozit yapay hayvan kalp protezi [32]	32
Şekil 2.31. C/C kompozit civata ve somunlar [28, 8].....	33

Şekil 2.32. C/C kompozit dirençli ısıtma elemanları [32]	33
Şekil 2.33. İnsan vücudunda kullanılan çeşitli kompozit biyomalzemeler [3]	36
Şekil 3.1. Kullanılan preformların CVD/CVI işlemi öncesi makro görüntüsü.....	37
Şekil 3.2. CVD/CVI işlemi sonrası karbon kumaşların makro görüntüleri	38
Şekil 3.3. Deneysel çalışmalarda takip edilen işlem sırasını gösteren akım şeması..	39
Şekil 3.4. Çekme deneyi için hazırlanmış numunelere örnek bir makro görüntü.....	43
Şekil 3.5. Üç nokta eğme deneyi için hazırlanmış numunelere örnek bir makro görüntü	43
Şekil 3.6. Biyouyumluluk testleri için hazırlanmış silindirik numunelere örnek bir makro görüntü	45
Şekil 4.1. CVD cihazına yerleştirilmiş P1 ve P2 kodlu karbon kumaşların CVI işlem sonrası cihaz içerisindeki görselleri	47
Şekil 4.2. CVD sonrası P1 kodlu C/C kompozit numunesinin makro görüntüleri	50
Şekil 4.3. CVD sonrası P2 kodlu C/C kompozit numunesinin makro görüntüleri	51
Şekil 4.4. CVI sonrası kaplamalı ve kaplamasız numunelerin XRD paternleri.....	53
Şekil 4.5. Kaplamasız numunenin, a) Z-Y eksenlerindeki elyaf demetleri kesiti, b) Y eksenindeki elyaf demeti kesiti, c) Y eksenindeki karbon fiberler, d) Y eksenindeki karbon fiberlerin büyütülmüş SEM mikrografları	54
Şekil 4.6. Kaplamalı numunenin kesitinden alınan SEM görüntüleri ve EDS analizi	59
Şekil 4.7. SiC kaplı C/C kompozit numunesinin iç kesitinden alınan elementel map ve çizgisel analiz	60
Şekil 4.8. Kaplamalı ve kaplamasız numunelere ait Arşimed yoğunluk grafiği.....	61
Şekil 4.9. Kaplamasız ve kaplamalı numunelere ait porozite ve su emme miktarı grafiği	62
Şekil 4.10. Kaplamasız numunelere ait spesifik ısı grafiği.....	63
Şekil 4.11. Kaplamasız numuneye ait sıcaklığa bağlı termal difüzyon ve termal iletkenlik grafiği	64
Şekil 4.12. Kaplamasız numuneye ait termal genleşme grafiği	65
Şekil 4.13. Kaplamasız ve kaplamalı numunelere ait örnek bir çekme deneyi grafiği	66
Şekil 4.14. Kaplamasız ve kaplamalı numunelere ait örnek bir üç nokta eğme deneyi grafiği	67
Şekil 4.15. 24 saatlik inkübasyon sonrası hücre canlılığı için MTT tahlil sonuçları (Değerler dört bağımsız deneyin (n=4) ortalamasını ve $\pm$ SS'sını temsil eder).....	69
Şekil 4.16. 48 saatlik inkübasyon sonrası hücre canlılığı için MTT tahlil sonuçları (Değerler dört bağımsız deneyin (n=4) ortalamasını ve $\pm$ SS'sını temsil eder).....	69
Şekil 4.17. Hücre kültürü ortamında (DMEM) 24 saatlik inkübasyonun ardından malzemelerden elde edilen çözeltiye maruz bırakılan L929 hücrelerinin inverted mikroskop görüntüleri, a) kontrol numunesi, b) kaplamasız numune, c) kaplamalı numune	70
Şekil 4.18. Kaplamalı ve kaplamasız numunelerin 21 günlük degradasyon oranı grafiği	71

BİYOYUMLULUK İÇİN CVD/CVI YÖNTEMİYLE ÜRETİLEN KARBON/KARBON KOMPOZİTLERİN ARAŞTIRILMASI

ÖZET

Bu çalışmada, üç boyutlu örgü yapısındaki karbon fiber preformlar etrafında Kimyasal Buhar Biriktirme-İnfiltrasyonu (CVD-CVI) yöntemi ile pirolitik karbon matrisi oluşturarak karbon/karbon kompozit yapılar elde edilmiştir. Ardından üretilmiş olan C/C kompozitler iki gruba ayrılmış, bir gruba CVD yöntemi ile SiC (silisyum karbür) kaplama yapılmıştır. Kaplamalı ve kaplamasız numuneler ayrı ayrı incelenmiştir. Bu malzemelerin canlı vücudunda implant olarak kullanılabilmesi için yapısal, termal, mekanik ve stotoksisite gibi testlere tabii tutularak biyoyumlulukları araştırılmıştır.

Başlangıç malzemesi olarak kullanılan preformlar orthogonal elyaf geometrisinde, üç boyutlu karbon fiber örgü yapısında seçilerek yerli bir kuruluşa iki adet sipariş verilmiş ve tedarik edilmiştir. İlk ağırlıkları alınan preformlar; CVD cihazında 1250 °C’de 2 mbar basınç altında ve 2.0 lt/dk’lık metan gaz akış debisi ile argon ve azot gazlarının birlikte kullanıldığı inert atmosferde ,72 ve 48 saatlik sürelerde değişen toplam altı CVI sürecine maruz bırakılmıştır. CVI süreçlerinin toplam uzunluğu 312 saat olarak gerçekleşmiştir. Her sürecin sonunda CVD cihazı açılarak numuneler içerden çıkarılıp pirolitik karbon matris birikimi ile gerçekleşen ağırlık artışları tabloya not edilmiştir.

CVI öncesi karbon elyaf liflerin üzerinde bulunan polimerik sizing kaplamanın uzaklaştırılması için aynı proses metan kullanmaksızın bir saatlik süreyle yapılmıştır. Ayrıca belirli CVI süreçleri sonrası numuneler üzerindeki saçakların alınması ve numune yüzeylerinden çapak kaldırılması ile sonraki CVI süreç verimliliği artırılmıştır. Bu nedenle ağırlıktaki değişim oranı yeni başlangıç ağırlıkları hesaplanarak revize edilmiştir. Üretilen karbon-karbon kompozit malzemeler P1, P2 numunesi olarak kodlanmıştır. Seramik SiC yüzey ile pirolitik karbon yüzeyinin toksisite açısından farkını gözlemlemek için P2 numunesine CVD yöntemi ile SiC kaplama yapılmıştır. Sonrasında P1 kodlu numuneden mekanik, termal ve biyoyumluluk testleri için numuneler çıkarılması amacıyla talaşlı imalata verilmiştir.

Karakterizasyon test ve analizleri sonrasında; mekanik özellik olarak kaplamalı ve kaplamasız numunelerin mukavemet değerleri arasında kayda değer bir fark görülmemiştir. Kaplamasız numunede yapılan termal özellik testleri sonucunda, fiber takviyeli C/C kompozit malzemeden beklenen değerler gözlemlenmiştir. Biyoyumluluk testleri neticesinde ise SiC kaplamalı ve kaplamasız malzemelerin ikiside toksik bulunmamıştır. Aralarındaki biyoyumluluk karşılaştırmasında ise kaplamasız malzeme bir miktar daha iyi bir biyoyumluluk sergilemiştir.



INVESTIGATION OF CARBON/CARBON COMPOSITES PRODUCED BY CVD/CVI METHOD FOR BIOCOMPATIBILITY

SUMMARY

A composite material is a new group of materials formed by combining two or more physically and chemically different materials in a way that they do not mix with each other. The purpose of bringing these materials together is to create a new material with the desired properties by combining the suitable properties of different materials whose individual characteristics are not sufficient on their own.

Carbon/carbon (C/C) composites are defined as composites in which both the reinforcing material (fiber) and the matrix are pure carbon. The filling of the gaps between the carbon fibers is achieved through carbonization of the precursor matrix using gas or liquefaction methods, as well as infiltration or impregnation of carbon raw materials.

Carbon fiber is a material in the form of fibers with a high carbon content. The greatest advantage of carbon fiber over other materials is its low density and high mechanical properties. Thanks to these characteristics, carbon fiber can be used in a wide range of fields, from industrial applications to medicine, aerospace, defense, and the sports industry.

C/C composites are materials used as refractories in many challenging engineering applications, especially due to their superior thermo-mechanical properties. They are used in aerospace and defense applications, such as in rocket nozzles and missile tips. In biomedical applications, C/C composites are used as biomaterials in heart valves, bones, knee, and hip implants due to their lightness, elastic modulus similar to human bone, and design flexibility.

The final production method for materials such as Carbon/Carbon or C/SiC composites depends on the geometry, size, and quantity of the material, and is determined based on mechanical and thermal requirements. In the production of carbon/carbon composites, techniques based on the impregnation of the fiber preform with an organic liquid that can be carbonized or the densification of a carbon preform with pyrolytic carbon (chemical vapor deposition/infiltration (CVD/CVI)) can be used.

The aim of this study is to create a pyrolytic carbon matrix around carbon fiber preforms with a three-dimensional (3D) orthogonal weave structure using the CVI process, and then to coat the resulting C/C composites with SiC through chemical vapor deposition (CVD). The study will examine the structural, thermal, mechanical, and biocompatibility properties of both types of composite materials obtained.

In this study as well, carbon/carbon composite structures were obtained by creating a pyrolytic carbon matrix around three-dimensional woven carbon fiber preforms using the Chemical Vapor Deposition-Infiltration (CVD-CVI) method. Subsequently, the produced C/C composites were divided into two groups, with one group being coated with SiC (silicon carbide) using the CVD method. Both coated and uncoated samples

were examined separately. To determine the suitability of these materials for use as implants in living bodies, their biocompatibility was investigated through structural, thermal, mechanical, and cytotoxicity tests.

The preforms used as the starting material were selected with orthogonal fiber geometry in a three-dimensional carbon fiber woven structure and ordered from a local organization in two batches. The initial weights of the preforms were measured; they were subjected to six different CVI processes, varying between 72 and 48 hours each, in a CVD device at 1250 °C, under 2 mbar pressure, with a methane gas flow rate of 2.0 liters/minute, in an inert atmosphere where argon and nitrogen gases were used together. The total duration of the CVI processes was 312 hours. At the end of each process, the CVD device was opened, the samples were removed, and the weight increases resulting from the accumulation of the pyrolytic carbon matrix were recorded in a table.

To remove the polymeric sizing coating on the carbon fiber filaments before CVI, the same process was conducted without methane for one hour. Additionally, after certain CVI processes, the fringes on the samples were removed, and burrs were cleared from the sample surfaces to increase the efficiency of subsequent CVI processes. Therefore, the rate of weight change was revised by recalculating the new initial weights. The produced carbon-carbon composite materials were coded as samples P1 and P2. To observe the difference in toxicity between the ceramic SiC surface and the pyrolytic carbon surface, the P2 sample was coated with SiC using the CVD method. Subsequently, the P1-coded sample was sent for machining to obtain specimens for mechanical, thermal, and biocompatibility tests.

After the characterization tests and analyses, no significant difference in strength values was observed between the coated and uncoated samples in terms of mechanical properties. Thermal property tests on the uncoated sample showed the expected values for fiber-reinforced C/C composite material. The biocompatibility tests concluded that both the SiC-coated and uncoated materials were non-toxic. In the biocompatibility comparison between them, the uncoated material exhibited slightly better biocompatibility.

Additionally, as a result of precise scale measurements and density analyses of the preforms densified by the CVI method, weight increases of 77% and 42% were achieved in the samples coded P1 and P2, respectively. The final density values reached the targeted level.

The XRD analysis results of the coated and uncoated samples indicated that the SiC coating was successfully applied. The presence of silicon and carbon peaks in the XRD analysis patterns on the top and side parts of the material confirmed this.

The SEM/EDS analyses also examined the presence and morphology of the SiC coating. The formation of the coating on the surface of the coated sample was confirmed, and the average coating thickness was determined through cross-sectional images. However, it was observed that the SiC coating was not homogeneous. The carbon matrix, fibers, and porosities formed in the structure of the produced material are consistent with the structure expected from carbon/carbon composites.

In terms of mechanical and thermal properties, it is considered that this developed material could be suitable for applications between 25-1000 °C when compared with similar studies in the literature. The mechanical test data obtained in terms of the mechanical properties expected from a biomaterial indicate that it is suitable for use as a bone or hard tissue implant.

In cytotoxicity tests applied to the uncoated and coated samples for 24 and 48 hours, both samples were observed to be non-toxic, with the uncoated sample being less toxic compared to the SiC-coated sample.

The biodegradation test results also showed that the uncoated sample underwent less degradation compared to the coated sample. It is considered that both materials can be used in the implant area for a long time, maintaining their integrity and stability without deformation.

All findings from the biocompatibility analyses will be reevaluated in the next phase by creating the necessary animal models and examining them under in-vivo conditions. Biochemical and histopathological biocompatibility characterizations will be conducted to support the results.



1. GİRİŞ

Karbon fiber, yüksek karbon oranına sahip lif şeklinde bir malzemedir. Karbon fiberin diğer malzemelere göre en büyük üstünlüğü, düşük yoğunluğa ve yüksek mekanik özelliklere sahip olmasıdır. Karbon fiberin bu özellikleri sayesinde, endüstriyel uygulamalardan, tıp, uzay, havacılık, savunma sanayi ve spor endüstrisine kadar geniş bir alanda kullanılabilir [1].

Karbon fiberlerin dokuma makinalarında bir, iki ve üç boyutlu şekilde dokunmasıyla preformlar elde edilmektedir. Preformun kullanılacağı yere göre preform seçimi yapılmaktadır. Bu preformun seçiminde ise fiziksel, kimyasal, mekanik ve biyouyumluluk özelliklerine dikkat edilerek kumaş ve örgü tasarımları oluşturulmaktadır [2].

Son yıllarda karbon fiber takviyeli kompozit, diğer bir adıyla karbon/karbon kompozit biyomalzemelerin tıbbi uygulamalar üzerine araştırmalar giderek artmış ve bu sayede ticari ürün geliştirilmesi yapılmıştır. Yüksek mukavemet-ağırlık oranı, hafifliği ve radyolüsentliği sayesinde karbon fiber takviyeli kompozit malzemeler, geleneksel metal bazlı tıbbi implantların yerine alternatif olarak ortaya çıkmıştır. Kemikler, tendonlar, deri bağları, dişler gibi insan dokularının çoğu, miktarı, dağılımı, morfolojisi ve özellikleri, o organın veya dokunun nihai davranışını belirleyen tek bileşenden oluşan bir nevi kompozitlerdir. İnsan yapımı kompozitler, bir dereceye kadar bu biyolojik dokuları taklit edebilen, mekanik davranışlarına uyum sağlayabilen ve hasarlı dokunun mekanik fonksiyonlarını eski haline getirebilen protezler yapmak için kullanılabilir [3, 4].

Kompozit biyomalzemelerin tıp alanında başlıca kullanım yerleri; kardiyovasküler uygulamalar (kalp kapakçığı), diş hekimliğindeki uygulamaları (ağız, diş ve çene cerrahisi) ve doku mühendisliğidir.

Çok sayıda polimer matrisi, çeşitli üretim yöntemleri kullanılarak karbon fiberle birleştirilebilir ve farklı özelliklere sahip kompozitler oluşturulabilir. Bu nedenle, biyomedikal uygulamadan önce malzeme özelliklerinin, biyouyumluluğun ve güvenliğin kapsamlı bir şekilde değerlendirilmesi büyük önem taşımaktadır [1].

Protez cerrahisinde, cerrahlar ve bilim adamları, onlarca yıldır deęiřen derecelerde başarı ile birçok potansiyel tedavi yolunu arařtırmaktadırlar. Bunlar pirolitik karbon (PyC) implantlarının kullanımını içermektedir. Pirolitik karbonun protezlerde kullanıldığında dięer materyallere göre birçok teorik avantajı laboratuvar ortamında kanıtlanmıřtır [5].

Bu alıřmada, bařlangıta üç boyutlu örgü yapısında olan iki adet karbon fiber preformlara, Kimyasal Buhar İnfiltrasyonu (CVI) yöntemiyle pirolitik karbon matrisi oluşturulmuş ve karbon/karbon (C/C) kompozit yapılar elde edilmiştir. Kompozit yapılardan birine silisyum karbür (SiC) kaplama yapılmış ve dięeri kaplamasız olarak bırakılmıştır. Hem SiC kaplamalı ve kaplamasız kompozitlerin arasındaki mekanik ve biyouyumluluk karşılaştırılması yapılmış hem de kaplamasız olan üç boyutlu örgü kompozitin mekanik, termal ve biyouyum özellikleri incelenmiştir.

2. KARBON/KARBON KOMPOZİT MALZEMELER

Kompozit malzeme; fiziksel ve kimyasal olarak birbirinden farklı iki veya daha fazla malzemenin birbiriyle karışmayacak şekilde bir araya getirilmesiyle oluşan yeni bir malzeme grubudur. Bu malzemeleri bir araya getirmedeki amaç, tek başlarına özellikleri yeterli olmayan farklı malzemelerin uygun olan özelliklerini tek malzemede toplayarak istenen özellikte yeni bir malzeme ortaya çıkarmaktır.

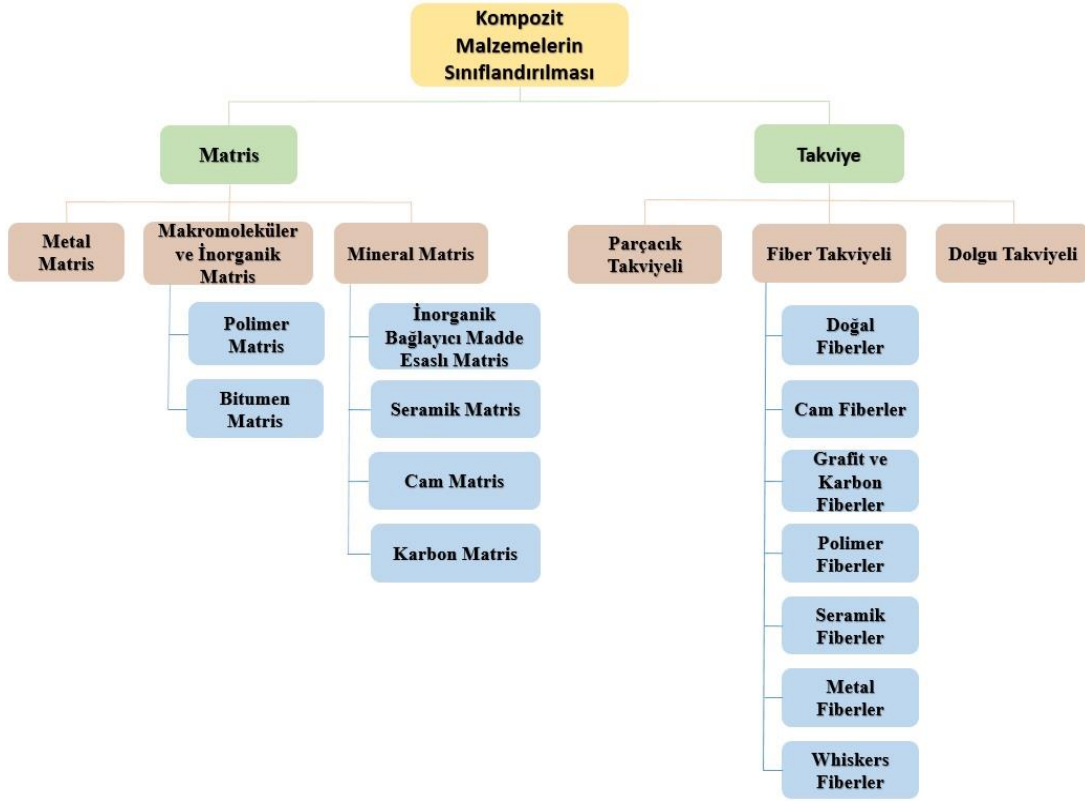
Kompozitler yüksek rijitlik/yoğunluk oranı, aşınma direnci, korozyon dayanımı, hafiflik, biyouyumluluk, işlenebilirlikleri, yüksek sıcaklık dayanımı, yüksek kimyasal direnç, iyi termal ve ısı iletkenliği, çok iyi elektrik ve termik yalıtım gibi önemli özelliklere sahip olan malzemelerdir.

Bu nedenle pek çok alanda kullanılmakta olan kompozit malzemeler, aslında geçmişin ve geleceğin malzeme teknolojisi olarak yerini almıştır. Kompozit malzemeler genellikle iki farklı duruma göre sınıflandırılırlar. Bunlardan birincisi matris malzemesi ve diğeri takviye malzemesidir [6]. Şekil 2.1’de kompozit malzemelerin yapısına göre temel sınıflandırılması verilmiştir.

Yüksek sıcaklığa uygun malzeme bulma eksikliği, 1960’ların sonlarında C/C malzemenin gelişmesine yol açmıştır. Karbon/karbon (C/C) kompozitler tanım olarak, hem takviye malzemesi olan fiberin, hemde matrisinin saf karbon olduğu kompozitlerdir. Karbon fiberler arası boşlukların dolması amacıyla ve öncül matrisi gaz veya sıvılaştırma yoluyla karbonlaştırma, karbon hammaddesini infiltre veya emdirme yöntemleriyle yapılmaktadır [2, 7].

C/C kompozitler özellikle üstün termo-mekanik özelliklerinden dolayı pek çok zorlu mühendislik uygulamalarında refrakter olarak kullanılan malzemelerdir. Uzun, havacılık ve savunma uygulamalarında, roket nozulu ve füze uç kısmında kullanılmaktadır [8].

Biyomedikal uygulamalarda ise, C/C kompozitler hafiflik, insan kemiğine benzer elastik modülü ve tasarım esnekliği sayesinde, kalp kapakçıklarında, kemiklerde, diz ve kalça implantlarında biyomalzeme olarak kullanılmaktadır [9].



Şekil 2.1. Kompozitlerin sınıflandırılması [10]

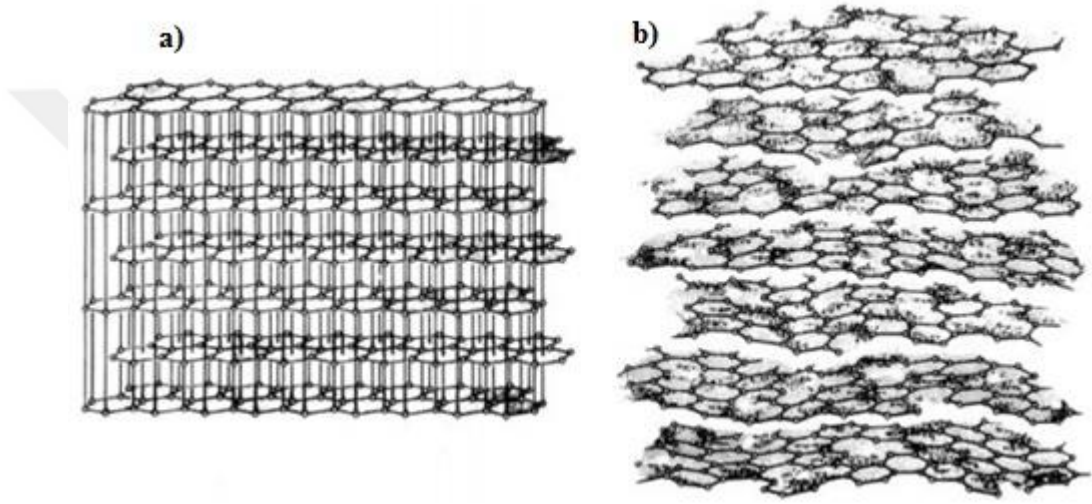
2.1. Karbon/Karbon Kompozitlerin Yapısı

Karbon-karbon (C/C) malzemeler, polimer matris kompozitlerinin karbon/epoksi ailesine benzer genel bir kompozit sınıfıdır. Bu malzemeler, tek boyutlu liflerden, n boyutlu örgü kumaşlara kadar çok çeşitli formlarda yapılabilir. Çok biçimli olmaları nedeniyle, mekanik özellikleri kolayca uyarlanabilir. Ayrıca karbon malzemeler inert atmosferde yüksek mukavemet ve sertlik potansiyelinin yanı sıra yüksek termal ve kimyasal stabiliteye sahiptirler. Ancak bu malzemeler oksitleyici ortamda kullanıldığında kaplamalarla korunması gerekmektedir. C/C kompozitler, karbonlu bir matris ve matris içine gömülü lifli bir karbon takviyeden oluşmaktadır [8].

Monolitik grafit kırılgandır ve kuvvetli olmayan bir malzemedir; bu nedenle büyük ve karmaşık geometrilerin üretilmesi son derece güçtür. Kuvvet zayıflığının giderilmesi ve işlemenin kolaylaştırılabilmesi için, yüksek sıcaklık uygulamalarında termal

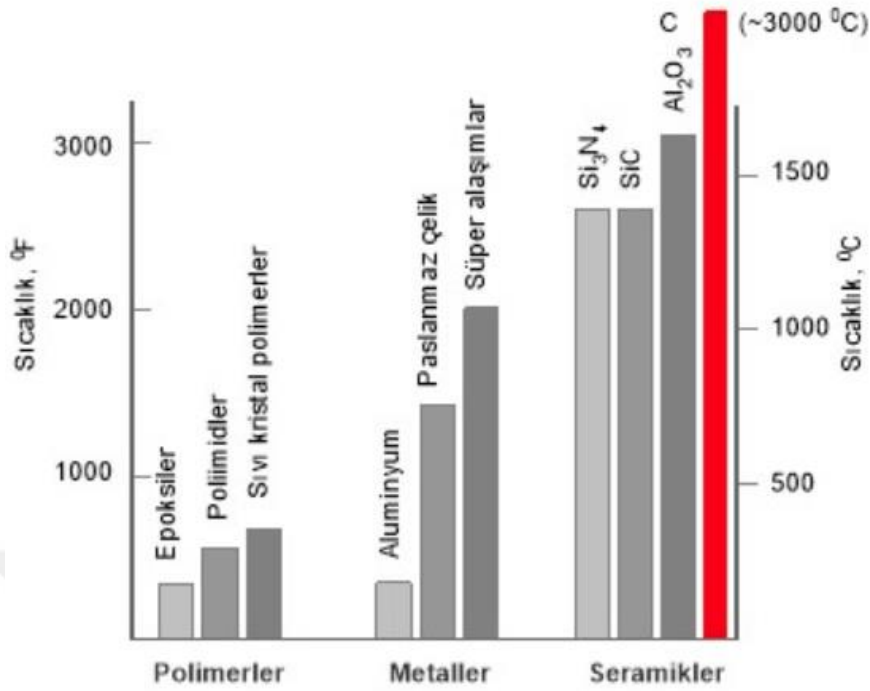
kararlılığın yüksek olduğu, karbon matris içinde yüksek-kuvvetli karbon fiberler bulunduğu karbon-karbon kompozitler geliştirilmiştir [11].

Karbonun iyi bilinen allotropları elmas, grafit, grafen, amorf karbon, fullerenler ve karbon nanotüplerdir. Grafitte her atom diğer üç atoma trigonal olarak bağlanmıştır. Altı atomlu düz halkalardan oluşan güçlü iki boyutlu ağların düzlemler arası bağ enerjileri zayıftır. Karbon fiberlerde ise katmanlı bir yapı mevcuttur ancak gerçek grafitten farklı olarak katmanları düzgün bir şekilde istiflenmemiştir, daha rastgele bir düzenlemeye sahiptir [2].



Şekil 2.2. Karbon yapıları a) mükemmel grafit kristali, b) karbon liflerinde bulunan turbostratik yapı [2]

Katmanlar aynı zamanda düzlemsel değil, dalgalı yapıdadır, dolayısıyla bu yapıya turbostratik denir. Yüksek çekme mukavemeti ve elastik modülüne sahip karbon elyafları elde etmek için, karbon düzlemleri fiber eksenine doğru yönlendirilmeli ve yapıları optimize edilmelidir [2].



Şekil 2.3. Bazı polimer, metal, seramik ve karbon matrislerin sıcaklık dayanımları [11]

Karbon, oksitleyici olmayan atmosferde muhafaza edildiği takdirde çok yüksek sıcaklık direncine sahip malzemeler arasında yer alır. Bu koşullar altında karbon 3730 °C sıcaklıklara kadar süblimleşmez. Böylece malzeme teknik olarak 2800 °C'ye kadar kullanılabilir [2].

2.1.1. Takviye malzemesi

2.1.1.1. Karbon fiberler

Karbon fiber (karbon elyaf), minimum %92 oranında elementel karbon içeren, yüksek mekanik, kimyasal, termal ve biyolojik özelliklere sahip olan lif şeklinde malzemedir [12]. Karbon fiberler, yüksek performanslı fiberlerin en eski ve en yaygın sınıflarından biridir. Bu nedenle kompozit malzeme üretiminde sık kullanılırlar [13].

Karbon fiberlerin en büyük avantajı düşük yoğunluğa ve yüksek mekanik özelliklere sahip olmalarıdır. Hafif, güçlü ve dayanıklı olmaları sebebiyle yüksek mukavemet ve sertliğin gerekli olduğu uygulamalarda kullanılabilirler. Karbon fiberden üretilen kompozitler havacılık, uzay, rüzgâr enerjisi türbinleri, otomotiv ve spor malzemeleri endüstrilerinde yaygın olarak kullanılan bir malzemedir. Bilinen ilk karbon fiber, 1870 yılında Thomas Edison tarafından lambanın icadı esnasında kullanılan filamenttir. Bu filament, rayon yani selüloz esaslı olarak üretilmiştir [14].

- **Karbon fiberlerin yapısal özellikleri**

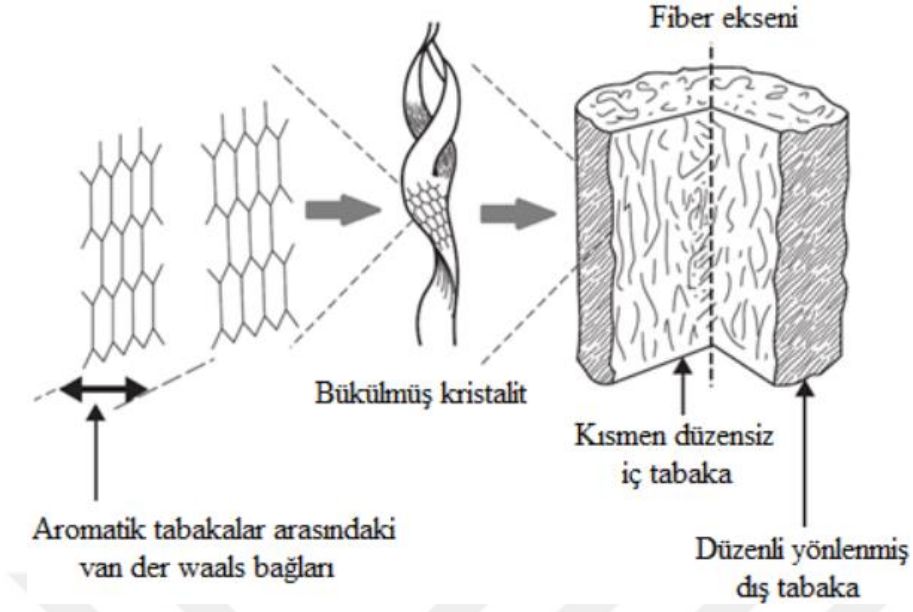
Karbon elyaf malzemenin mukavemetinin yüksek olması malzemenin atomlar arası ve moleküller arası bağların kuvvetli olmasından kaynaklanmaktadır. Karbon elyaf prosesinin hammaddesi olan prekürsor, polimerizasyon ve elyaf çekim prosesini takip ederek ana hatları ile dört bölümden oluşan üretim sürecine aktarılır, bu 4 süreç; oksidasyon, karbonizasyon, yüzey hazırlama ve yüzey kaplama işlemleridir [15].

Karbon fiberler, olağanüstü mukavemet, düşük yoğunluk, yüksek sertlik, yüksek sıcaklık toleransı ve kimyasal direnç gibi özellikleriyle bilinir. Bu özellikler, karbon fiberlerin havacılık, otomotiv, spor ekipmanları ve yüksek performans gerektiren diğer birçok endüstriyel uygulamada kullanılmasını sağlar [16].

Karbon fiberler, çelik gibi geleneksel malzemelerden çok daha hafiftir. Bu düşük yoğunluk, karbon fiber kompozitleri ideal hafif malzemeler yapar ve enerji verimliliğini artırır. Yüksek sıcaklıklara karşı mükemmel direnç gösterir. Bu özellik, motor parçaları ve ısıya maruz kalan diğer bileşenler için kullanımlarını ideal kılar. Çok düşük termal genleşme katsayısına sahiptir. Bu, sıcaklık değişikliklerinden kaynaklanan boyut değişikliklerinin minimal olması anlamına gelir ve bu da yüksek hassasiyet gerektiren uygulamalarda karbon fiberleri ön plana çıkarır. Karbon fiberler iyi elektrik iletkenidir. Bu özellik, elektromanyetik kalkanlama ve diğer elektriksel uygulamalar için kullanımlarına imkan sağlar [17].

Kimyasal ve çevresel faktörlere karşı yüksek dirençli malzemelerdir. Karbon fiberler paslanmaz ve bu nedenle deniz uygulamaları ve kimyasallara maruz kalan diğer ortamlar için idealdir. Yüksek yorulma direnci gösterirler, yani tekrarlanan yükleme ve boşaltma döngülerine karşı dayanıklıdırlar. Bu, özellikle köprüler, uçaklar ve araçlar gibi sürekli stres altında olan yapılar için önemlidir.

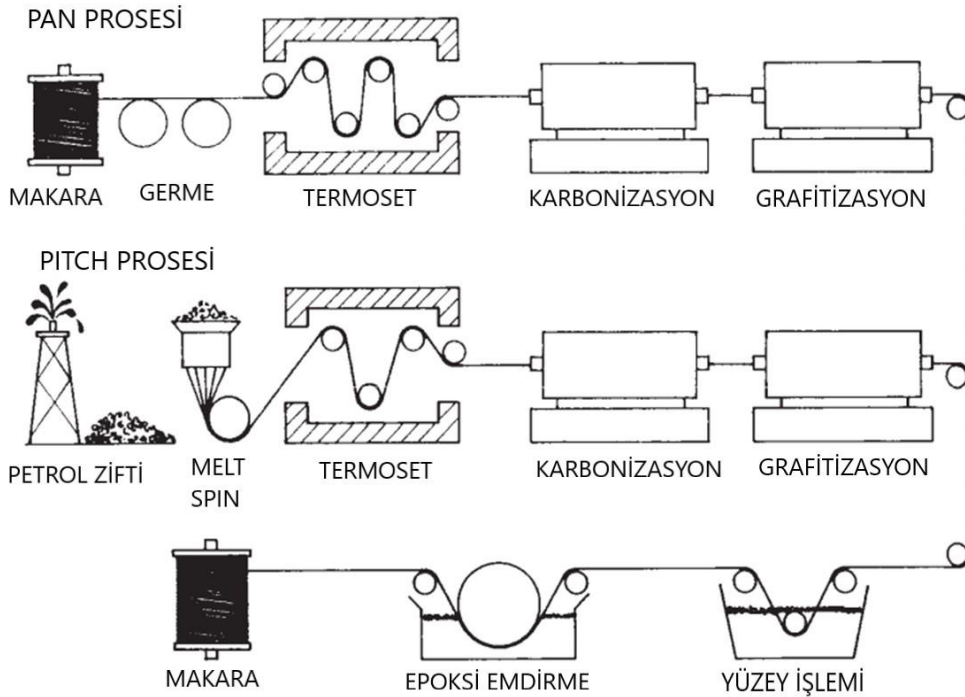
İplik, kumaş, bant ve çeşitli önceden şekillendirilmiş parçalar şeklinde işlenebilirler. Bu esnek tasarım seçenekleri, çeşitli uygulamalara özgü tasarımları mümkün kılar [18].



Şekil 2.4. Karbon fiberin yapısı [12]

- **Karbon fiber üretimi**

Karbon elyafların geliştirilmesine ve üretimine yönelik yöntemler temelde iki şekildedir; en yaygın olarak kullanılan yöntem polyacrylonitrile (PAN), ikinci yöntem ise zift esaslı fiberler olan PITCH yöntemidir. Şekil 2.5'te bu iki yöntemlere ait üretim akış şemaları verilmiştir [12].



Şekil 2.5. Karbon fiberlerin iki üretim yöntemi [2]

Genellikle poliakrilonitril (PAN), karbon lifleri üretiminde yaygın olarak kullanılan ve daha popüler akrilik öncüdür.

Zift bazlı öncüller ise %80 verime sahiptirler ve bu öncüllerden elde edilen karbon lifleri, daha grafitik yapıya sahip olmaları nedeniyle yüksek bir modül gösterir. Öte yandan, zift bazlı karbon lifleri, PAN bazlı karbon liflerine kıyasla daha zayıf basınç ve çapraz özelliklere sahiptir.

PAN Prosesi; Karbon lifleri için PAN bazlı polimer öncülleri esas olarak saf homopolimer ve komonomerler olarak sınıflandırılabilir. Genellikle, karbon lifleri üretiminde PAN bazlı polimer öncüllerinde komonomerler yaygın olarak kullanılır.

Karbon fiberlerin PAN'dan üretimi için imalat adımları; PAN bazlı öncüllerin polimerizasyonu, liflerin iplik haline getirilmesi, termal stabilizasyon, karbonlaştırma ve grafitizasyonu şeklinde kategorize edilebilir.

Ayrıca, karbonizasyon yoluyla üretilen karbon fiberlerin öncülleri olarak genellikle %2–15 akrilik asit, metakrilik asit, metakrilat ve/veya itakonik asit içeren bu PAN bazlı kopolimerler kullanılır çünkü komonomerlerin kullanımı moleküler hizalanma ve stabilizasyon koşullarını etkilemektedir. PAN bazlı öncüllerden tipik karbon verimi ise yaklaşık %50–60'tır.

Poliakrilonitril (PAN) bazlı karbon liflerinin türlerine göre üç temel kategoriye ayrılmaktadır;

- 1- Büyük Demet : Üretimi ucuzdur ve kolayca kıvrık lif formuna dönüştürülebilir.
- 2- Genel Amaçlı Sınıf : Ürün niteliklerinin daha az katı olduğu sınıftır.
- 3- Havacılık Sınıfı : En yüksek kalitedeki ürünlerdir.

Her kategorideki karbon lifler, çekme mukavemeti ve elastik modüllerine bağlı olarak genel amaçlı, yüksek mukavemetli, orta modüllü ve yüksek modüllü olarak üretilir.

Ziftler, karbon liflerinin veya karbon kompozitlerdeki karbon dolgularının öncülleri olarak kullanılabilen, poliaromatik moleküller ve heterosiklik bileşiklerin karmaşık karışımlarıdır. Bu ziftler %80'den fazla karbon içerebilmekte ve bir ziftin bileşimi kaynak katranı ve işleme koşullarına göre değişmektedir.

Zift, kömür, ham petrol veya asfaltın yıkıcı distilasyonu sırasında oluşan bir yan üründür ayrıca zift, karbon lifi üretimi için belirtilen koşulları karşılamakta ve ucuz

olup kolayca bulunabilmektedir. Karbon verimi %70'ın üzerine çıkabilir, bu da PAN'ın verimine kıyasla oldukça yüksektir.

Ziftin bileşimi, değişken oranlarda dört genel fraksiyon içermektedir. Bunlar;

- 1- Doymuşlar : Düşük moleküler ağırlığa sahip, balmumuna benzer alifatik bileşiklerdir.
- 2- Naften Aromatikler : Doymuş halkaya sahip, düşük moleküler ağırlıklı bileşiklerdir.
- 3- Polar Aromatikler : Bazı heterosiklik moleküller içeren, orta moleküler ağırlıklı bileşiklerdir.
- 4- Asfaltenler : Yüksek moleküler ağırlığa ve yüksek aromatiklik derecesine sahiptirler. Asfalten oranı ne kadar yüksekse, yumuşama noktası, termal stabilite ve karbon verimi de o kadar yüksektir [19, 20].

Elektriksel ve termal iletkenlik özellikleri bakımından PAN ve zift esaslı karbon fiberler kıyaslandığında ise genellikle zift esaslı karbon fiberlerin performanslarının PAN esaslı karbon fiberlere göre daha iyi olduğu gözlemlenmiştir. PAN ve zift esaslı karbon fiberlerin performanslarının farklı olmasının nedeni, bazı ziftlerin grafitize edilebilir olmasından kaynaklanmaktadır. Mezofaz, yani anizotropik yapıdaki ziftler, grafenik özellikler gösterirler ve sıvı kristalin fazdayken kendiliğinden bir araya gelerek yapısal olarak düzenlenirler. Böylece, fiber çekme işleminde, zift moleküllerine uygulanacak gerilim ile düzenli bir şekilde sıralanırlar [12].

Bu iki yöntem haricinde kullanılan diğer yöntemler ise, selülozik öncüllerden üretilen fiberlerdir. Bunlar %44.4 karbon içerirler. Ancak pratikte, reaksiyon basit bir dehidrasyondan daha karmaşıktır ve karbon verimi sadece yaklaşık %25-30 civarındadır.

Diğer öncül türleri olarak, viniliden klorür ve fenolik reçineler gibi öncüller araştırılmış, ancak bunlar ticari olarak uygun bulunmamıştır [20].

- **Karbon fiberlerin kullanım alanları**

Karbon fiberlerin hafifliği, yüksek mukavemeti ve mükemmel korozyon direnci özellikleri nedeniyle çok çeşitli endüstrilerde kullanılmaktadır. Havacılık ve uzay sektörlerinde oldukça popülerdir. Uçak gövdeleri, kanatlar, roketlerin yapısal komponentleri ve uydu şasileri gibi kritik yapısal parçalarda kullanılır. Hafifliği sayesinde yakıt verimliliği artar, performans ve yük taşıma kapasitesi iyileşir.

Yüksek performanslı spor arabalar, yarış arabaları ve son zamanlarda elektrikli araçların bileşenleri karbon fiberden yapılmaktadır. Motor parçaları, şasiler, gövde paneli ve yakıt tankları gibi bileşenlerde kullanılan karbon fiber, araçların ağırlığını azaltarak daha iyi hızlanma ve yakıt verimliliği sağlar [17].

Karbon fiberler, özellikle yüksek yapıların ve köprülerin güçlendirilmesinde kullanılmaktadır. Deprem sırasında binaların esnekliğini artırmak için de kullanılır. Ayrıca, eski yapıların restorasyonu ve güçlendirilmesi projelerinde de tercih edilen bir malzemedir. Spor malzemeleri yapımında da kullanılan karbon fiberler, tenis racketleri, golf kulüpleri, bisiklet çerçeveleri ve kayaklar gibi spor ekipmanlarında karbon fiber kullanımı yaygındır. Hafif ve dayanıklı olması, sporcuların performansını arttırmaktadır.

Karbon fiber, rüzgar türbini kanatları gibi büyük yapısal bileşenlerde kullanılır. Malzemenin hafifliği ve mukavemeti sayesinde daha büyük ve daha verimli türbinlerin tasarımını mümkün kılar.

Askeri uygulamalarda ise, balistik koruma panelleri, hafif zırhlı araçlar ve çeşitli askeri teçhizatların yapımında kullanılır. Stealth teknolojisi içeren uygulamalarda radar emilimi için de tercih edilmektedir. Tıbbi görüntüleme cihazlarında, özellikle X-ray ve MRI makinelerinde, karbon fiber, hastalara zarar vermeden daha net görüntüler elde etmek için kullanılır. Ayrıca, protezler ve ortopedik cihazlarda da hafiflik ve dayanıklılık sunar.

Karbon fiber, ısı dağılımı gerektiren yüksek performanslı elektronik cihazların bileşenlerinde kullanılır. Bu, özellikle yüksek güçte çalışan bilgisayarlar ve diğer elektronik cihazlar için önemlidir [18, 19].

Bu kullanım alanları, karbon fiberin geniş yelpazedeki özelliklerinden faydalanılarak, her bir uygulamanın özel ihtiyaçlarına göre şekillendirildiğini göstermektedir. Fiberlerin bu özelliklerine göre kullanım ve uygulama alanları Tablo 2.1’de verilmiştir.

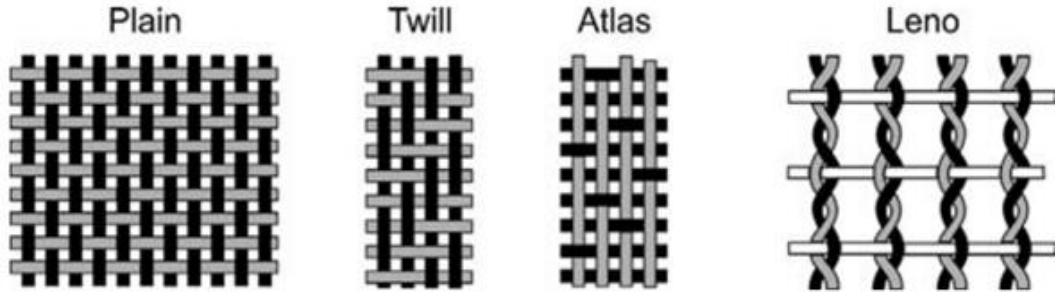
Tablo 2.1. Karbon fiberlerin özelliklerine göre uygulama alanları [17]

ÖZELLİK	UYGULAMA ALANLARI
Fiziksel dayanım, özel tokluk ve düşük ağırlık	Uzay, yol ve liman yapımlarında, spor malzemelerinde
Yüksek boyut sabitlemesi, düşük termal uzama katsayısı ve düşük aşınma	Füze, uçak frenlerinde, uzay antenlerinde ve destek yapılarında, büyük teleskoaplarda
İyi mukavemet	İşitsel ekipmanlar, Hi-fi ekipmanları için hoparlör, pikap kolu, robot kolu
Elektriksel iletkenlik	Otomobil, elektronik ekipmanlar için kaplamalar, EMI ve EF koruyucu kılıf, fırçalar
X-ray geçirgenliği ve biyolojik hareketsizlik	Protez gibi tıbbi uygulamalar, araştırma ve x-ray cihazları, implantlar, tendonlar
Yorulma direnci, kendi kendini yağlama, yüksek sönüm	Tekstil makineleri
Kimyasal hareketsizlik, yüksek korozyon direnci	Kimya endüstrisi, nükleer alan, valfler, yelkenler, pompa bileşenleri
Elektromanyetik özellik	Zincir koparan büyük jeneratörler, radyolojik ekipmanlar

2.1.1.2. İki boyutlu (2d) karbon fiber kumaş

Karbon fiber kumaşlar kullanım alanına, imalat yöntemine ve mukavemet gibi özelliklerine göre farklılık gösterirler. Örgü tipleri, metrekare başına düşen ağırlıkları, kumaştan ürüne imalat metodu, yönlendirilmeleri ve polimer malzemelerine göre karakterize edilirler.

DIN 60000'e göre dokuma kumaşlar dikdörtgen şeklinde olan kumaşlar olarak tanımlanmaktadır. Çapraz iplikler ile ağızlık oluşumu sağlanır ve minimum ikili iplik sisteminden (çözgü ve atkı) oluşur. Atkı ve çözgü ipliklerinin geçiş şekline ise desen denir. Şekil 2.6'da tipik iki boyutlu kumaş örgü tipleri verilmiştir [2].



Şekil 2.6. İki boyutlu karbon fiberlerin örgü tipleri [2]

İki boyutlu karbon fiber kumaşlar gerekli kalınlıkta rijit kompozitler üretebilmek için katmanlanabilir veya birleştirilebilir. İki ve üç eksenli 2D örgü kumaşlar yapısal kompozit parçalar olarak yaygın kullanılırlar. Ancak 2D kumaşlar bağlayıcı liflerin (Z-eksen lifler) eksikliğinden dolayı zayıf darbe direncine ve düşük delaminasyon mukavemetine sahiptir [18].

2.1.1.3. Üç boyutlu (3d) karbon fiber kumaş

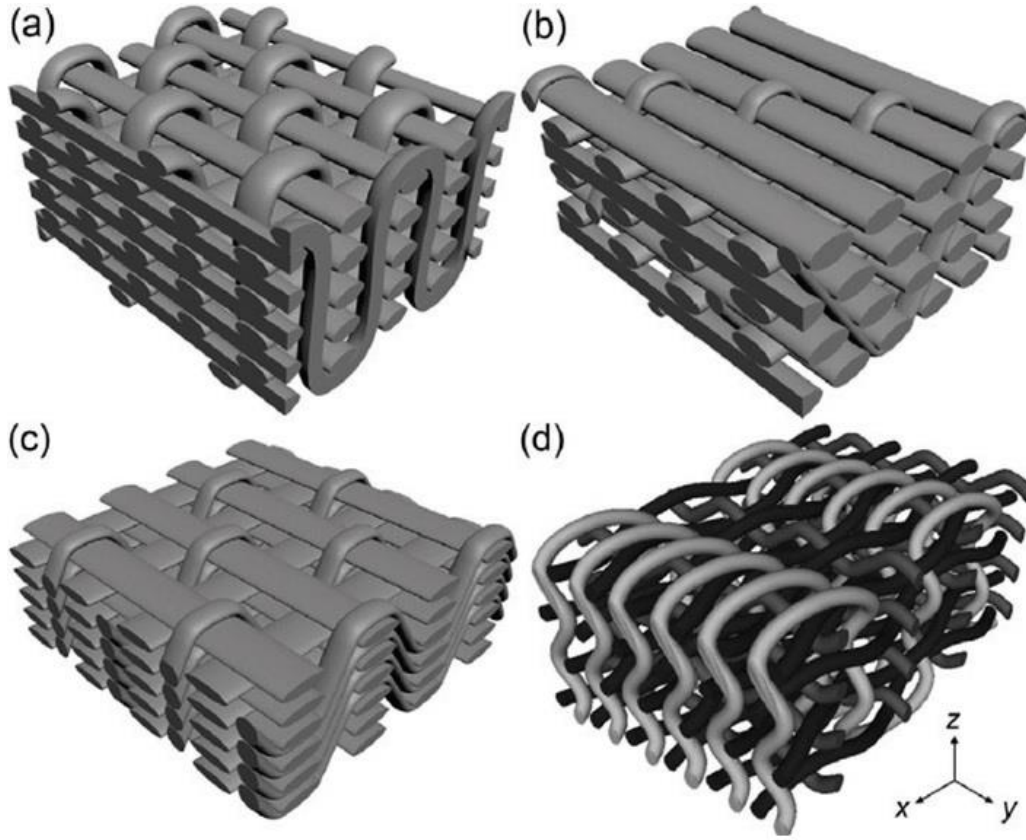
Üç boyutlu dokuma kumaşlarda ise iki atkı daha birbirine dik olacak şekilde eklenerek çift ağızlı olarak üretim yapılır. Üç boyutlu kumaşlar ise yarı izotropik özelliğe sahiptir. Takviye liflerin dağılımı her üç boyutta da aynıdır. En önemli özellikleri ve yüksek çekme ve basma mukavemetinin olması, iyi eğme mukavemeti ve çok iyi darbe davranışı sergilemesidir. Şekil 2.7’de tipik üç boyutlu kumaş dokuma tipleri verilmiştir [2].



Şekil 2.7. Üç boyutlu karbon fiberlerin dokuma tipleri [2]

Bu kumaşlar dokuma tipine göre örgü (braided), dikişli (stitched) ve pinleme (pinning) metotları kullanılarak dokuma makinalarında preform haline getirilir. Üç boyutlu dokuma kumaşlar da örgü tipine göre farklılık göstermektedir. Şekil 2.8’de üç boyutlu dokuma kumaşların örgü tipleri görülmektedir.

Bu kumaşlarda katlar arası delaminasyon (ayrışma) sorunu görülmemektedir [13].



Şekil 2.8. Üç boyutlu dokunmuş karbon fiberlerin örgü tipleri a) orthogonal, b) kalınlık boyunca açılı kilitli, c) katmandan katmana açılı kilitli ve d) tamamen geçmeli [13]

Bu yüzden kompleks geometride parçaların üretilmesi mümkündür. Silindirik, konik, kalınlığı değişken ve kıvrımlı parçalar dokuma teknolojisi ve otomasyon sayesinde üç boyutlu dokuma fiber parçalar oluşturulabilmektedir. Ayrıca, ön şekil içerisindeki takviye elyafları belirlenen yönlerde ve yoğunlukta dokunarak son ürünün yüksek termal ve mekanik özelliklere sahip olması sağlanabilmektedir [2].

3D ortogonal dokuma ön kalıplarının üç iplik seti vardır: çözgü, dolgu ve z-iplikleri. Bu iplik takımlarının hepsi çözgü ipliklerinin bulunduğu yapıyı oluşturmak üzere boydan boya geçmelidir ve diğerleri dikeydir. Dolgu iplikleri çözgü katmanları arasına yerleştirilir ve çift seçmeler oluşturulur. Z-ekseni iplikleri ise yapısal bütünlüğü sağlayabilmek için diğer iplik setlerini bağlamak için kullanılır [18].

Üç boyutlu dokuma fiberler, geleneksel iki boyutlu dokuma makinaları kullanılarak da üretilmektedir. Üretimin içerdiği ilave mekanik karmaşıklık göz önüne

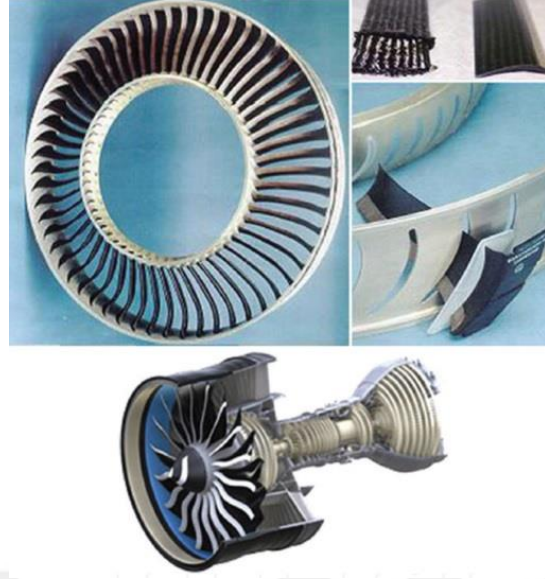
alındığında bağlayıcı iplik içeren kumaşlarda üç boyutlu dokuma fiberler ekipmanı doğası gereği daha karmaşıktır, bunun sonucunda kumaş türlerinin üretim çeşitliliği daha sınırlıdır [19].

Bu malzemelerin düşük ağırlığı, statik mukavemet, yüksek sıcaklıklara direnç, yüksek yorulma direncinin yanı sıra kırılma tokluğu, hasar toleransı, darbe direnci gibi yüksek mekanik özellikleri performansı nedeniyle uzay ve havacılık uygulamalarında yaygın olarak kullanılmaktadır. Füze ve roketlerde yanma odası yalıtım malzemesi, motor yalıtımı, nozul, radom ve çatışma perdesi olarak savunma sanayisinde de kullanılmaktadır. Şekil 2.9'da üç boyutlu karbon fiberlerin kullanıldığı uzay ve savunma sektörü görselleri yer almaktadır.



Şekil 2.9. Üç boyutlu karbon fiberlerin kullanıldığı uzay ve savunma sektörü görselleri [20]

Uçaklarda türbin motor fan bıçakları, fan motoru kasası, çıkış klavuz kanadı, karbon fren, iniş takımı ve uçak gövdesinde taşıyıcı profil olarak kullanılmaktadır. Uydu ve uzay araçlarında yüksek sıcaklık ve üstün mekanik özelliğinden dolayı termal koruma sağladığından, jiroskop volan tepki çarkı ve güç depolama cihazlarının yapımında üç boyutlu karbon örgü kumaşlar kullanılmaktadır [20]. Şekil 2.10'da ise üç boyutlu karbon fiberlerin kullanıldığı havacılık sektörü görselleri verilmiştir.



Şekil 2.10. Üç boyutlu karbon fiberlerin kullanıldığı havacılık sektörü görselleri [13]

2.1.2. Pirolitik karbon matris yapısı

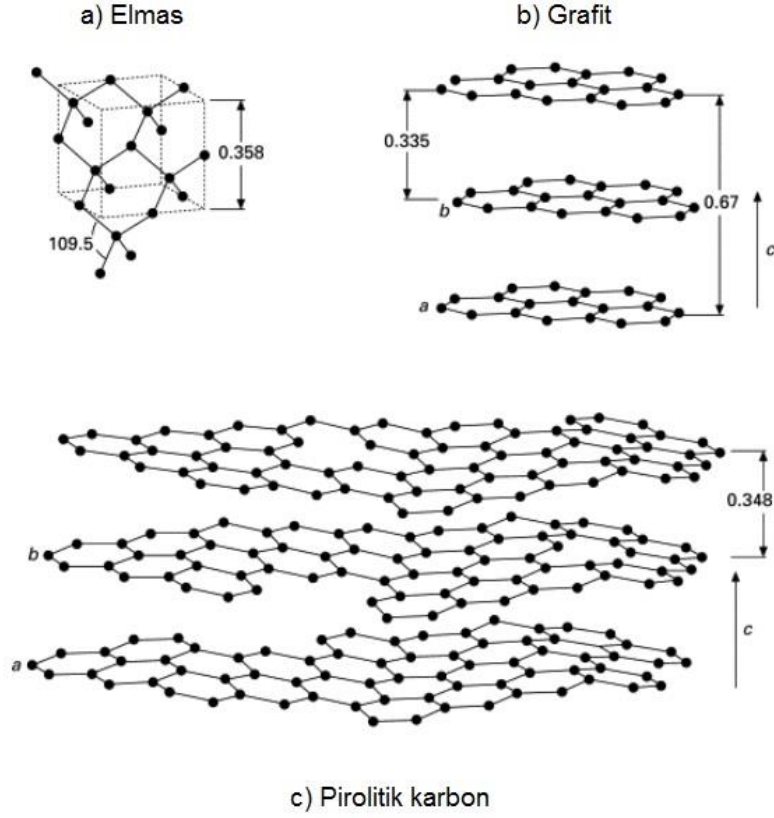
Pirolitik karbon sentetik bir biyomateriyaldir ve bu terim ilk olarak 1960'larda tanıtılmıştır. Genel olarak pirolitik karbon, hidrokarbon bileşiklerinin oksijen olmadan kendi ayrışma sıcaklığında termal biriktirilmesi yoluyla üretilir. Pirolitik karbon genellikle CVI reaksiyonu ile, katı veya gaz halindeki hidrokarbonlardan grafit parçaların yüzeyine amorf karbonun biriktirilmesiyle üretilir. Yüksek sıcaklıkta hidrokarbon, karbon içermeyen radikallere parçalanır ve bunlar daha sonra kovalent olarak bağlanarak pirolitik karbonu oluşturur. Bu işlem yüzeye yapışarak parça yüzeylerini homojen bir şekilde kaplar ve yüzeydeki küçük gözenekleri belli bir seviyeye kadar kapatma ve doldurma özelliğine sahiptir. Pirolitik karbonun yüzeyi pürüzsüz, sert ve orijinal grafitte göre aşınmaya daha dayanıklıdır [21].

Pirolitik karbon, grafitte benzer yapıya sahip olan turbostratik karbon ailesine aittir. Grafit, altıgen dizilerde kovalent olarak bağlanmış karbon atomlarından oluşur. Bu diziler zayıf ara katman bağlamayla istiflenir ve bir arada tutulur [22].

Pirolitik karbon, karbon fiberler ve karbon-karbon kompozitler gibi malzemelere uygulanabilen bir kaplama malzemesi olarak kullanılmaktadır.

Biyomedikal uygulamaların çoğunda pirolitik karbon, iyi kan ve doku biyouyumluluğu nedeniyle kaplama malzemesi olarak kullanılmaktadır. İnsan vücuduna implante edildiğinde herhangi bir olumsuz reaksiyona neden olmamaktadır.

Trombo dirençli yani kanın pıhtılaşmasına direnir, iyi dayanıklılık ve mukavemet özelliğinin yanı sıra iyi aşınma direncine sahiptir [23]. Şekil 2.11’de elmas, grafit ve pirolitik karbon yapısı görülmektedir.

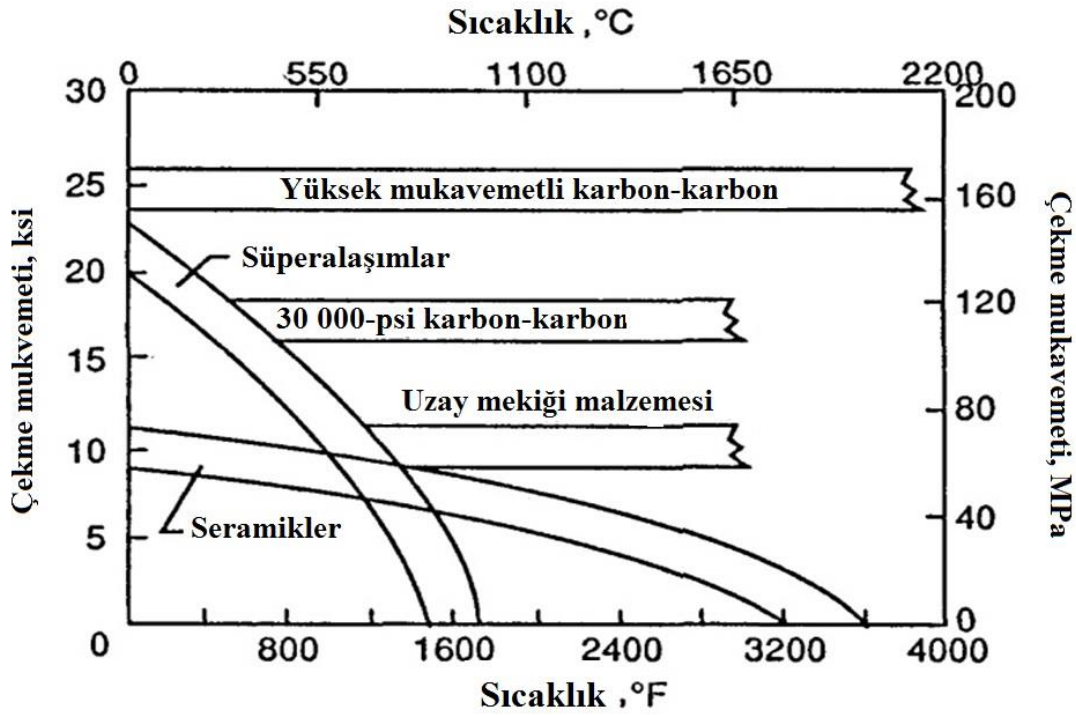


Şekil 2.11. a) Elmas, b) Grafit ve c) Pirolitik karbonun yapısı [22]

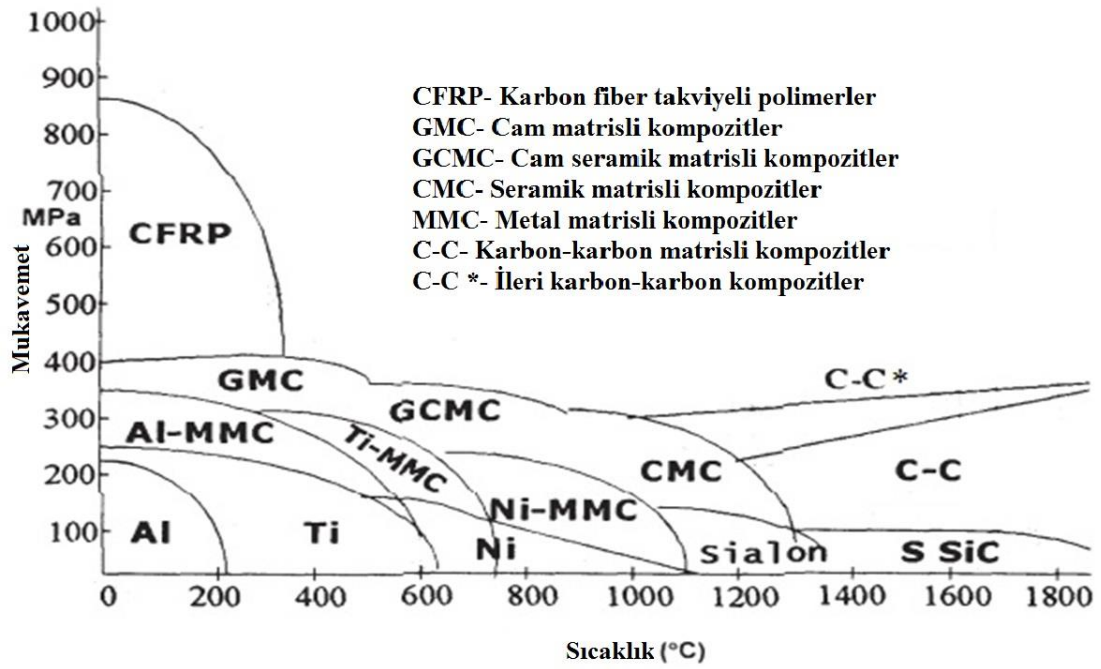
2.2. Karbon/Karbon Kompozitlerin Özellikleri

Karbon/Karbon kompozitler, termal kararlılıktan dolayı yüksek sıcaklığa dayanıklı, 3000 °C’ye kadar erimeyen, yanıcı olmayan malzemelerdir. Ayrıca yüksek korozyon ve oksidasyon direncine sahiptirler. Fiziksel özellik olarak, manyetik ve elektrik enerjisini emebilen ve iletebilen yapıları vardır. Mekanik açıdan, çelikten beş kat daha mukavemetli ve hafiftirler. Şekil 2.12’de çeşitli yüksek sıcaklık malzemelerinin mukavemet/yoğunluk oranları, Şekil 2.13’de ise bazı mühendislik malzemelerin sıcaklığa bağlı mukavemet değerleri görülmektedir. C/C kompozitler yüksek yorulma ve tüm yüzeyleri boyunca aşınma direncine sahiptirler [24]. Yüksek kırılma tokluğuna sahip olmalarına rağmen, kırılma mekanizması sadece liflerin kırıldığı yerde meydana geldiğinden dolayı geleneksel seramikler gibi kırılğan yapıya sahip değildir [25].

C/C kompozitler diğer kompozitlere göre yeni ve pahalı bir malzemelerdir. Gerilme mukavemeti ve gerilme elastik modülünün yüksek olması 2000 °C’ler gibi çok yüksek sıcaklıklara kadar performanslarını koruyabilmelerini sağlamıştır. C/C kompozitlerin dezavantajı oksitlenme özelliğidir. Oksidatif olmayan ortamlarda 2200 °C sıcaklığa kadar stabil olmalarına karşın koruyucu bir tabakayla kaplanmadığında yada kimyasal olarak modifiye edilmediği takdirde oksijenli atmosferde 400-500 °C’de bile oksitlenir ve parçalanabilirler [11].



Şekil 2.12. Çeşitli yüksek sıcaklık malzemelerinin mukavemet/yoğunluk oranları [8]



Şekil 2.13. Bazı mühendislik malzemelerin sıcaklığa bağlı mukavemet değerleri [26]

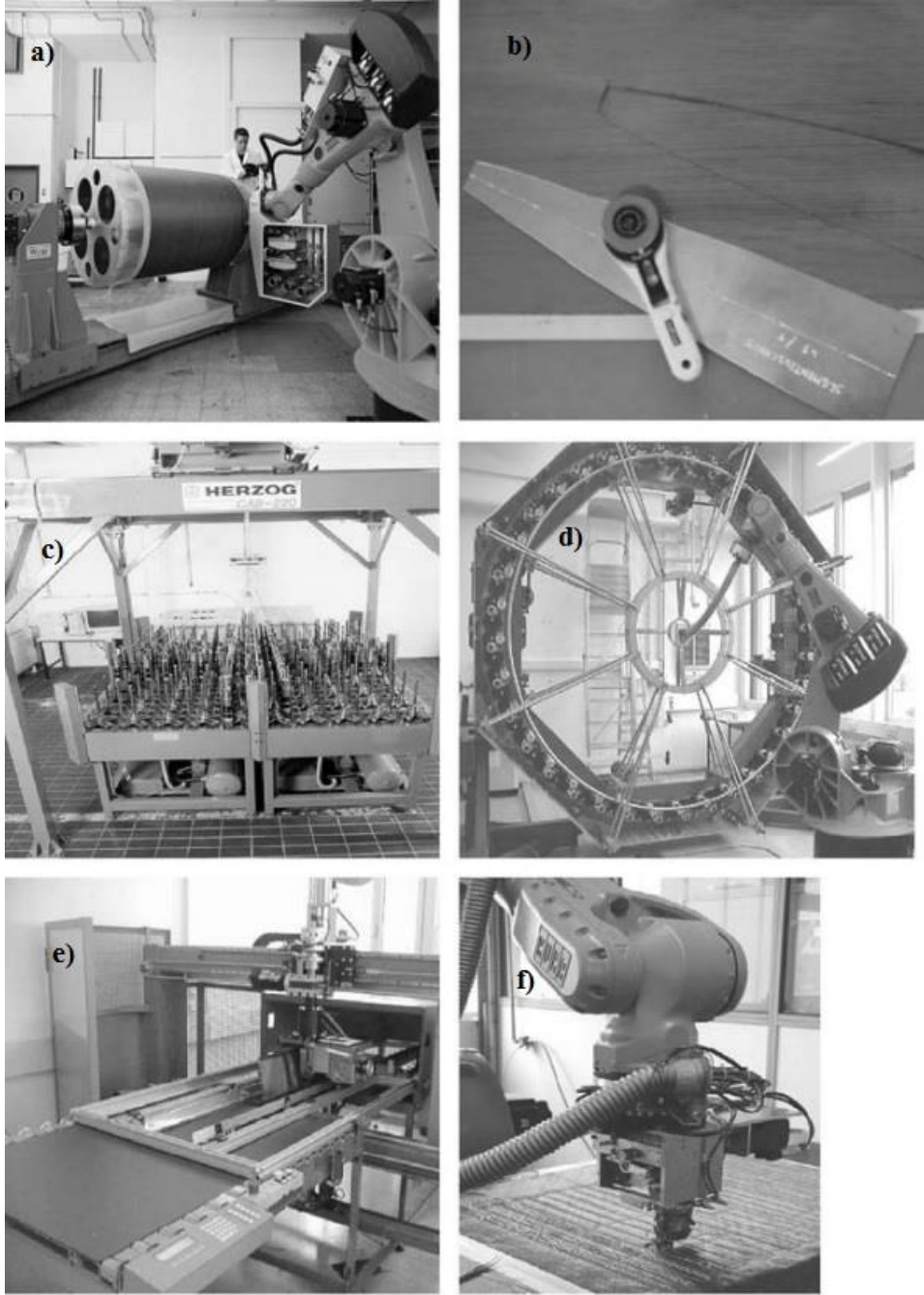
Buhar fazıyla yoğunlaştırılmış zift bazlı karbon fiber ve matrisi olan C/C kompozitler, fiber yönünde 250–350 W/mK düzeyinde çok yüksek termal iletkenlik sergilemektedir. Bu malzemeler her ne kadar yüksek düzeyde anizotropik karakterli ve enine yönlerde düşük iletkenlik gösterse de, fiber mimarisini çeşitlendirerek ve bunların farklı şekilde eklenmesiyle iyileştirme yapılabilir. Lif yönelimi bu kompozitlerin genleşme katsayısını büyük ölçüde belirlemektedir.

Karbon/karbon kompozitleri fiber yönünde 0,3–0,5 μ ve fibere dikey yönde 0,5–0,8 arası μ sürtünme katsayısına sahiptir. Farklı form ve yönlerde hazırlanmış karbon fiber takviyeli, termoset reçineli veya termoplastik ziftli veya hidrokarbon matris kullanılan Karbon/Karbon kompozitlerin yoğunlukları 1,4–1,98 g/cm³ arasında elde edilebilir. Takviye edici lifler yapı olarak daha anizotropiktir ve özellikleri karbon matrinden daha fazladır. Dolayısıyla liflerin hacim içeriği ve lif yönelimi kompozitin özelliklerini belirlemektedir. Polimer matrislerin aksine, CVD ve zift bazlı karbon matrinden üretilmiş kompozit, nihai özelliklere daha fazla katkı sağlamaktadır [26].

2.3. Karbon/Karbon Kompozit Malzemelerin Üretim Yöntemleri

Karbon/Karbon veya C/SiC kompozitler gibi malzemelerin nihai üretim yöntemi, malzemenin geometrisine, boyutuna ve sayısına bağlı olup, mekanik ve termal

gereksinimler doğrultusunda belirlenmektedir [27]. Şekil 2.14'te karbon fiber preform üretim tekniklerinin görselleri yer almaktadır.



Şekil 2.14. Karbon fiber preform üretim teknikleri; a) filament sargı, b) elle yatırma, c) 2D örgü, d) 3D örgü, e) 2D dikiş ve f) 3D dikiş [2]

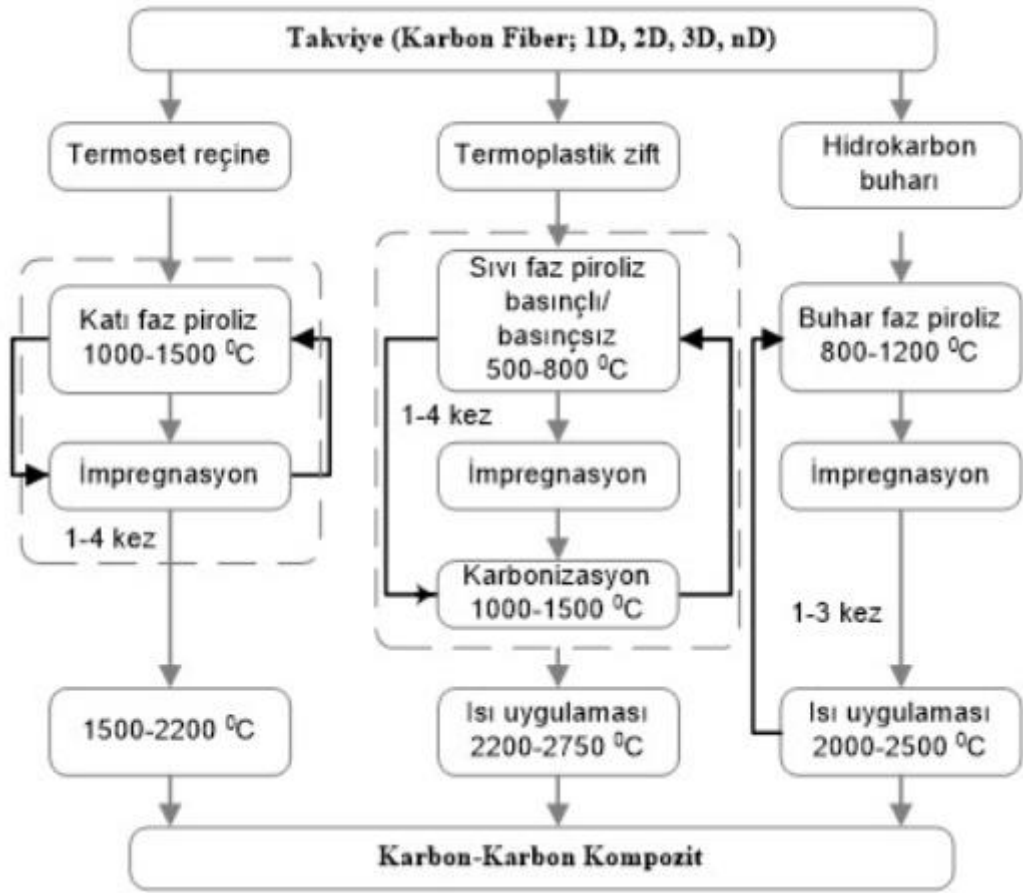
Karbon/karbon kompozitlerin üretiminde, fiberli preformun karbonize olabilecek organik bir sıvı ile impregnasyonu veya bir karbon preformun pirolitik karbonla (kimyasal buhar depozisyon/infiltrasyon (CVD/CVI)) yoğunlaştırılması tekniklerine

dayanan uygulamalar kullanılabilir. Sıvı ve buhar faz rotasında kullanılan matris fazlar iki başlık altında toplanabilirler;

1) Termoset reçineler (fenolik veya epoksi reçineler gibi).

2) Zift (kömür katranı veya petrol zifti). Kimyasal buhar depolama (CVD) tekniğinde matris olarak hidrokarbon gazlar (metan, etan, propan) kullanılabilir.

Her iki yolla da başlangıç malzeme olarak bir karbon preform kullanılmaktadır. Bu karbon preform yapı yine karbonlu bir takviye elemanı infiltre edilerek yoğunlaştırılmak suretiyle elde edilirler [11]. Şekil 2.15’de karbon/karbon kompozit üretim yöntemlerinin akış şeması sunulmuştur.



Şekil 2.15. Karbon/karbon kompozit üretim yöntemlerinin akış şeması [11]

2.3.1. PIP (Polymer infiltration and pyrolysis) yöntemi

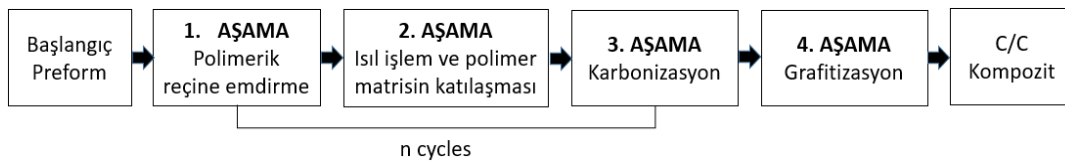
Termoset reçineler karbon/karbon kompozitlerde öncül matris olarak kullanılırlar. Çünkü elyaflara emdirilmesi nispeten daha kolay olduğundan, geleneksel kompozitlerin üretiminde geniş bir teknoloji temeli bulunmaktadır. Reçine emdirme

ve karbonizasyon işlemi son derece esnektir. Filament sarma, prepreg, elle yatırma ve pultrüzyon gibi tekniklerle, kompozit alanında genelde karmaşık şekilli yapıların üretimi mümkün hale gelmiştir. Genelde termoset reçineler 250 °C’de polimerize olurken, piroliz edildiğinde camsı, izotropik karbon oluşturur ve bu da 3000 °C’ye kadar grafitleşmez. Döngülerle yoğunlaşan reçinelerin karbon verim oranı genellikle %50 ile %60 arasında değişmektedir. Tablo 2.2’de çeşitli termoset reçinelerin karbon verimliliği verilmiştir.

Tablo 2.2. Prekürsör olarak kullanılan bazı reçinelerin karbon verimliliği [28]

Prekürsör	Karbon verimi (%)
Fenolik reçineler	50-55
Furan reçineler	50-60
Oksitlenmiş polistiren	55
Polivinil alkol	50
Poliakrilonitril	44
Poliviniliden klorür	25
Selüloz	20
Epoksi reçineler	5
Polistiren	5
Polimetilmetakrilat	5

Şekil 2.16’da polimer emdirme ve pirolizi (PIP) yönteminin aşamaları verilmiştir. Yüksek karbon verimi ve polimer matrisin emdirilme kolaylığını sağlayabilmek için, karbonizasyon işlemi sırasında elyafların büzülmesi, elyaf iskelete zarar vermemesi gerekir. Bu büzülme mekanik özellikleri etkileyen çok önemli bir parametredir. Ayrıca reçinenin pirolizi esnasında oluşan gözeneklilik açık ve elyafa erişebilir durumda olmalıdır.



Şekil 2.16. PIP yöntemi akış şeması

PIP işleminde emdirme malzemesi olarak genelde, furan ve fenolik tipi reçineler kullanılmaktadır. Karbon/karbon kompozitlerde lamine bir yapıya reçine emdirme işlemi yaklaşık 1000 °C’de yapılmaktadır. Ortaya çıkan karbon fiber takviyeli

izotropik (pirolitik) karbon matris daha sonra yüksek sıcaklıklara kadar ısıtılma tabii tutulur. Böylece matrisin grafitleşmesi için yaklaşık 3000 °C sıcaklık gereklidir. Grafit matrisin oluşturulması için, tipik olarak son çevrimi takiben, inert bir atmosferde ve 2000-3100 °C sıcaklıkta grafitizasyon işlemi uygulanır [28]. Tablo 2.3’de PIP ve CVD yöntemiyle oluşturulan matrislerin özelliklerinin karşılaştırması yer almaktadır.

Tablo 2.3. Matris oluşturma tekniklerinin karşılaştırılması [28]

ÖZELLİKLER	YÖNTEM	
	PIP	CVD
Yoğunluk (g/cm ³)	1,65	1,50
Çekme Mukavemeti (MPa)	82,7	120,6
Eğme Mukavemeti (MPa)	68,9	142,6
Kayma Mukavemeti (MPa)	27,6	51,7

2.3.2. CVD/ CVI yöntemi

Bu yöntem kapalı ve inert atmosfer içinde ısıtılmış altlık malzeme yüzeyinin buhar halindeki taşıyıcı bir gazın kimyasal reaksiyonuyla oluşan katı bir malzeme ile kaplanması esasına dayanmaktadır. Amaç, buhar fazında ve basıncı istenilen değerlere ayarlanmış inert atmosferde kimyasal reaksiyon yardımıyla malzeme yüzeyinde ve içinde katı kaplama yapmaktır. Uzun ve sürekli kullanım avantajına sahip olan bu yöntem, geniş yüzey alanlarına düzgün ve homojen kaplama yapabilmektedir [29].

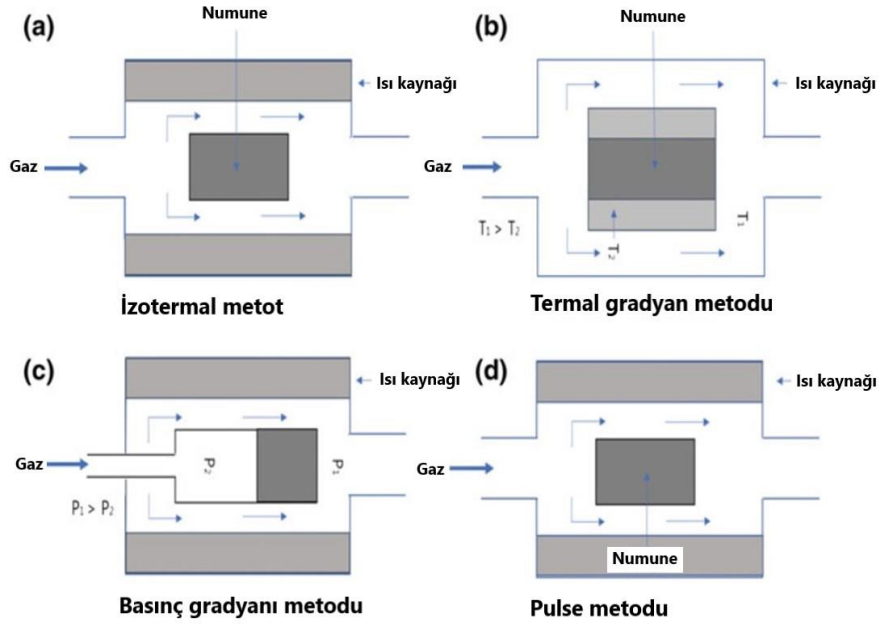
Kimyasal buhar biriktirme yöntemindeki etkili başlıca parametreler sıcaklık, basınç, reaktan gaz konsantrasyonu ve toplam gaz akışıdır [29, 30].

Kimyasal buhar infiltrasyonu (CVI) ise, karbon elyaf takviyeli kompozitler için yüksek sıcaklıkta reaktif gazların kullanılmasıyla matris malzemesinin elyafli ön kalıplara sızıp malzemenin gözeneklerine nüfuz edip, fiberlerin üzerine katı bir karbon kaplaması bırakmasıdır. CVD yönteminde ise biriktirme malzemenin sıcak yüzeyinde meydana gelmektedir [30].

CVI işlemi zaman alan bir prosestir; infiltrasyon-piroliz çevriminin, kompozit malzeme istenilen yoğunluğa ulaşmaya kadar birkaç kez (3-10) tekrarlanması gerekir. Karbonizasyon ve grafitizasyon işlemleri, üretilen nihai kompozitin özelliklerini etkiler [11].

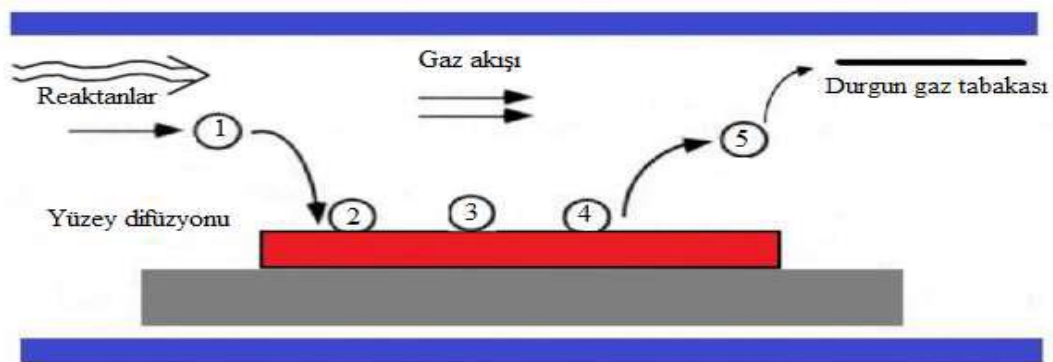
CVI yöntemleri gereksinimlere göre temelde aşağıdaki dört metodla (Şekil 2.17) uygulanabilir;

- a) İzotermal metot,
- b) Termal gradyan metodu,
- c) Basınç gradyanı metodu,
- d) Pulse metodu.



Şekil 2.17. CVI metodları [35]

Bu dört yöntemin de kendi içinde avantajları ve dezavantajları vardır. Tüm yöntemler birlikte veya ayrı kullanılabilir. Üretilcek olan kompozit malzemenin gereksinimlerine göre CVI, polimer emdirme yöntemiyle de birleştirilebilmektedir [28].



Şekil 2.18. CVD çalışma prensibi [31]

Yukarıda Şekil 2.18’de CVD ile kaplama prosesinin çalışma prensibi gösterilmiştir ve bu işlem beş temel adımdan oluşmaktadır;

1. Reaktanın taban malzeme yüzeyine difüzyonu,
2. Reaktanın taban malzeme yüzeyine absorpsiyonu,
3. Reaktan-taban malzeme arası kimyasal reaksiyon,
4. Üründen gaz desorpsiyonu,
5. Üründen atık gazın uzaklaşması

CVD yöntemi avantajları;

- Yüksek hızlarda ve kısa zamanda kaplamalar oluşturulmasına yardımcı olur. Bu sebeple endüstride seri üretimde rahatça kullanılabilir,
- CVD parametreleri ayarlanarak kimyasal ve morfolojik yapı değiştirilebilir,
- Kaplama yapılan yüzeyler ile yapılan kaplama arasında meydana gelen kimyasal bağ ile birlikte kaplamanın yüzeyde uzun zaman kalmasına imkân verecek kuvvetle yüzeye tutunması sağlanabilir,
- Farklı kimyasallar aynı süreçte aynı zamanda kaplanabilir,
- Vakum gereksinimi PVD yöntemlerine göre daha azdır,
- Düşük sıcaklıklarda kaplama yapılabilir,
- Organik ve inorganik kimyasallar kullanılarak, organik, inorganik veya hibrit kaplama yapılabilme imkânı sağlar,
- Proses vasıtasıyla kaplamalara farklı nitelikler kazandırılabilir ve
- İnce filmlerin biriktirilmesinde fazlaca avantajı bulunur. En önemli avantajı ince filmlerin olabildiğince uygun olmasıdır.

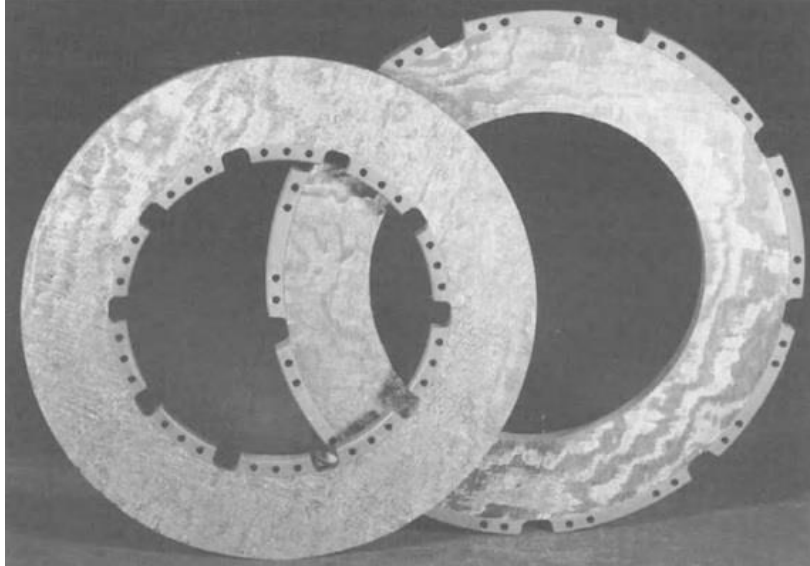
CVD yöntemi dezavantajları;

- Yüksek sıcaklıklarda yapılan CVD yönteminde, ısıya karşı hassas olan malzemeler tercih edilemez,
- CVD yönteminde plazma güç kaynağı olarak kullanılacaksa, plazmaya bağlı olarak kaplanacak yüzeylerde eksiklikler meydana gelebilir,

- CVD yönteminde kullanılan reaktantlar (belirli bir bileşik ile karakteristik bir reaksiyona girebilen ve bu vasıta ile bileşiğin miktarını belirleyen, ayrıca reaksiyondan ürün oluşturmaya yarayan bir bileşik) ve deneyler sırasında meydana gelen yan ürünlerin zehirli olması muhtemeldir. Böyle bir durumda zehirli gazları ortamdan çıkarmak gerekir ve bunun için de donanım gereklidir [31].

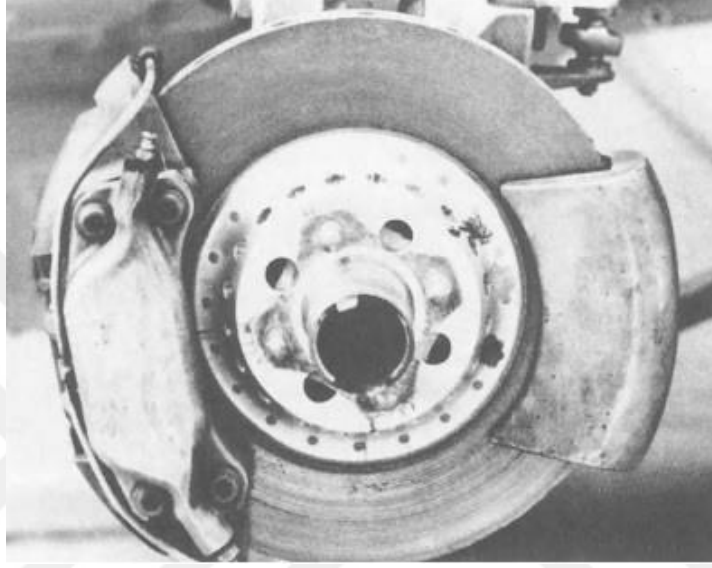
2.4. Karbon/Karbon Kompozitlerin Kullanım Alanları

Karbon/karbon kompozitler geniş bir özellik ve kullanım alanına sahip malzemelerdir. Yüksek performanslı karbon fiberler, yüksek karbon verimli reçineler ve ziftlerin geliştirilmesi ile karbon/karbon kompozitlerin özelliklerine ve ürün yelpazesine ekleme yapmaya devam etmektedir. Yaklaşık 50 yıl önce uzay programları için geliştirilmeye başlanan bu malzemeler, artık günümüzde savunma, uzay ve havacılık uygulamalarının yanı sıra endüstriyel pek çok alanda da ihtiyaçları karşılamaktadır. Yüksek hızlı ve büyük kapasiteli hava araçlarının gelişmesi ile hafif ve yüksek sürtünme mukavemetine sahip fren diskleri de geliştirilmiştir. Sivil havacılıkta Boeing 767 tipi uçakların fren diskleri C/C kompozitten üretilmiştir. Şekil 2.19’da Airbus’a ait C/C kompozit fren diskleri görülmektedir [32, 8].



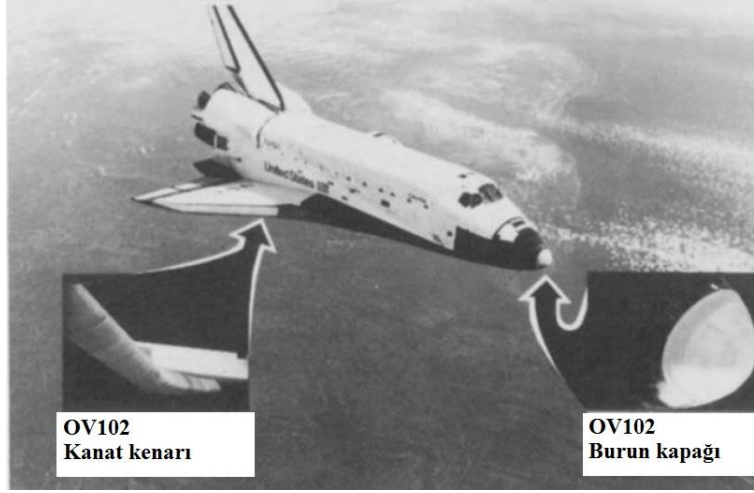
Şekil 2.19. Airbus uçaklarına ait C/C kompozit fren diskleri (Courtesy of Sepcarb, France) [32]

C/C kompozitlerin sürekli olarak geliştirilmesi sadece bu malzemelerin performansını arttırmakla kalmayıp aynı zamanda maliyetlerini de azaltmıştır. C/C kompozit fren diskler, çelik, seramik-metal disklerden dörtte bir oranında daha düşük yoğunluğa ve iki kattan fazla ısı kapasitesine sahiptir. Ayrıca bakır veya çelik disklerden dört kat daha fazla durma olanağı sunmaktadır [32-34]. Şekil 2.20’de otomobiller için C/C kompozit fren diski tertibatı görülmektedir.

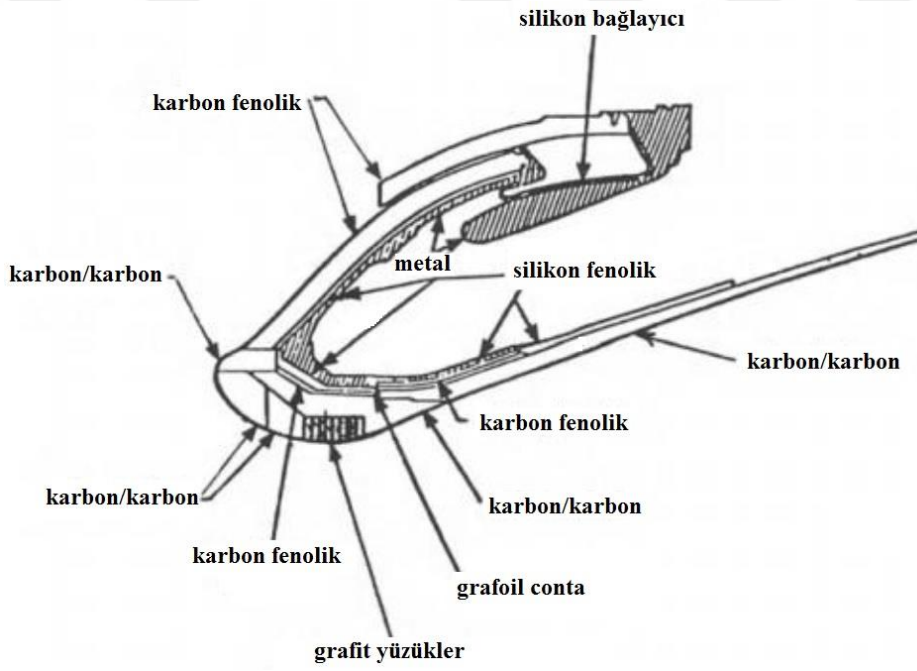


Şekil 2.20. Otomobiller için C/C kompozit fren diski tertibatı [32]

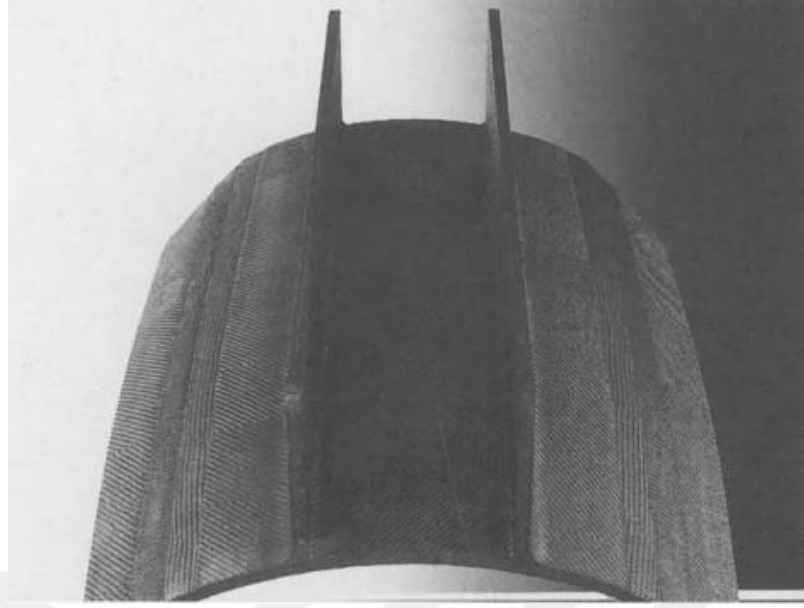
Uzay mekiklerinin termal koruma sistemleri, roket nozulları ve çıkış konileri yine C/C kompozit malzemelerden üretilmektedir. Amerika Birleşik Devletleri uzay ve havacılık sektöründe %80 oranında C/C kompozit bileşenlerinin (uçak frenleri, roket nozulları vb.) en büyük kullanıcısı durumundadır [35, 36]. Şekil 2.21’de uzay mekiği yörünge aracındaki C/C kompozit alanlar gösterilmiştir. Şekil 2.22’de roket nozulunun şeması ve dizayn konsepti, Şekil 2.23’de ise askeri uçaklar için C/C kompozit gaz dümeni yer almaktadır.



Şekil 2.21. Uzay mekiği yörünge aracındaki C/C kompozit alanlar [33]

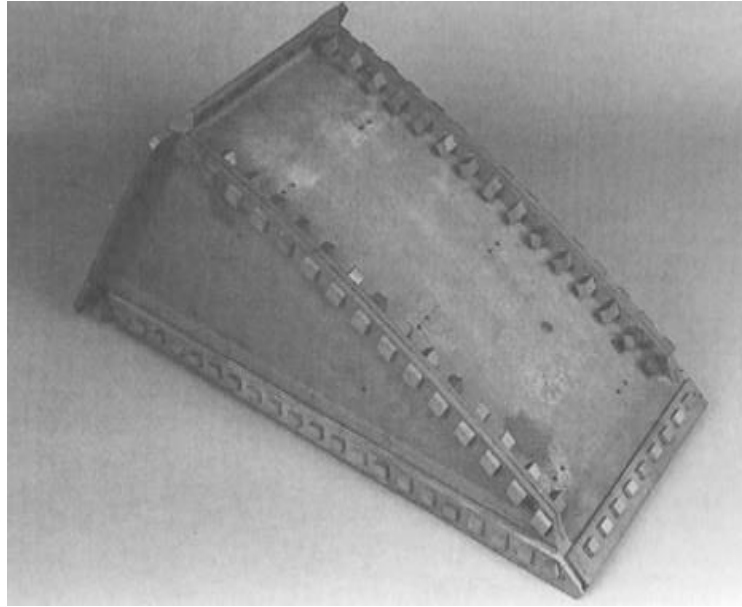


Şekil 2.22. Roket nozulunun şeması ve dizayn konsepti [32]

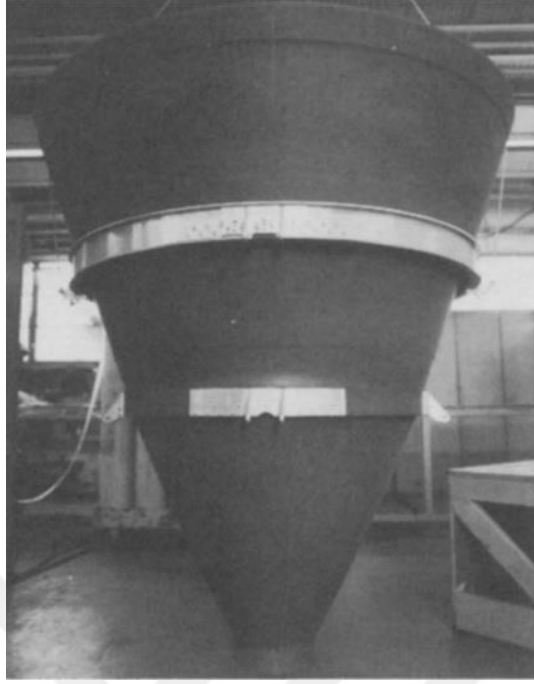


Şekil 2.23. Askeri uçaklar için C/C kompozit gaz dümeni [32]

Şekil 2.24’de hipersonik tahrik ünitesinin C/C kompozit genişleme tankı, Şekil 2.25’de roket motoru 2D C/C kompozit çıkış konisi tertibatı (HITCO), Şekil 2.26’da C/C kompozit Ariana V Booster’ın nozul çıkış boğazı, Şekil 2.27’de ise C/C kompozit türbin rotoru görselleri yer almaktadır.



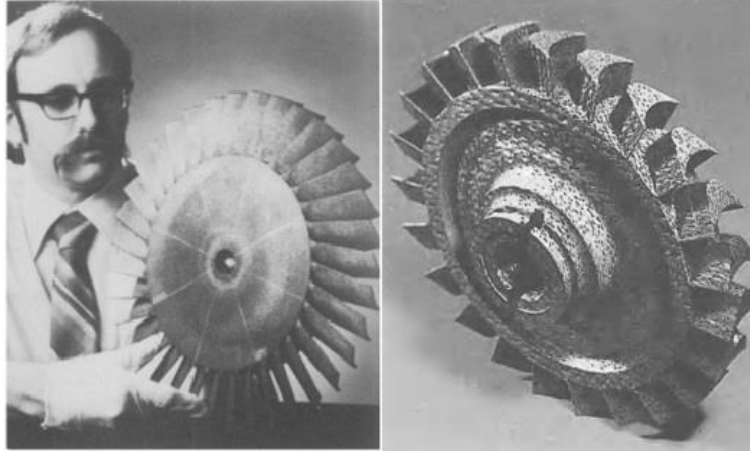
Şekil 2.24. Hipersonik tahrik ünitesinin C/C kompozit genişleme tankı [32]



Şekil 2.25. Roket motoru 2D C/C kompozit çıkış konisi tertibatı (HITCO) [8]



Şekil 2.26. C/C kompozit Ariana V Booster'ın nozul çıkış boğazı [32]

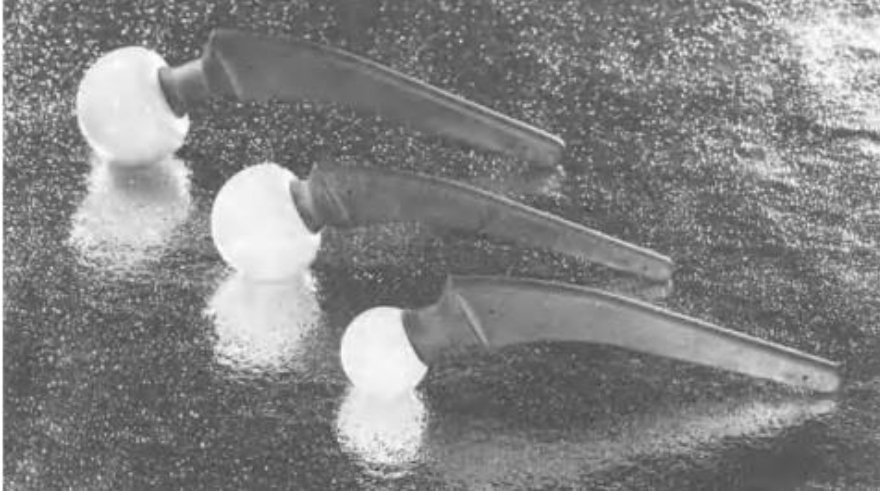


Şekil 2.27. C/C kompozit türbin rotoru [8]

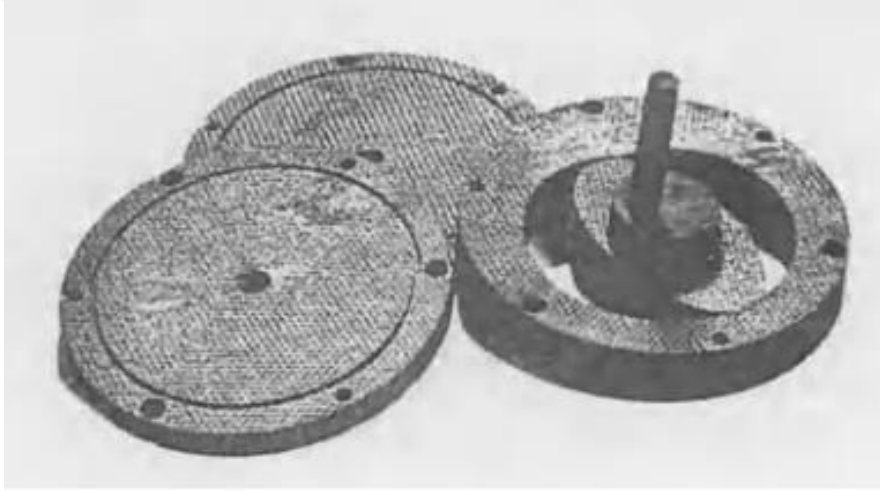
Elementel karbon, olağanüstü saflığı, asit, alkali ve tuz çözeltileri ile organik çözücülerdeki tam inertliği nedeniyle korozyona en dayanıklı malzemedir. Ayrıca kemik kan ve yumuşak doku ile uyumludur [28]. Karbon/karbon kompozit malzemeler kimya ve sağlık alanında, bitkilerin damıtma rektifikasyonunda sıvı karışımları ayırmak için kullanılan ayırma kolonları için oldukça etkilidir. Ayrıca karıştırıcı, besleme borusu, destek ızgarası, filtre plakası, ve ince duvarlı ısı eşanjörlerinin yapımında kullanılmaktadır. Şekil 2.28’de geleneksel ve C/C kompozit protezlerin karşılaştırılması, Şekil 2.29’da C/C kompozit total kalça protezi, Şekil 2.30’da ise C/C kompozit yapay hayvan kalp protezi görseli sunulmaktadır.



Şekil 2.28. Geleneksel ve C/C kompozit protezlerin karşılaştırılması [32]

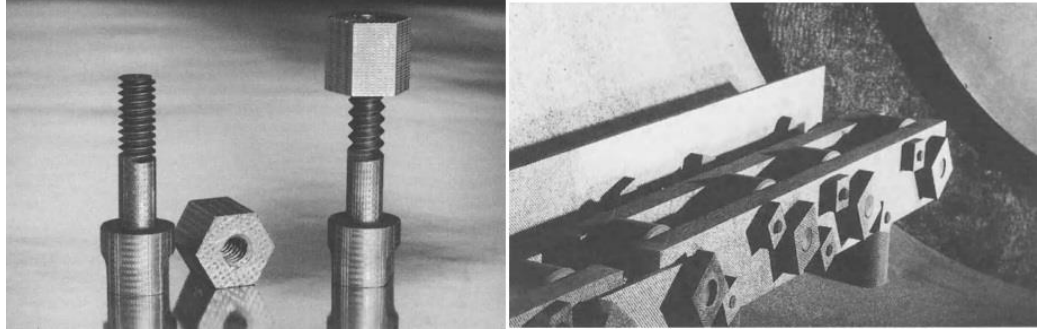


Şekil 2.29. C/C kompozit total kalça protezi [32]



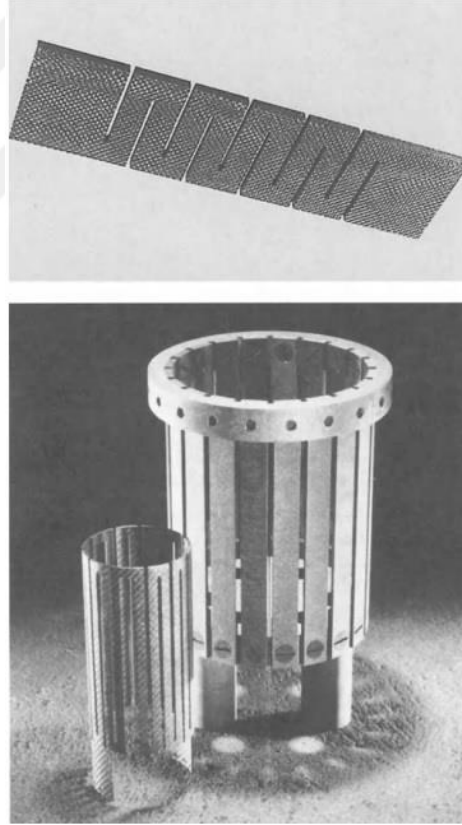
Şekil 2.30. C/C kompozit yapay hayvan kalp protezi [32]

Karbon/karbon kompozit civatalar, vidalar, somunlar ve rondelalar yüksek sıcaklıklar ve şiddetli kimyasal koşullar altında kullanılmaktadır. Bu malzemeler, yüksek sıcaklıklarda mukavemet, sertlik ve yüksek sabitleme stabilitesini garanti edebilen bir malzeme grubudur. Şekil 2.31’de C/C kompozit civata ve somunlar görülmektedir.



Şekil 2.31. C/C kompozit civata ve somunlar [28, 8]

Karbon/karbon kompozitler, HIP (Hot Isostatic Press) için silindirik ısıtma elemanlarının yapımında (Şekil 2.32), ısıya karşı sabit bir direnç sağladığı için kullanılmaktadır. Bu sayede operasyon sırasında hem daha az güç gerekir hem de operasyon maliyetleri azalmaktadır [32].



Şekil 2.32. C/C kompozit dirençli ısıtma elemanları [32]

2.5. Karbon/Karbon Kompozitlerin Biyoyumluluğu ve Uygulanan Testler

Biyoyumluluk, bir malzemenin veya ürünün biyolojik sistemlerle uyumlu olma kabiliyetidir. Bu kavram, genellikle tıbbi cihazların, implantların, ilaçların ve diğer

biyomedikal ürünlerin tasarımı ve kullanımıyla ilgilidir. Bir malzemenin biyouyumluluğu, vücutla temas ettiğinde olumsuz yan etkilere neden olmaması ve biyolojik sistemlerle uyumlu olması gerektiği anlamına gelir. Bu uyumluluk, malzemenin vücutta toksik olmaması, tahrişe yol açmaması, enfeksiyon riskini azaltması ve doku ile uyumlu olması gibi faktörlere dayanmaktadır.

Biyomalzeme ise, tıbbi uygulamalarda kullanılan ve biyolojik sistemlerle etkileşime giren herhangi bir malzemeyi ifade eder. Bu malzemeler, insan vücuduyla veya diğer biyolojik sistemlerle uyumlu olacak şekilde tasarlanır ve genellikle tıbbi cihazlar, implantlar, protezler, doku mühendisliği ve ilaç dağıtım sistemleri gibi çeşitli biyomedikal uygulamalarda kullanılır. Yapısal olarak biyomalzemeler, metaller, seramikler, polimerler, kompozitler ve hidrojel olarak sınıflandırılır. Biyomalzemelerden istenen bazı temel özellikler vardır. Bunlar mühendislerin aşına olduğu mekanik dayanım (çekme, basma, eğme, yorulma, aşınma dayanımı, elastiklik vb.), kimyasal dayanım (korozyon dayanımı vb.) ve biyouyumluluktur.

Biyoyumluluk, malzemenin kimyasal, fiziksel ve mekanik özelliklerinden kaynaklanır. Malzemenin biyouyumluluğunu değerlendirmek için çeşitli testler ve standartlar bulunmaktadır. Bu testler genellikle in vitro (hücre kültürleri üzerinde) ve in vivo (canlı organizmalar üzerinde) çalışmaları içerir [37, 38].

Kemik dokusu, damar sistemi, kalp kapakçıkları ve sinirdoku sistemlerinde kompozit biyomalzemeler kullanılmakta ve kullanımları giderek artmaktadır [38].

Kompozit malzemeler, yüksek dayanıma ve düşük elastisite modülüne sahip olduklarından, özellikle ortopedik uygulamalar için son derece önemlidir. Ayrıca, kompozit malzemelerin bileşimi değiştirilerek, implantın vücuttaki kullanım alanlarına göre, mekanik ve fizyolojik şartlara uyum sağlamaları kompozitleri ön plana çıkarmaktadır. Şekil 2.33'de insan vücudunda kullanılan çeşitli kompozit biyomalzemeler görülmektedir. Kompozitler, ortopedi ve diş hekimliği uygulamalarının yanında, yumuşak doku implantı olarak da kullanılmaktadır. Polimer kompozitler manyetik özellik taşımadıklarından dolayı, manyetik rezonans (MR) ve tomografi çekimlerine olumsuz bir etkileri yoktur [38- 40].

Elementel karbon bilinen malzemeler arasında en yüksek biyouyumluluk gösteren malzemedir. İnsan vücudundaki ayak, diz ve kalça eklemleri ile karbon fiberlerin, kan,

yumuşak doku ve kemiklerle başarılı şekilde değiştirildiği kanıtlanmış durumdadır. Karbon fiberlerin karbon matris ile kombinasyonu, geleneksel çeliğin yerini alabilecek potansiyele sahiptir. Karbon/karbon kompozitlerin yüksek darbe özellikleri ve biyouyumlulukları bu malzemeyi kalp bileşenleri olarak kullanılmasını sağlamaktadır [32].

Karbon-karbon kompozit malzemeler, özellikle yüksek sıcaklık uygulamaları ve biyomedikal uygulamalarda kullanılan ileri düzey malzemelerdir. Biyomedikal alanda kullanılacak karbon-karbon kompozitlerin biyouyumluluğunu değerlendirmek için bir dizi test uygulanmaktadır. Karbon-karbon malzemelere uygulanan bazı genel biyouyumluluk testleri aşağıda verilmiştir.

In Vitro Biyouyumluluk Testleri:Sitotoksisite Testleri;

Direkt Temas Testi : Karbon-karbon kompozit materyali hücre kültürü ortamına doğrudan yerleştirilir ve hücrelerin sağkalımı ve proliferasyonu incelenir.

Ekstrakt Testi : Karbon-karbon kompozit materyalinden elde edilen ekstraktlar hücre kültürlerine eklenir ve hücrelerin canlılığı değerlendirilir.

MTT Assay : Hücrelerin metabolik aktivitesini ölçmek için kullanılır. Hücrelerin karbon-karbon kompozit materyale maruz kaldığında ne kadar canlı kaldığını belirler.

Hemokompatibilite Testleri;

Hemoliz Testi : Karbon-karbon kompozit malzemesinin kırmızı kan hücrelerine zarar verip vermediğini belirler. Hemoliz yüzdesi ölçülerek değerlendirilir.

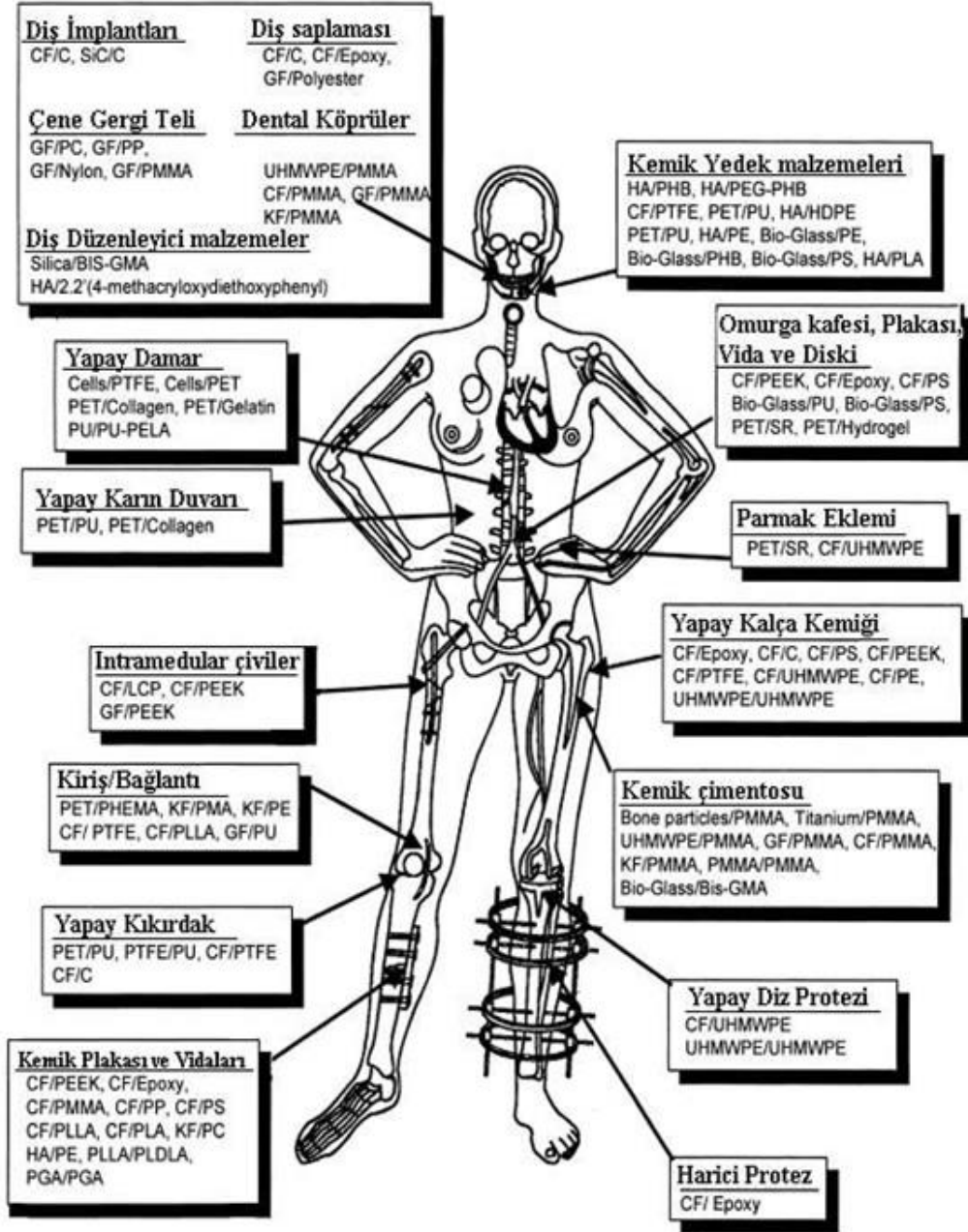
Koagülasyon Testleri : Malzemenin kan pıhtılaşma mekanizmalarını etkileyip etkilemediği değerlendirilir. Protrombin zamanı (PT) ve aktive parsiyel tromboplastin zamanı (aPTT) gibi parametreler incelenir.

Trombosit Adezyonu ve Aktivasyonu : Karbon-karbon kompozit malzemesi üzerine trombositlerin yapışma ve aktivasyon düzeyi incelenir.

In Vivo Biyouyumluluk Testleri:

İmplantasyon Testleri : Karbon-karbon kompozit malzemesi canlı dokulara (genellikle kemik veya kas gibi) implante edilerek malzemenin biyoyumluluğu ve lokal dokulardaki tepkisi incelenir.

Histopatolojik İncelemeler : İmplantasyon sonrası dokular çıkarılarak mikroskop altında incelenir. Enflamasyon, fibrozis, nekroz gibi tepkiler değerlendirilir [40-42].



Şekil 2.33. İnsan vücudunda kullanılan çeşitli kompozit biyomalzemeler [3]

3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

3.1. Çalışmanın Amacı

Bu çalışmanın amacı, üç boyutlu (3D) ortogonal örgü yapısındaki karbon fiber preformlar etrafında CVI prosesiyle pirolitik karbon matrisi oluşturmak ve ardından elde edilen C/C kompozitleri kimyasal buhar biriktirme (CVD) yöntemi vasıtasıyla SiC ile kaplayarak elde edilen her iki kompozit malzemenin yapısal, termal, mekanik ve biyouyumluluğunu incelemektir.

3.2. Çalışma Prosedürü

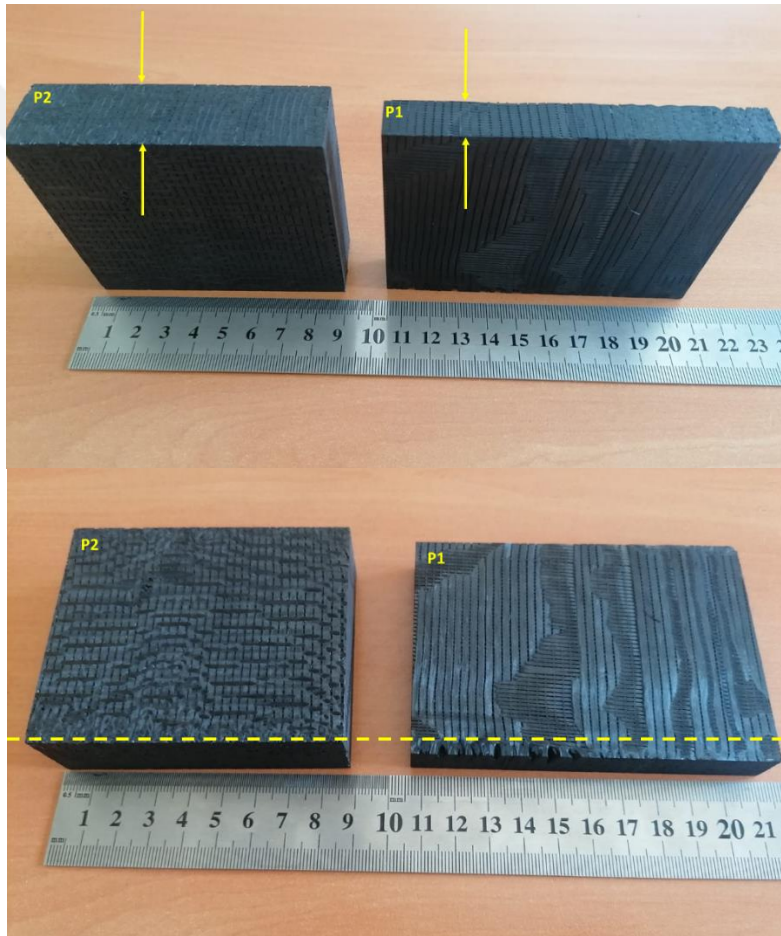
Çalışmalarda, 3D Wovens Kompozit LTD. ŞTİ.'den temin edilen, x-yönünde 6K (6000 adet elyaf), y ve z-yönünde 3K (3000 adet elyaf) karbon fiber demeti içeren ortogonal yapıda 3D karbon preformlar kullanılmıştır. İki farklı ebatta preform ile çalışılmış ve bu preformlar P1 ve P2 olarak kodlanmıştır. Şekil 3.1'de kullanılan preformların makro görüntüsü yer almaktadır.



Şekil 3.1. Kullanılan preformların CVD/CVI işlemi öncesi makro görüntüsü

3.2.1. Preformların yoğunlaştırılması

Preformların yoğunlaştırılmasında kimyasal buhar infiltrasyonu (CVD/CVI) yöntemi kullanılmıştır. P1 ve P2 olarak kodlanan preformlar her defasında CVD cihazının zeminine yerleştirilerek, Ar+N₂ atmosferinde, 1250 °C sıcaklıkta, 2 mbar basınçta, metan gazı akışında infiltre edilmiştir. 24, 48 ve 72 saat gibi değişen sürelerde cihaz durdurularak kapağı açılıp numuneler içinden alınmış ve ağırlıkları hassas teraziyle tartılarak ağırlık artışı not edilmiştir. Her iki preform da toplam 312 saat süreyle CVI işlemine tabii tutulmuştur. CVI işlemi sonrası elde edilen preformların makro görüntüleri Şekil 3.2’de verilmiştir.



Şekil 3.2. CVD/CVI işlemi sonrası karbon kumaşların makro görüntüleri

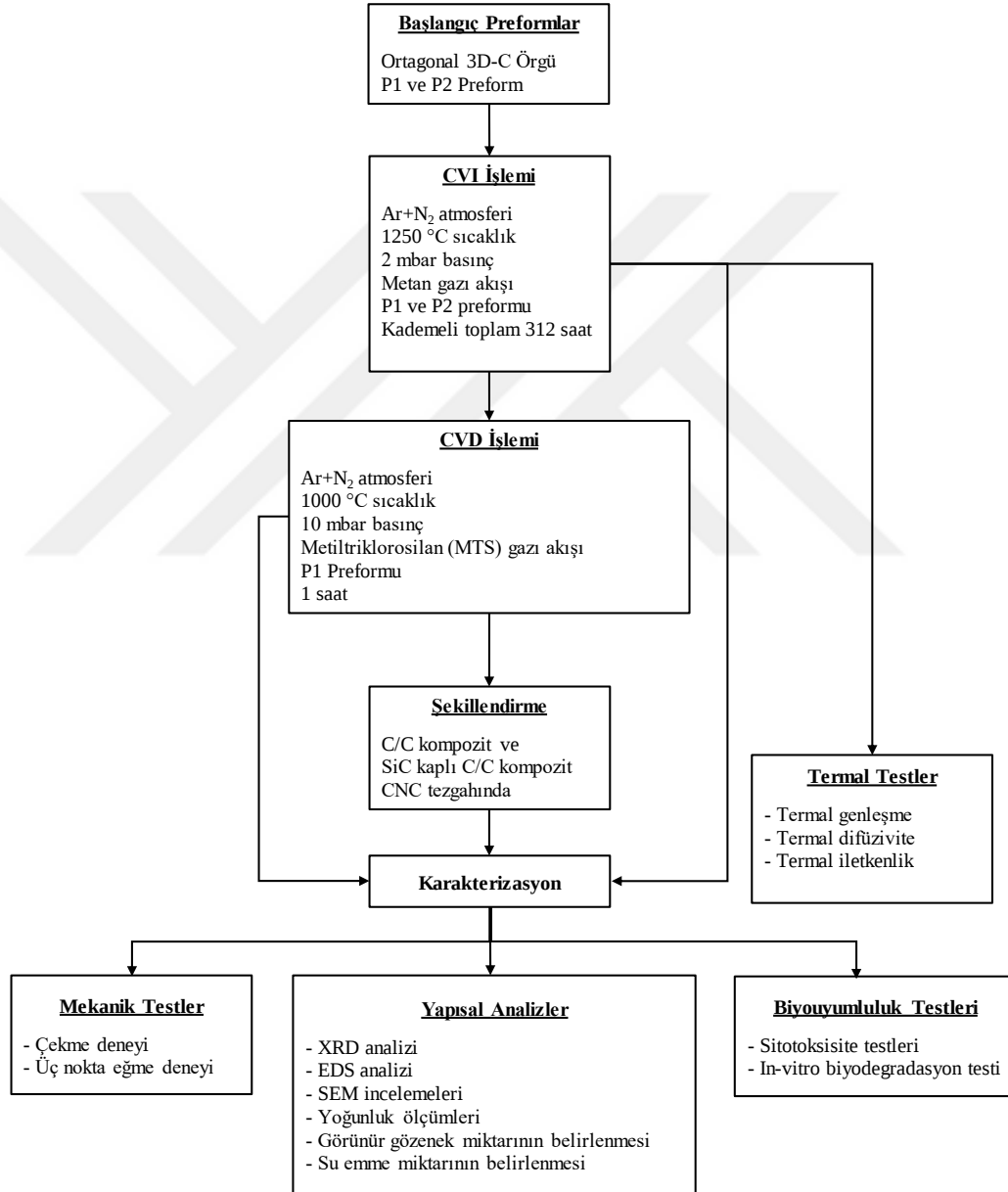
3.2.2. SiC kaplama

CVI prosesiyle yoğunlaştırılmış iki adet P1 ve P2 kodlu numuneler arasında, P1’in ağırlık değişim yüzdesinin fazla olduğu görülmüş ve CVD yöntemiyle SiC kaplama yapılması için P1 numunesi seçilmiştir. Daha sonra P1 preformu karakterizasyon testleri için CNC tezgahında işlenerek test numuneleri hazırlanmıştır. Hazırlanan

numuneler iki gruba ayrılmış olup; P1'den kalan parçaya da yine SiC kaplama yapılmıştır.

CVD kaplama işlemi, Ar+N₂ atmosferinde, 1000 °C sıcaklıkta, 10 mbar basınçta, metiltriklorosilan (MTS) gazı akışında 1 saat süre ile gerçekleştirilmiştir.

Deneysel çalışmalarda takip edilen işlemlerin sırasını gösteren akım şeması Şekil 3.3'de yer almaktadır.



Şekil 3.3. Deneysel çalışmalarda takip edilen işlem sırasını gösteren akım şeması

3.3. Karakterizasyon Çalışmaları

3.3.1. XRD analizleri

Hazırlanan numunelerin XRD paternleri, Cu-K α ($\lambda=1,54056 \text{ \AA}$) radyasyonu ile çalışan PANalytical X'Pert PRO MPD model X-Işını Difraktometre cihazı kullanılarak 45 Kv, 40 Ma, 2-70° 2 θ tarama aralığında 10 dk çekim süresi ile elde edilmiştir.

3.3.2. Taramalı elektron mikroskobu (SEM-EDS) incelemeleri

Tel erozyon ile kesilerek hazırlanan numunelerin mikroyapıları JEOL-JSM 6510 LV marka taramalı elektron mikroskobu ile incelenmiş ve SEM-EDS analizleri yapılmıştır.

3.3.3. Yoğunluk ölçümleri

Kaplamalı ve kaplamasız numunelerin yoğunlukları, Arşimed yöntemi, piknometre yoğunluk ölçüm yöntemi ve bulk yoğunluk ölçüm yöntemi olmak üzere üç farklı yöntem ile belirlenmiştir.

Arşimet Prensibi ile Yoğunluk ölçümü : Etüvde 100 °C'de 2 saat süre ile kurutulan numunelerin kuru ağırlığı tartılıp (W_a), uygun boyutta bir cam beher içerisine askıda kalacak şekilde bakır teller ile asılmış ve numune tümüyle suyun içinde kalacak şekilde beherin yarısına kadar saf su ile doldurulup 5 dakika bekletilmiştir. Sonrasında, beher elektrikli ısıtıcı üzerine yerleştirilmiştir. Suyun kaynamaya başlamasından itibaren 2 saat sonra ısıtıcının elektriği kapatılmış ve bu şekilde 4 saat beklenmiştir. Oda sıcaklığına soğutulmuş numunelerin saf su içerisinde askıdaki ağırlığı (W_b) tespit edilmiştir. Sudan çıkarılan numunelerin yüzeylerindeki fazla su ıslak bezle alınmış ve ağırlıkları (W_c) ölçülmüştür. Yapılan tartımlar neticesinde Denklem 3.1'de verilen formül yardımıyla numunelerin yoğunlukları (d_b) hesaplanmıştır.

$$Yoğunluk (d_b) = \left(\frac{W_a}{W_c - W_b} \right) \times d_s \quad (3.1)$$

Burada; d_s , tartımda kullanılan sıvının (saf su) yoğunluğu olup termometre ile ölçülen sıcaklıktaki yoğunluğu dikkate alınmıştır. Yoğunluk ölçümlerinde her gruptan 3'er numune kullanılmış ve ölçümlerin aritmetik ortalaması alınmıştır.

Piknometre Yöntemiyle Yoğunluk Ölçümü : Bu yöntemle ölçümlerde, Quantachrome Ultrapyc 1200E marka gaz piknometresi kullanılmıştır. Yaklaşık 10x10x10 mm ebatlarında numuneler etüvde yaklaşık 100 °C’de kurutulmuş ve ölçüm işlemleri gerçekleştirilmiştir. Cihaz, daha önceden hacmi bilinen cihazın özel kabının sıfırlanması sonucunda ilave edilen numunelerin hacimsel olarak kapladığı alan ve numunenin ağırlıkları hesaba katılarak hacim farkı prensibine göre çalışmaktadır. Sistemde inert bir gaz olan Helyum kullanılmış ve üçer adet numune üzerinde yapılan ölçümlerin aritmetik ortalaması alınmıştır.

Bulk Yoğunluk Ölçümü : Her gruptan seçilen numunelerin kalibrasyonlu bir kumpas yardımıyla en, boy ve kalınlık ölçüleri belirlenmiş, hassas terazi ile ağırlıkları ölçülmüş ve Denklem 3.2 vasıtasıyla numunelerin yoğunlukları hesaplanmıştır.

$$Yoğunluk (d) = \left(\frac{m}{V}\right) \quad (3.2)$$

3.3.4. Gözenek miktarının tespiti

Yoğunluk ölçümleri sonrası elde edilen verilerden yararlanılarak Denklem 3.3’te verilen formül ile gözenek miktarı yüzde olarak hesaplanmıştır.

$$Gözenek Miktarı (\%) = \left(\frac{W_c - W_a}{W_c - W_b}\right) \times 100 \quad (3.3)$$

3.3.5. Su emme testi

100 °C’de etüvde kurutulup oda sıcaklığına soğutulmuş numunelerin ağırlıkları ölçülmüş (W_k), sonrasında numuneler uygun bir kaba yerleştirilerek tamamı su içerisinde kalacak şekilde saf su ile doldurulmuştur. 24 saat saf su içerisinde bekletilen numunelerin yüzeyleri hafif bir şekilde A4 kâğıdı ile kurulanmış ve ağırlık ölçümleri yapılmıştır (W_d). Ölçümler sonucunda elde edilen veriler kullanılarak Denklem 3.4 vasıtasıyla numunelerin su emme miktarları yüzde olarak hesaplanmıştır. Su emme testinde 3’er numune kullanılmış ve değerlerin aritmetik ortalaması alınmıştır [23].

$$Su Emme Miktarı (\%) = \left(\frac{W_d - W_k}{W_k}\right) \times 100 \quad (3.4)$$

3.3.6. Spesifik ısı, termal difüzivite ve termal iletkenlik katsayısının belirlenmesi

Yapılan kaplama kalınlığı çok ince olduğundan ve sonuçları çok değiştireceği düşünülmendiğinden termal testler sadece CVI prosesi ile elde edilen P1 numunesinden alınan örneklerle uygulanmıştır.

Spesifik Isı Değerlerinin Belirlenmesi : P1 numunesinden alınan örneğin spesifik ısı değerleri (C_p), METTLER TOLEDO marka bir diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) cihazı kullanılarak azot atmosferinde 5 °C/dk ısıtma hızıyla 500 °C'ye kadar olan sıcaklıklar için belirlenmiştir.

Termal Difüzivite Değerlerinin Belirlenmesi : P1 numunesinden alınan örneğin termal difüzivitesi ASTM E1461 standardına uygun olarak inert atmosferde, Lazer Flaş yöntemiyle çalışan Netcsch marka LFA447 model cihazda ölçülmüştür. 100 °C sıcaklık aralığıyla 500 °C'ye kadar yapılan ölçümler sonrası, termal difüzivite katsayısı, ısı kapasitesi (C_p) ve Arşimet metoduyla ölçülen yoğunluk değerleri kullanılarak numunenin termal iletkenlik değerleri belirlenmiştir.

Numunelerin termal iletkenlik katsayısı Denklem 3.5'te verilen formül yardımıyla hesaplanmıştır.

$$k = \alpha \times \rho \times C_p \quad (3.5)$$

Burada;

k : Termal iletkenlik (W/m.K)

α : Termal difüzivite (m²/s)

ρ : Yoğunluk (kg/m³)

C_p : Spesifik ısı (J/(kg.K))

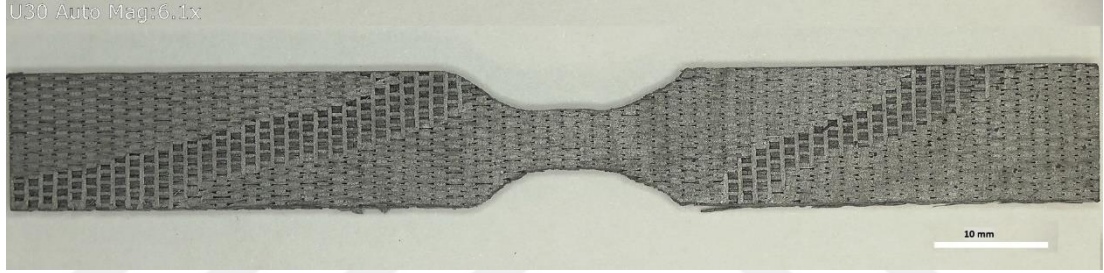
3.3.7. Termal genleşme katsayısının belirlenmesi

Malzemenin termal genleşme davranışının tespiti için Netzsch DIL 402C marka dilatometre cihazı kullanılmıştır. Cihaz; alümina esaslı malzemedan yapılan numune tutucu tüp, itici çubuk ve yapışmayı engelleyici pullardan oluşmuştur. Cihazdan kaynaklanan genleşme ve büzüşmelerin elimine edilmesi amacıyla, numunelerin ölçümleri ile aynı koşullarda düzeltme çekimleri yapılmıştır. Kesici disk yardımıyla

şekillendirilen numuneler 5x5x25 mm ölçülerine zımparalanarak getirilmiştir. Analiz, 1 °C/dk'lık ısıtma rejimi ile azot atmosferinde 1000 °C sıcaklığa çıkılarak yapılmıştır.

3.3.8. Çekme deneyi

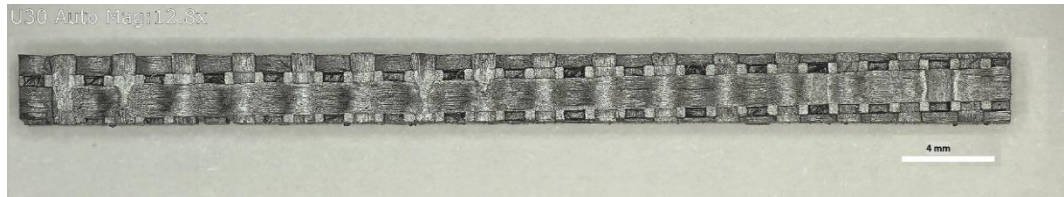
4 mm kalınlığında CNC torna ile hazırlanmış kaplamalı ve kaplamasız numunelerin çekme deneyi ASTM C1275 standartlarına uygun olarak, ZWICK Z250 Universal çekme cihazında 30 kN yük hücresi kullanılarak, mekanik çenelerde gerçekleştirilmiştir. Oda sıcaklığında, 2 mm/dk test hızında, üçer numuneye uygulanan deneylerin sonuçları aritmetik ortalamaları hesaplanarak verilmiştir. Uzama miktarı için ilk ölçü boyu L_0 : 10 mm, extansometre (uzama ölçer) kullanılarak alınmıştır. Çekme deneyi için hazırlanmış numunelere örnek bir makro görüntü Şekil 3.4'te yer almaktadır.



Şekil 3.4. Çekme deneyi için hazırlanmış numunelere örnek bir makro görüntü

3.3.9. Üç nokta eğme deneyi

4x3x40 mm ebatlarında CNC torna ile hazırlanan 3'er adet kaplamalı ve kaplamasız numunelerin eğme deneyleri ASTM C1161 standartlarına uygun olarak, ZWICK Z250 Universal çekme cihazında 5 kN yük hücresi kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Oda sıcaklığında yapılan deneylerde test hızı 1 mm/dk olup, mesnetler arası mesafe 30 mm ve mesnetlerin çapları 10 mm'dir. Test sonuçları deneylerin aritmetik ortalaması alınarak verilmiştir. Şekil 3.5'de üç nokta eğme deneyi için hazırlanmış numunelere örnek bir makro görüntü sunulmuştur.



Şekil 3.5. Üç nokta eğme deneyi için hazırlanmış numunelere örnek bir makro görüntü

3.3.10. Sitotoksosite testi

In vitro sitotoksosite verilerinin değerlendirilebilmesi için hücre modeli olarak American Type Culture Collection'dan (ATCC) temin edilen L929 fare fibroblast hücreleri kullanılmıştır. Bu hücreler, hacimce % 1 penisilin, hacimce %1 streptomisin ve hacimce %10 fetal sıgır serumu (FBS) ile desteklenen DMEM (Dulbecco's modified Eagle medium) ortamında kültürlenmiştir. Kültür ortamı her 2–3 günde bir yenilenmiş ve hücreler %5 CO₂ ortam şartlarında 37 °C'de inkübe edilmiştir [43]. Sitotoksik gelişim için MTT tahlili (3-[4,5-dimetiltiyazol-2-il]-2,5 difenil tetrazolyum bromür) kullanılmıştır. L929 fare fibroblast hücreleri, üretilen kaplamalı ve kaplamasız numunelerin maruz kaldığı büyüme ortamında bulunan 96 bölmeli bir plakaya ekilmiş ve daha sonra %5 CO₂ ortam şartlarında, 37 °C sıcaklıkta, 24 ve 48 saat süreyle inkübe edilmiştir [44]. MTT analizleri, inkübasyon periyodunun ardından, her bir bölmeye 10 µL MTT reaktifi eklenerek %5 CO₂ ortam şartlarında, 37 °C'de, 3 saatlik inkübasyonla gerçekleştirilmiştir. Absorbans değerleri Thermo Scientific Multiskan FC Mikroplaka Fotometre okuyucusu (Thermo Scientific, ABD) kullanılarak 570 nm'de ölçülmüştür. Hücre canlılığı, %100 olarak ayarlanan kontrol testine göre yüzde olarak hesaplanmıştır [45]. Tüm deneyler dört kez (n=4) tekrarlanmıştır.

Kültür ortamına maruz kalmanın ortaya çıkardığı değişiklikleri veya tepkileri değerlendirebilmek için, 24 saat boyunca hücre kültürü ortamına maruz bırakılan hücrelerin fiziksel özellikleri ve yapısı, 20X büyütme ile inverted mikroskop (Carl Zeiss™ Axio Vert.A1 Inverted Microscope, Fisher Scientific U.K.) altında incelenmiş ve analiz edilmiştir. Inverted mikroskop, hücrelerin ayrıntılı görselleştirilmesine ve incelenmesine olanak tanıyarak, inkübasyon süresinin ardından şekilleri, boyutları ve genel görünümleri hakkında bilgi sağlamaktadır.

3.3.11. In-vitro biyodegradasyon analizi

Biyomedikal uygulamalarda kullanılan hidrojel, biyokompozitler ve biyobozunur implant malzemeler, biyoyumluluğunu veya biyobozunurluğunu değerlendirmek için, sıklıkla in-vitro biyodegradasyon testine tabii tutulur. Dolayısıyla, kaplanmış ve kaplanmamış numunelere de biyodegradasyon deneyi uygulanmıştır. Her numune, parçalara bölünerek ağırlıkları 0,0001 g hassasiyette elektronik bir terazi ile tartılmıştır. Sonrasında, numuneler 37 °C'de 1, 3, 5, 7, 14 ve 21 gün boyunca ağırlıkça

%0,9 izotonik sodyum klorür çözeltisi (NaCl, I.V. İnfüzyon) içerisinde bekletilmiştir [46-49]. Her süre sonunda numuneler, hazırlanan çözeltiden çıkarılıp destile su ile yıkanmış, 30 dakika boyunca ultrasonik olarak temizlenip kurutulmuş ve tekrar ağırlıkları ölçülmüştür. Her inkübasyon periyodunda yeni çözelti kullanılmış ve deney her malzemeden 3'er numuneye uygulanmıştır. Ağırlık kaybı, inkübasyon süresi öncesi ve sonrası kaydedilen ağırlık farkına göre hesaplanmış [50], verilerin aritmetik ortalamaları alınmıştır. Biyodegradasyon oranı Denklem 3.6 kullanılarak hesaplanmıştır:

$$\text{Biyodegradasyon Oranı (\%)} = \frac{w_0 - w_s}{w_0} \times 100 \quad (3.6)$$

Burada; w_0 ve w_s sırasıyla numunelerin inkübasyon öncesi ve sonrası ağırlıklarıdır.

Biyoyumluluk testleri için hazırlanmış silindirik numunelere örnek bir makro görüntü Şekil 3.6'da görülmektedir.



Şekil 3.6. Biyoyumluluk testleri için hazırlanmış silindirik numunelere örnek bir makro görüntü



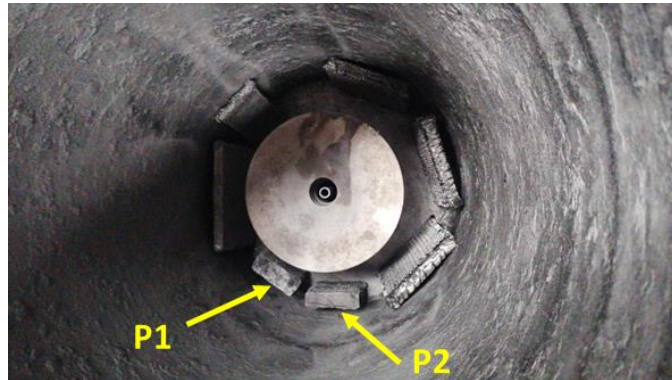
4. BULGULAR VE TARTIŞMA

CVI yöntemiyle üretilen karbon-karbon kompozitlerin yoğunluğunun, PIP yöntemiyle üretilen C/C kompozitlere kıyasla genellikle daha yüksek olduğu bilinmektedir. C/C kompozitlerin yoğunluğun yüksek olması mekanik özelliklerinin de daha iyi olmasını sağlayacaktır [19]. Ayrıca karbon-karbon kompozit CVI yöntemiyle üretildiğinde oluşan karbon matris pirolitik karbon olacağından biyouyumluluk özelliklerinin de daha iyi olması beklenir [22].

CVD cihazı, uzun sürelerde ve yüksek gaz akışları (12'li gaz manifoldları) ile çalışma olanağı sunduğundan, büyük ve karmaşık şekilli preformların daha yoğun biçimde yoğunlaştırılması için ideal bir cihazdır. Bütün bu özellikler dikkate alınarak bu çalışmada, yoğunlaştırma işleminde CVD/CVI yönteminin kullanımı tercih edilmiştir.

4.1. CVD/CVI Prosesi Sonuçları

İlk olarak P1 ve P2 kodlu preformlar, başlangıç ağırlıkları hassas terazide ölçülerek CVD cihazının haznesine Şekil 4.1'de görüldüğü gibi yerleştirilmiştir. Bir saatlik sizing giderme işleminin ardından, yeniden ağırlıklar ölçülmüş ve bundan sonraki hesaplamalarda başlangıç ağırlığı olarak kabul edilmiştir. Toplamda altı (6) adet CVI süreci uygulanmış ve süreçlerin toplam uzunluğu 312 saat olarak gerçekleştirilmiştir.



Şekil 4.1. CVD cihazına yerleştirilmiş P1 ve P2 kodlu karbon kumaşların CVI işlem sonrası cihaz içerisindeki görselleri

Her sürecin sonunda CVD cihazı açılarak numuneler çıkarılıp, pirolitik karbon matris birikimi ile gerçekleşen ağırlık artışları not edilmiştir. Gerçekleştirilen süreçler ve ağırlık değişimleri Tablo 4.1’de verilmiştir.

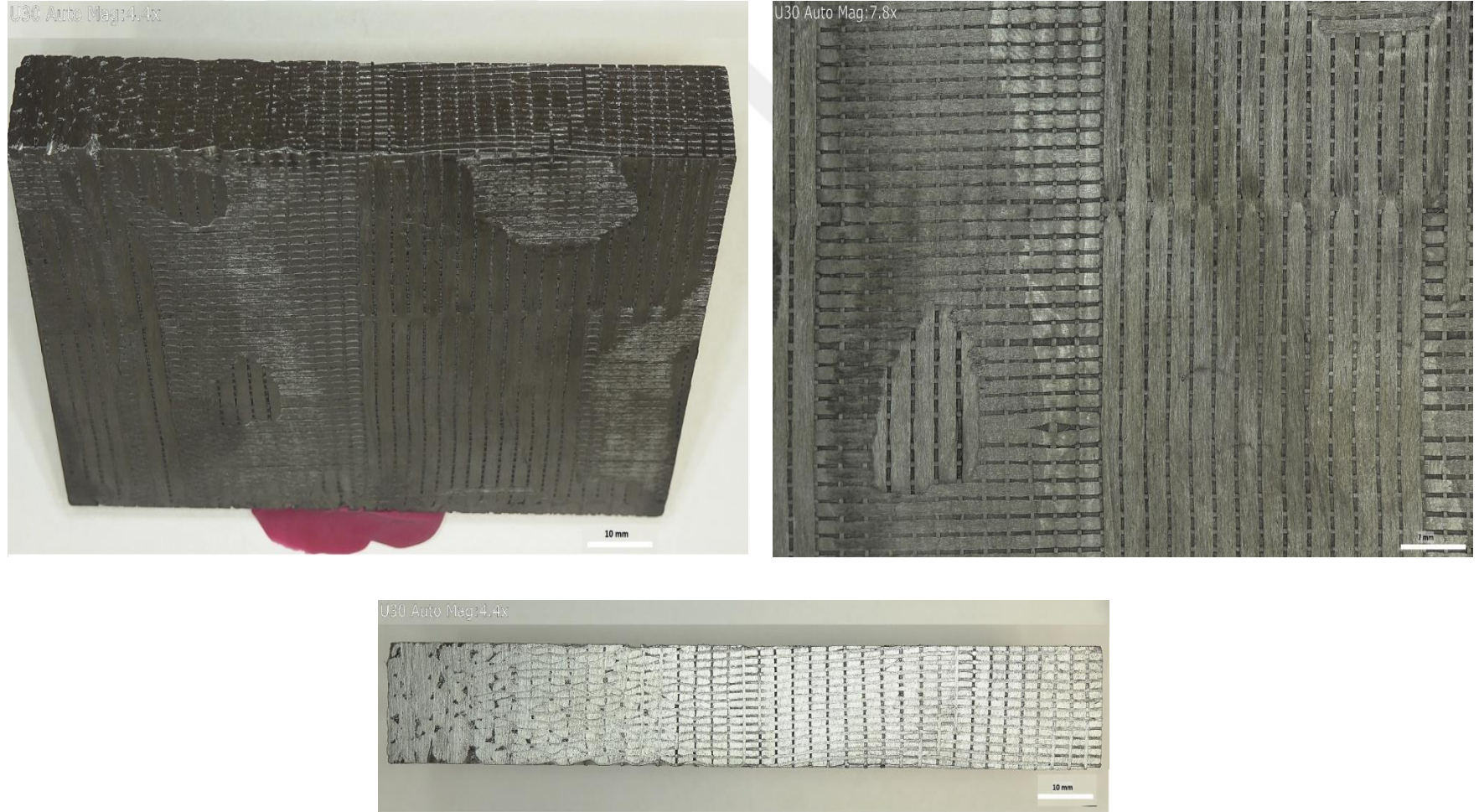
Üretilen P1 ve P2 kodlu C/C kompozit malzemelerde yapılan ağırlık ölçümleri sonrası P1’in ağırlık değişimi %77, P2’nin ağırlık değişimi ise %42 olarak belirlenmiştir (Tablo 4.1). P1 numunesinde daha yüksek ağırlık verimine ulaşıldığı için bundan sonraki çalışmalarda P1 numunesinin kullanımı tercih edilmiştir. Oluşan bu fark P1 numunesinin kalınlığının P2 numunesine göre daha az olmasından kaynaklanmaktadır. Kalınlık azaldıkça CVI verimi artmıştır.

CVI prosesinde, karbon preforma metan gazının infiltrasyon mesafesine bağlı olarak biriken pirolitik karbon miktarının artması sonucu gözenek ve kanallar dolmakta ve boşluklar git gide azalmaktadır. Böylelikle belirli bir kalınlığın üzerine çıkıldığında iç bölgeler yeterince infiltre olamamaktadır. Bu da kalınlığın artması ile yoğunluğun düşmesine sebep olmaktadır [18, 8].

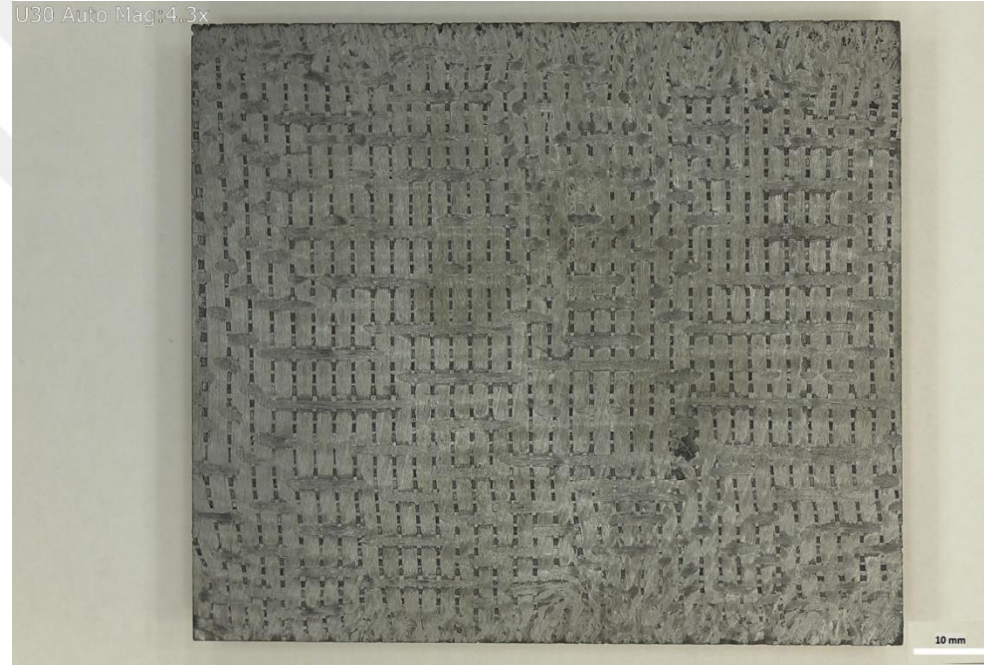
Şekil 4.2-3’de CVD sonrası sırasıyla elde edilen P1 ve P2 kodlu C/C kompozitlerin makro görüntüleri yer almaktadır. P1 numunesinde daha yüksek ağırlık verimine ulaşıldığı için bundan sonraki çalışmalarda P1 numunesinin kullanılacağı yukarıda belirtilmişti. Dolayısıyla, seramik SiC yüzey ile pirolitik karbon yüzeyinin toksisite açısından farkını gözlemlemek için P1 numunesinin bir kısmı SiC ile kaplanmıştır.

Tablo 4.1. CVI süreçleri ve numunelerdeki ağırlık değişimleri

Süreç / Süreç No	CVI Proses Süresi (Saat)	P1		P2	
		Ağırlık (gr)	Ağırlık Değişimi (%)	Ağırlık (gr)	Ağırlık Değişimi (%)
Başlangıç	-	198,5	-	317,4	-
Sizing Giderme Sonrası Başlangıç*	-	191,5	-	311,7	-
1	48	243,5	27	364,7	19
2	72	290,9	52	423,1	36
Saçakların Alınması**	-	288,5	-	411,6	-
Başlangıç (Revizyon – 1)*	-	189,9	-	303,2	-
3	24	298,8	57	418,7	38
4	72	320,1	69	432	42
Tıraşlama***	-	305,3	-	380	-
Başlangıç (Revizyon – 2)***	-	182,7	-	274,2	-
5	48	319,7	75	388,6	42
6	48	324,1	77	390	42
Tıraşlama****	-	144,7	-	206,5	-
NOT					
Sizing Giderme*	:	Ham elyafların üzerinde bulunan polimerik kaplamanın uzaklaştırılması sonrası ölçülen ağırlık değerleri hesaplamalarda başlangıç ağırlığı olarak alınmıştır.			
Saçakların Alınması**	:	CVI verimini arttırabilmek için numune üzerindeki saçakların makasla kesilmesi. Ağırlıkta oransal azalma başlangıç ağırlığına uygulanarak revize başlangıç ağırlığı bulunmuştur.			
Tıraşlama***	:	Kenarlardan freze ile kesim yapılarak düzgün prizmatik yapı elde edilmiştir. Ağırlıkta oransal azalma başlangıç ağırlığına uygulanarak revize başlangıç ağırlığı bulunmuştur.			
Tıraşlama****	:	Numunelere freze ile kesim yaparak son halinin verilmesi.			

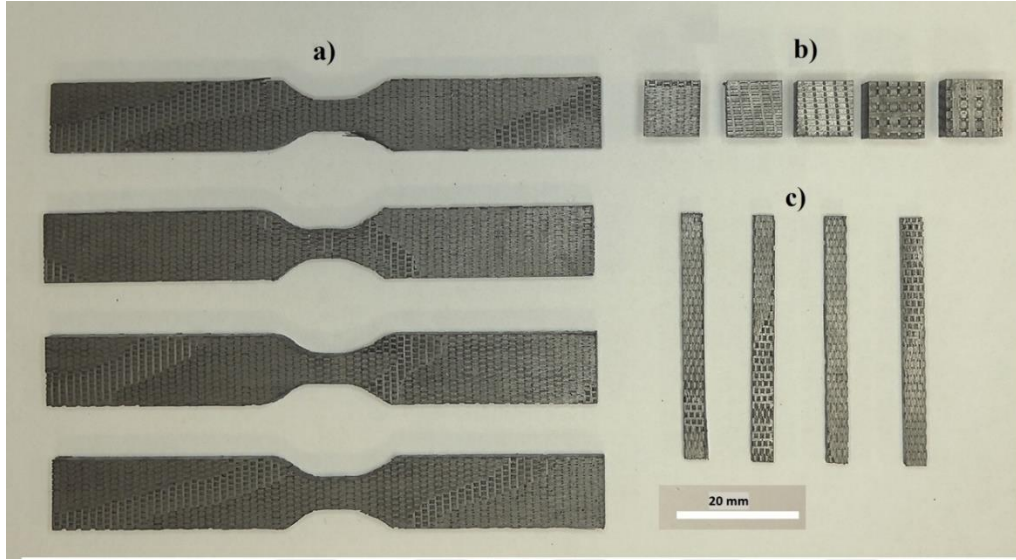


Şekil 4.2. CVD sonrası P1 kodlu C/C kompozit numunesinin makro görüntüleri



Şekil 4.3. CVD sonrası P2 kodlu C/C kompozit numunesinin makro görüntüleri

Kaplamasız ve SiC kaplamalı C/C kompozitlerin biyouyumluluk, yapısal, mekanik ve termal özelliklerini karakterize edebilmek için, üretim sonrası elde edilen preformlar CNC ve tel erozyon tezgâhlarında şekillendirip test numunelerine dönüştürülmüştür. Test numunelerinin makro görüntüleri Şekil 4.4’de yer almaktadır.

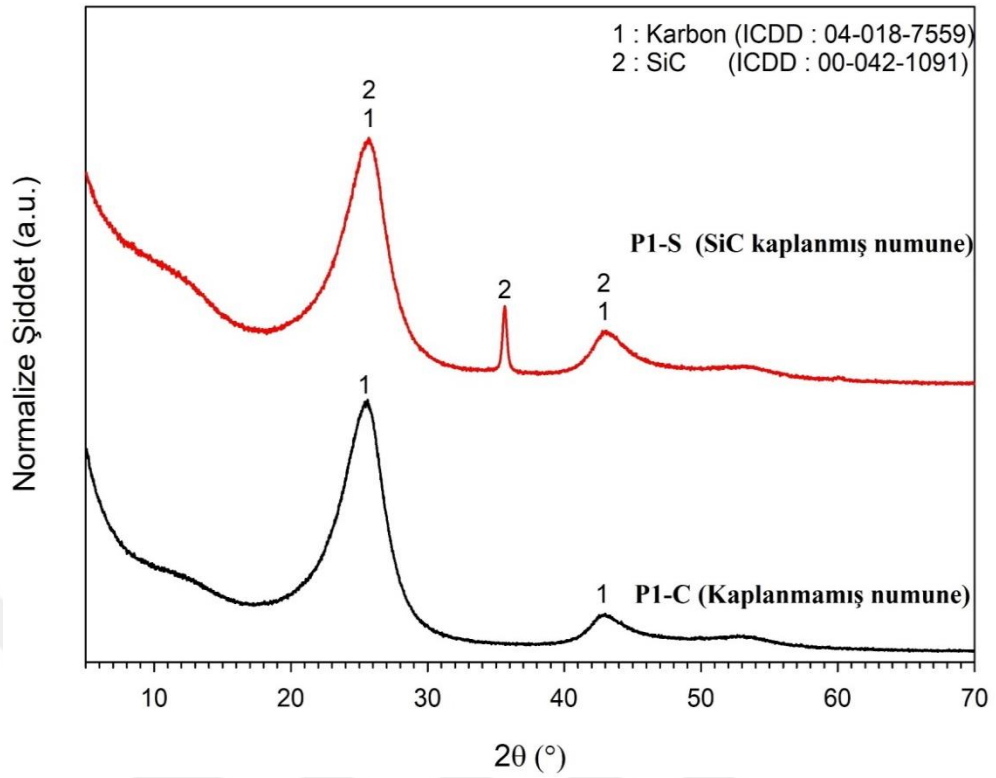


Şekil 4.4. CVD/CVI sonrası hazırlanan test numunelerine örnek makro görüntüler, a) çekme deneyi, b) yoğunluk analizi ve c) üç nokta eğme deneyi numuneleri

4.2. Yapısal Karakterizasyon

4.2.1. XRD analiz sonuçları

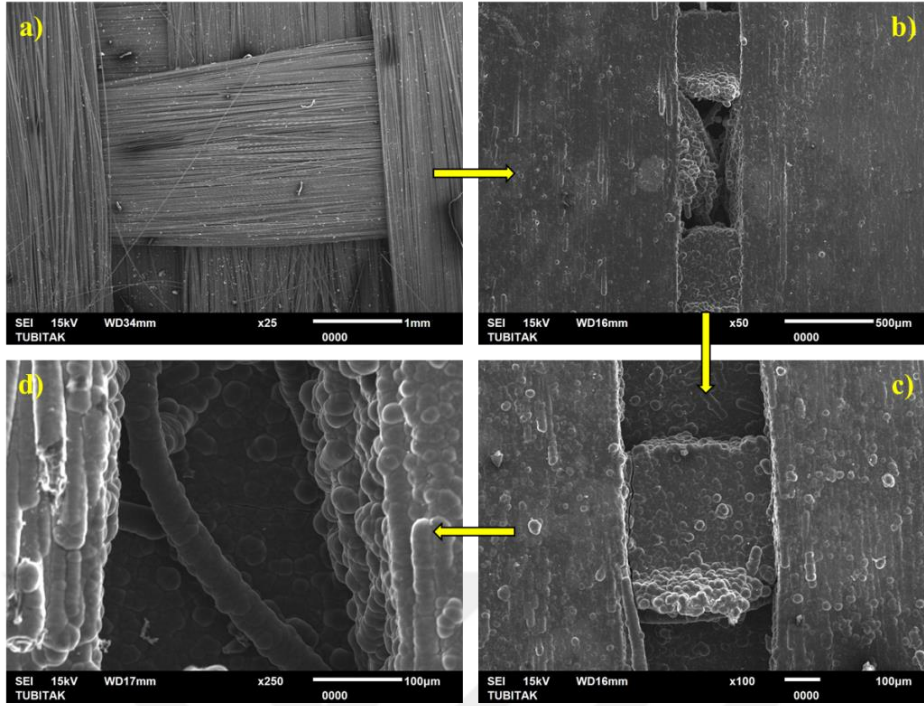
CVI işlemi sonrası CVD yöntemiyle kaplama yapılan ve kaplanmamış haldeki numunelerde fazları tespit etmek amacıyla XRD analizi yapılmış ve elde edilen paternler Şekil 4.5’te sunulmuştur. P1-S (kaplamalı) ve P1-C (kaplamasız) numunelerin yüzeylerinden yapılan analiz sonuçlarına göre P1-S numunesinde SiC pikinin varlığı SiC oluşumunu göstermekte ve bu da kaplamanın başarılı bir şekilde yapıldığını ifade etmektedir.



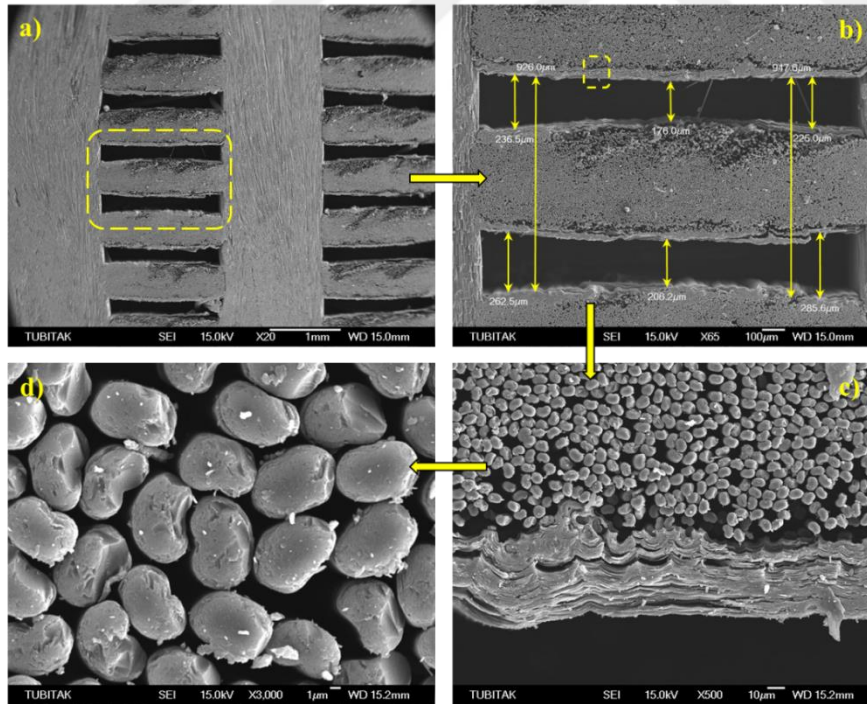
Şekil 4.4. CVI sonrası kaplamalı ve kaplamasız numunelerin XRD paternleri

4.2.2. SEM ve EDS analiz sonuçları

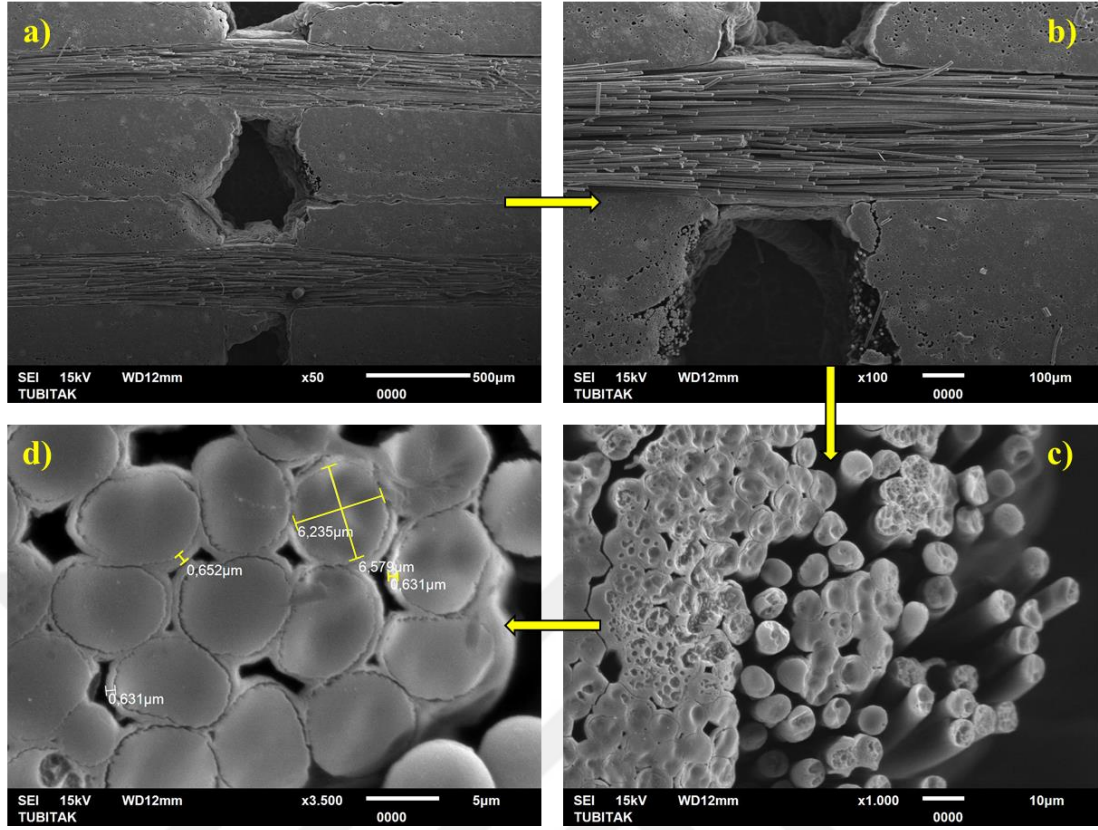
CVI sonrası yani kaplamasız numuneler SEM ile detaylı bir şekilde incelenmiş ve elde edilen görüntüler Şekil 4.6-8’de verilmiştir. Alınan görüntülerde; kesitlerdeki elyaflar, X-Y-Z elyaf demetleri, her bir karbon fiber lifleri ve ortagonal örgü dokusundan kaynaklı makro gözenekler gözlemlenmiştir. CVI pirolitik karbon birikiminin, hem elyaf demetleri üzerinde hem de tek bir fiberin üzerinde oluşmuş olduğu gözlemlenmiştir. Fiberlerin ortalama çapları 5-6 μm , fiberlerin üzerinde oluşan pirolitik karbon birikimi ortalama 0,6 μm ve preformların Y eksenindeki makro boşluklarının ortalama boyutu ise 230 μm olarak ölçülmüştür.



Şekil 4.6. Kaplamasız numunenin, a) X-Y eksenlerindeki elyaf demetleri, b) X eksenindeki elyaf demetleri, c) Y eksenindeki elyaf demetleri, d) elyaflar üzerindeki pirolitik karbon biriktirmelerinin SEM mikrografları

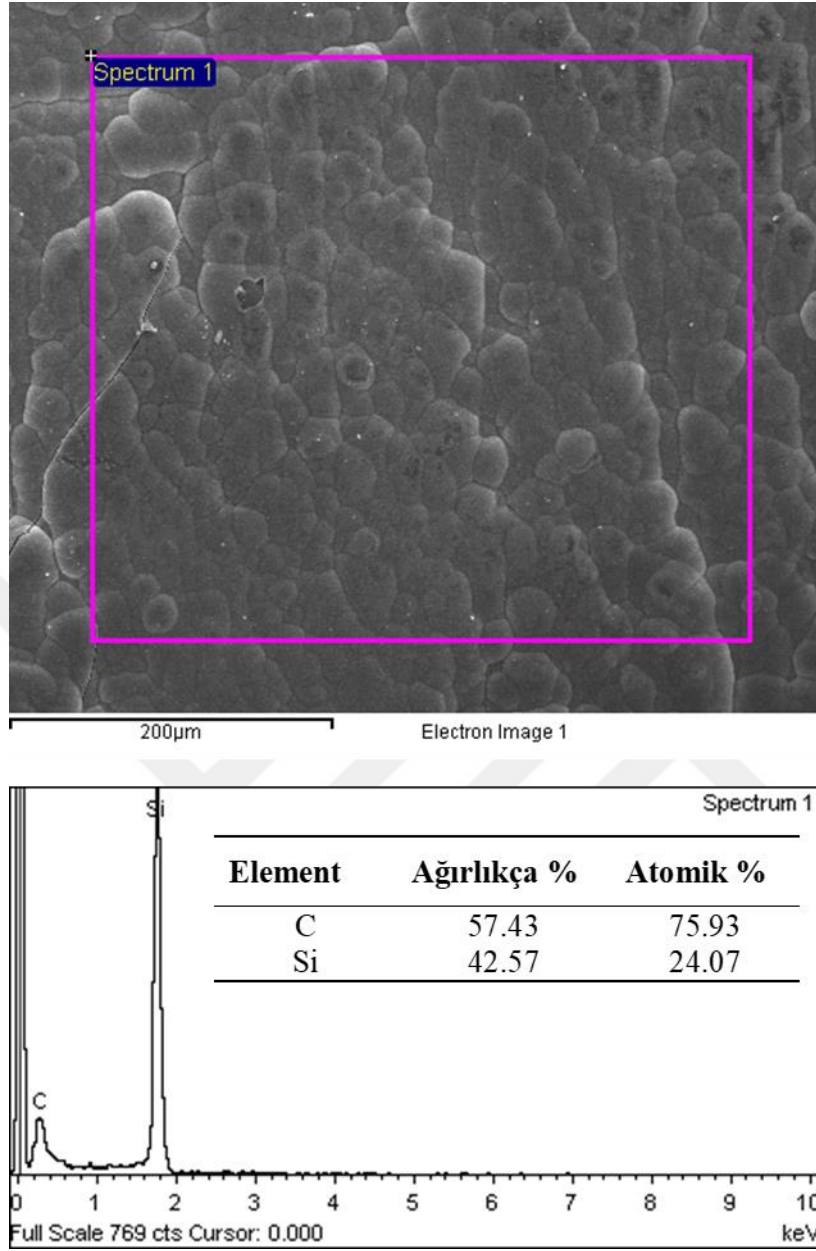


Şekil 4.5. Kaplamasız numunenin, a) Z-Y eksenlerindeki elyaf demetleri kesiti, b) Y eksenindeki elyaf demeti kesiti, c) Y eksenindeki karbon fiberler, d) Y eksenindeki karbon fiberlerin büyütülmüş SEM mikrografları

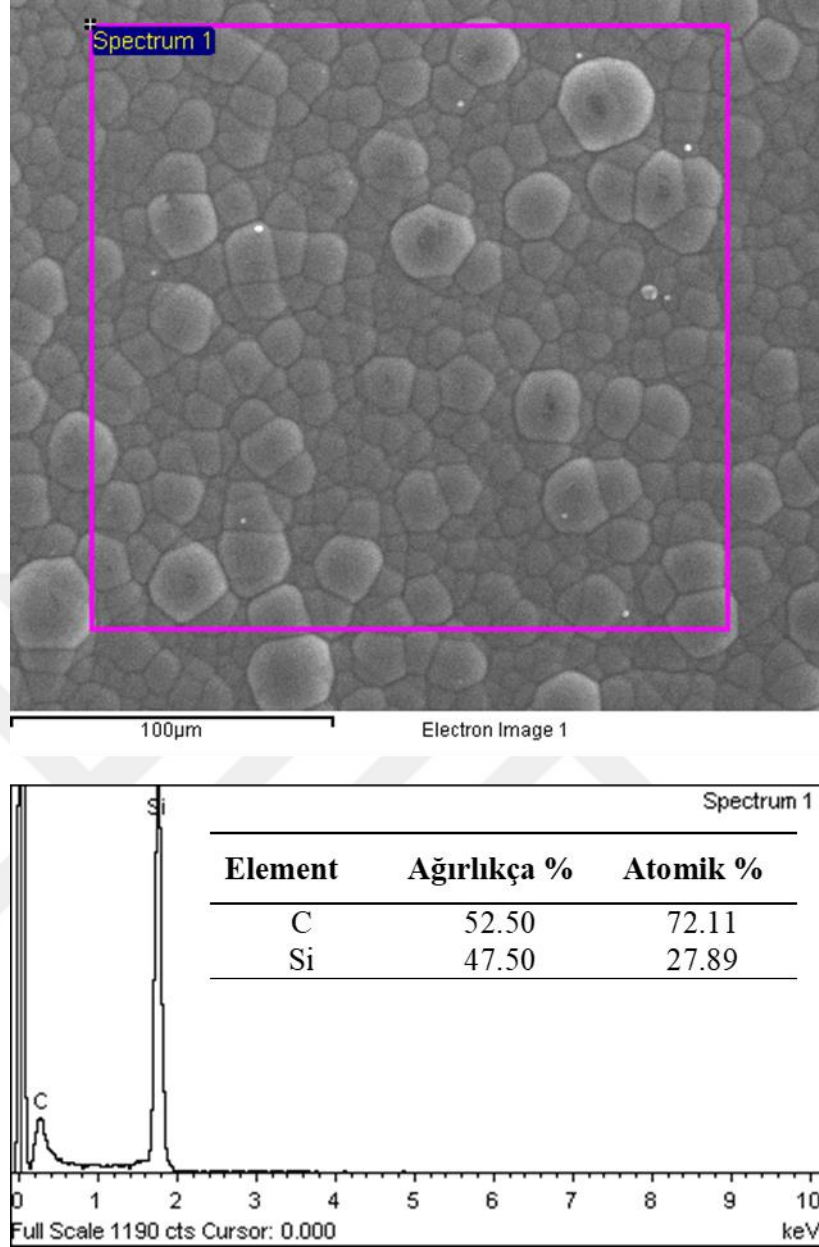


Şekil 4.8. Kaplamasız numunenin a) Y eksenindeki elyaf demetleri, b) Y eksenindeki elyaf demetlerinin büyütülmüş hali, c) Y eksenindeki karbon fiberlerin kesiti, d) Y eksenindeki karbon fiberlerin ve pirolitik karbon katmanının SEM mikrografları

Şekil 4.9 ve Şekil 4.10’da CVI sonrası CVD yöntemiyle kaplama yapılmış numunenin üst ve yan yüzeylerinden alınmış EDS analiz sonuçları yer almaktadır. Görüldüğü gibi kaplanmış numunenin % atomik oranı yaklaşık %72-75 karbon, %24-27 silisyum atomlarından oluşmaktadır. Si ve C elementlerinin yaklaşık ağırlıkça % oranı ise sırasıyla %42-47, %52-57 arasında değişmektedir. Böylece, yapılan EDS analizi ile SiC kaplamanın başarılı bir şekilde gerçekleştiği ispatlanmakta ve EDS analizleri XRD analizini desteklemektedir.

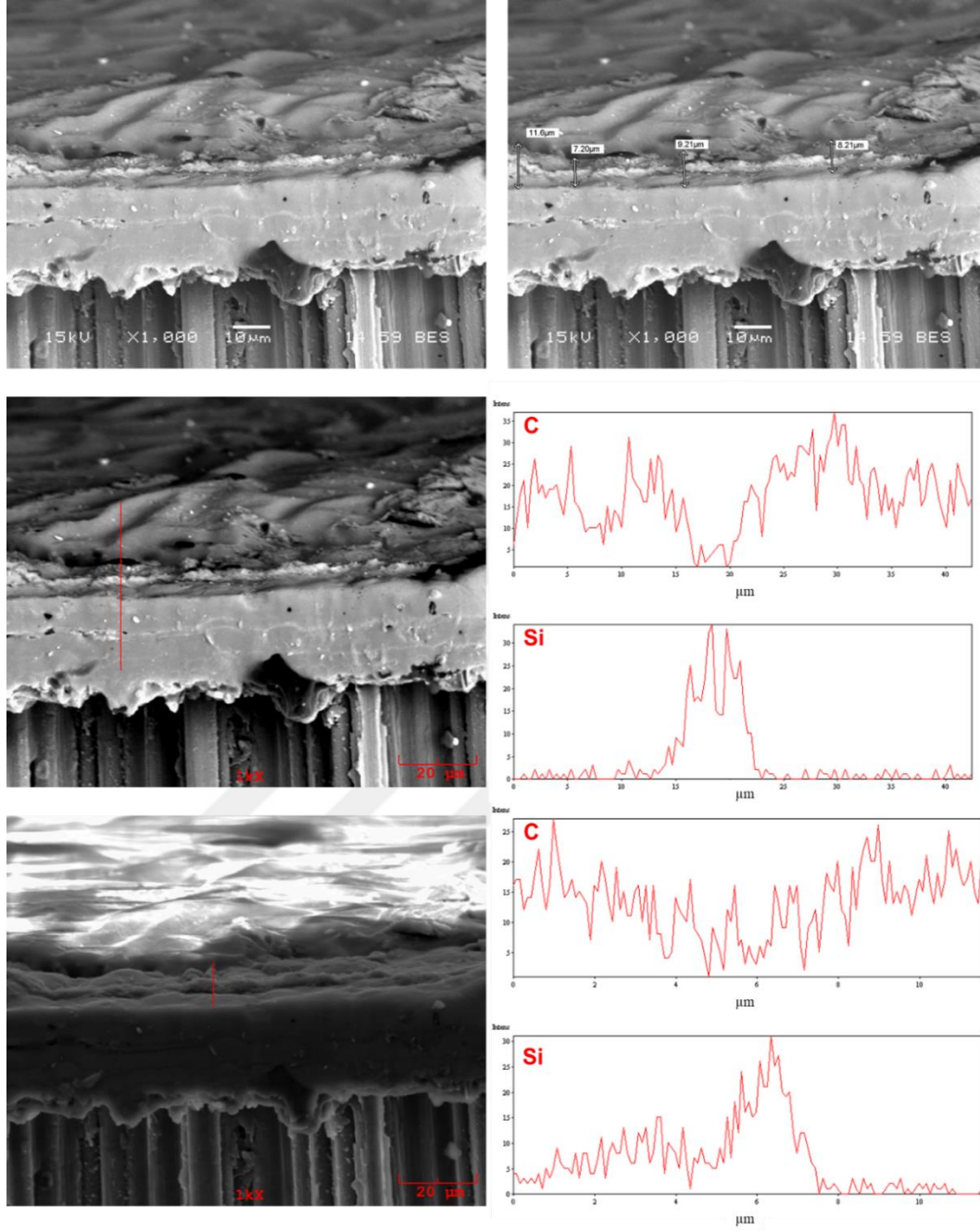


Şekil 4.9. CVI sonrası SiC kaplanmış numunenin yan yüzeyinin SEM görüntüsü ve EDS analizi



Şekil 4.10. CVI sonrası SiC kaplanmış numunenin üst yüzeyinin SEM görüntüsü ve EDS analizi

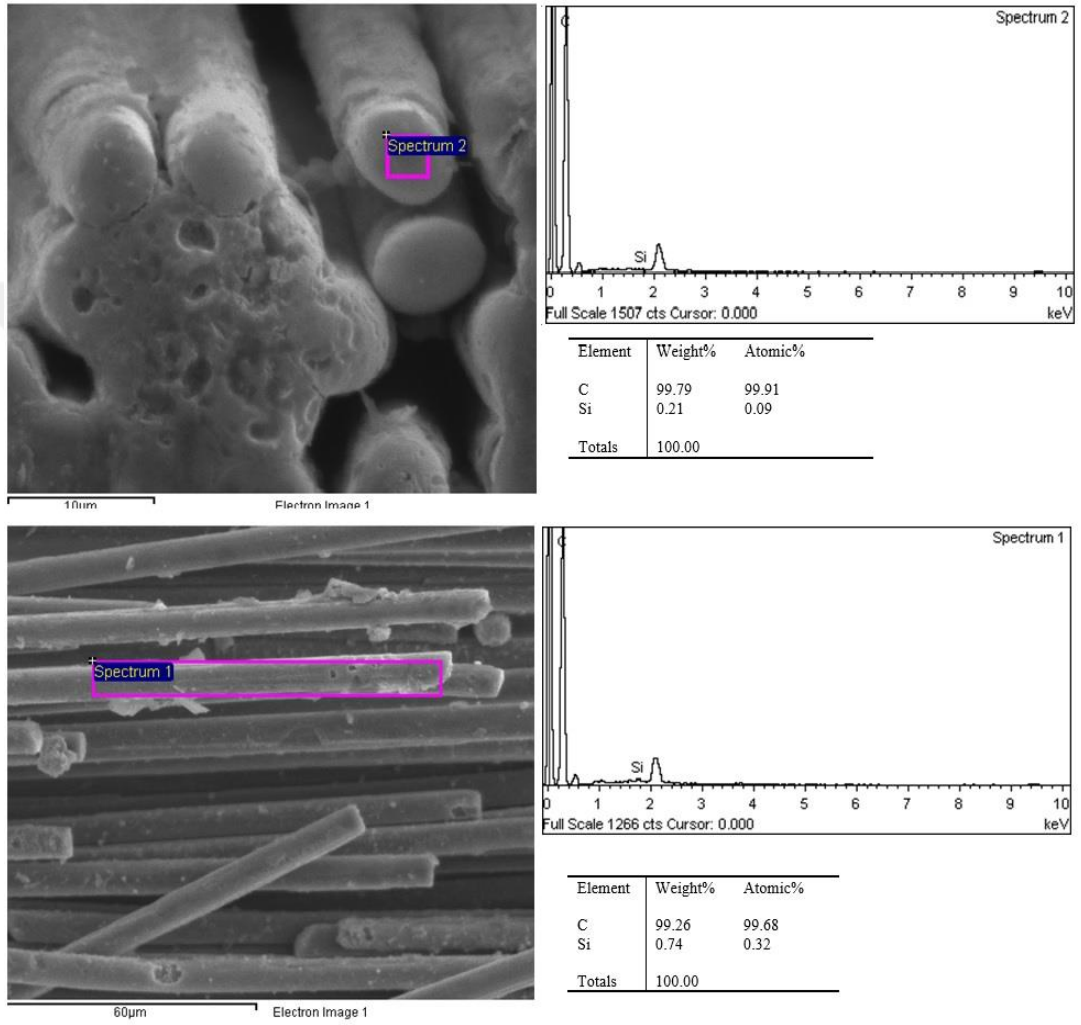
Aynı zamanda CVI sonrası CVD ile kaplanmış numunenin 90 ° dik olarak enine kesiti de incelenmiş ve elde edilen SEM görüntüleri Şekil 4.11’de sunulmuştur. SEM incelemeleri sonucu malzeme yüzeyinde oluşan SiC kaplamanın kalınlığının homojen olmadığı ve yaklaşık 2-10 μm arasında değiştiği görülmüştür. Bunun sebebinin kaplama öncesi malzeme yüzeyinin pürüzlü olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.



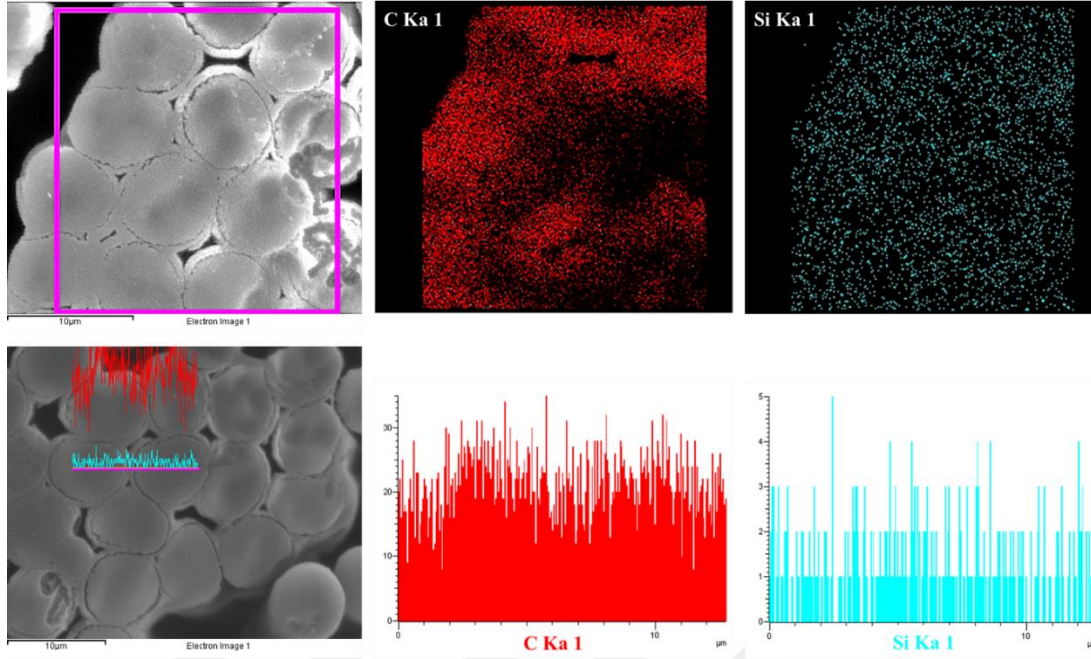
Şekil 4.11. CVI sonrası SiC kaplamalı numunenin enine kesitinin SEM mikrofrafı ve çizgisel analizi

SiC kaplamalı numunenin iç kesiti de incelenmiş ve elde edilen sonuçlar Şekil 4.12’de sunulmuştur. Bir fiber yüzeyinden alınan EDS analizi atomik olarak % 0.32 oranında az da olsa silisyum varlığını ortaya çıkarmıştır. CVD yöntemiyle malzemenin yüzeylerine SiC kaplandığı için preformun iç kısımlarındaki Si varlığı, beklendiği üzere yüzey kesite kıyasla daha düşük olacaktır. Şekil 13’de ise yine kaplamalı numuneden alınan elementel map ve çizgisel analiz sonuçları görülmektedir. Sonuçlar,

malzemede oluşturulmaya çalışılan matrisin atomik olarak %99.8'inin karbondan oluştuğunu, kaplamadan dolayı yapının içerisine az miktarda silisyum nüfuz ettiğini göstermektedir. Takviye elemanı olarak fiberler, fiberler etrafında oluşan pirolitik karbon ve porozitelerden oluşmuş karbonlu matris, C/C kompozit malzemelerde olması beklenen yapıyla birebir uyumlu örtüşmektedir.



Şekil 4.6. Kaplamalı numunenin kesitinden alınan SEM görüntüleri ve EDS analizi



Element	Ağırlıkça %	Atomik%
C	99.56	99.81
Si	0.44	0.19

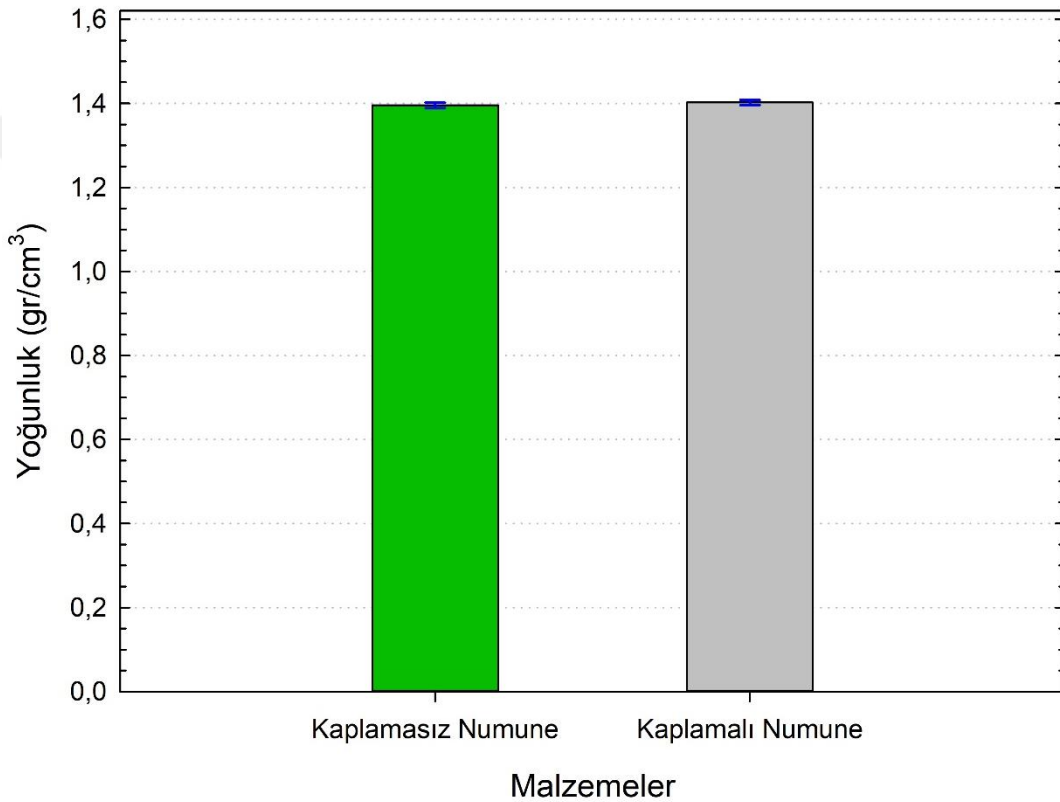
Şekil 4.7. SiC kaplı C/C kompozit numunesinin iç kesitinden alınan elementel map ve çizgisel analiz

4.2.3. Yoğunluk

Karbon fiber liflerin yönelimi, dokuma tipi, uygulanan üretim metodu gibi parametreler C/C kompozitin yoğunluğunu doğrudan etkilemektedir. Örneğin sık dokunmuş liflerle üretilen bir kompozit daha yüksek yoğunluk ve mekanik özellik sağlamaktadır [33]. Farklı metotlarla yapılan yoğunluk ölçümlerinden elde edilen tüm yoğunluk sonuçları Tablo 4.2’de verilmiştir. Kaplamalı ve kaplamasız numunelere uygulanan yoğunluk ölçümlerinde, SiC kaplama kalınlığı 2-10 µm arasındaydı, bu nedenle nihai yoğunluklarda önemli bir fark oluşmadığı ancak az da olsa kaplamalı numunenin daha yoğun olduğu görülmüştür (Şekil 4.14). Arşimed prensibiyle yapılan yoğunluk ölçümlerinde, kaplamasız numunenin yoğunluğu 1.395 gr/cm³, kaplamalı numunelerin yoğunluğu ise 1.402 gr/cm³ olarak bulunmuştur. Bulunan yoğunluk değerlerinin, C/C kompozitler için literatürde verilen aralıklara yakın ve uyumlu olduğu görülmüştür.

Tablo 4.2. Yoğunluk ölçümünde kullanılan metodlar ve numunelerin yoğunluk değerleri

Numuneler	Bulk Yoğunluk (gr/cm ³)	Piknometre Yoğunluğu (gr/cm ³)	Arşimet Yoğunluğu (gr/cm ³)
P1 Preformu	1,37	-	-
P2 Preformu	1,33	-	-
Kaplamasız N.	1,357	1,668	1,395
Kaplamalı N.	1,362	1,677	1,402



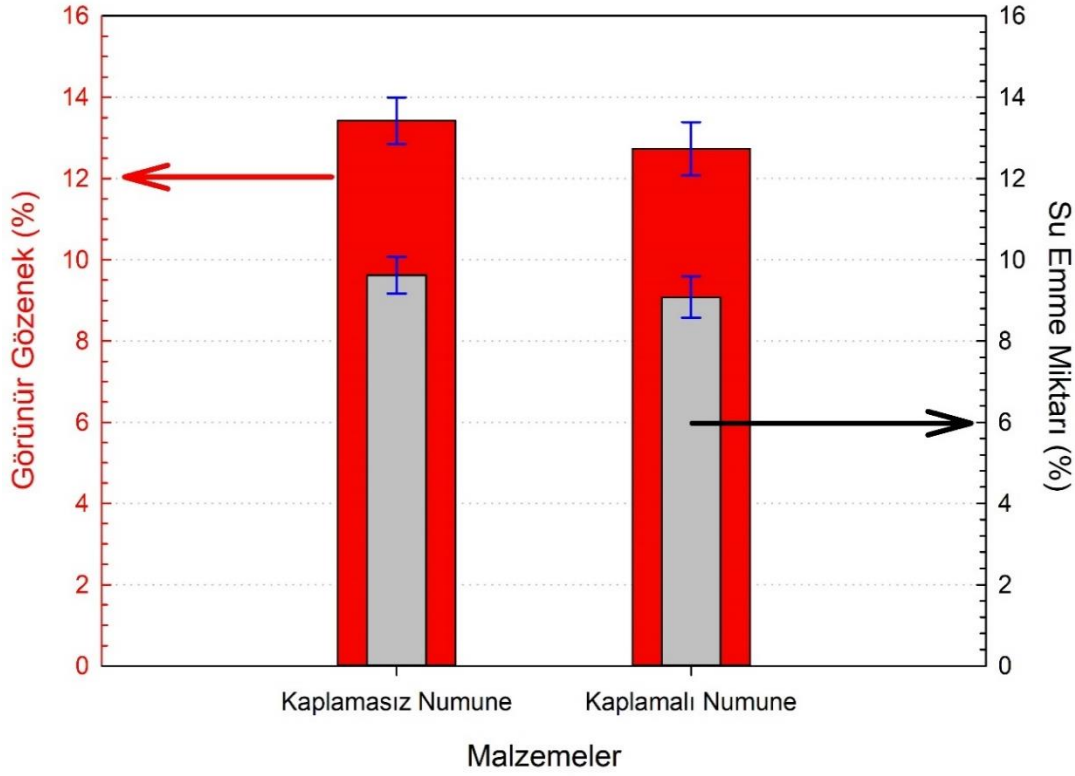
Şekil 4.8. Kaplamalı ve kaplamasız numunelere ait Arşimet yoğunluk grafiği

4.2.4. Görünür gözenek miktarı

Karbon-karbon malzemenin mukavemeti, işleme sırasında boşluk içeriğinin azaltılmasıyla artar. Ancak, kompoziti tamamen yoğunlaştırmak her zaman arzu edilmeyebilir, çünkü küçük ölçekli düzgün gözenekliliğin çatlak tutucular olarak etkili olduğu ve mekanik darbeleri hafifletmede faydalı olabileceği gözlemlenmiştir [46]. Bu çalışmada elde edilen kaplamasız malzemenin ortalama görünür (açık) gözenek miktarı % 13.42, kaplamalı malzemenin ortalama görünür (açık) gözenek miktarı ise % 12.73 olarak belirlenmiştir.

4.2.5. Su emme miktarı

Bu çalışmada, üretilen kaplamasız numunelerin ortalama su emme miktarı % 9.62, kaplamalı numunelerin ise ortalama su emme miktarı % 9.08 tespit edilmiştir. Görünür (açık) gözenek miktarı ve su emme miktarlarına ait sonuçlar grafik olarak Şekil 4.15'te sunulmuştur.

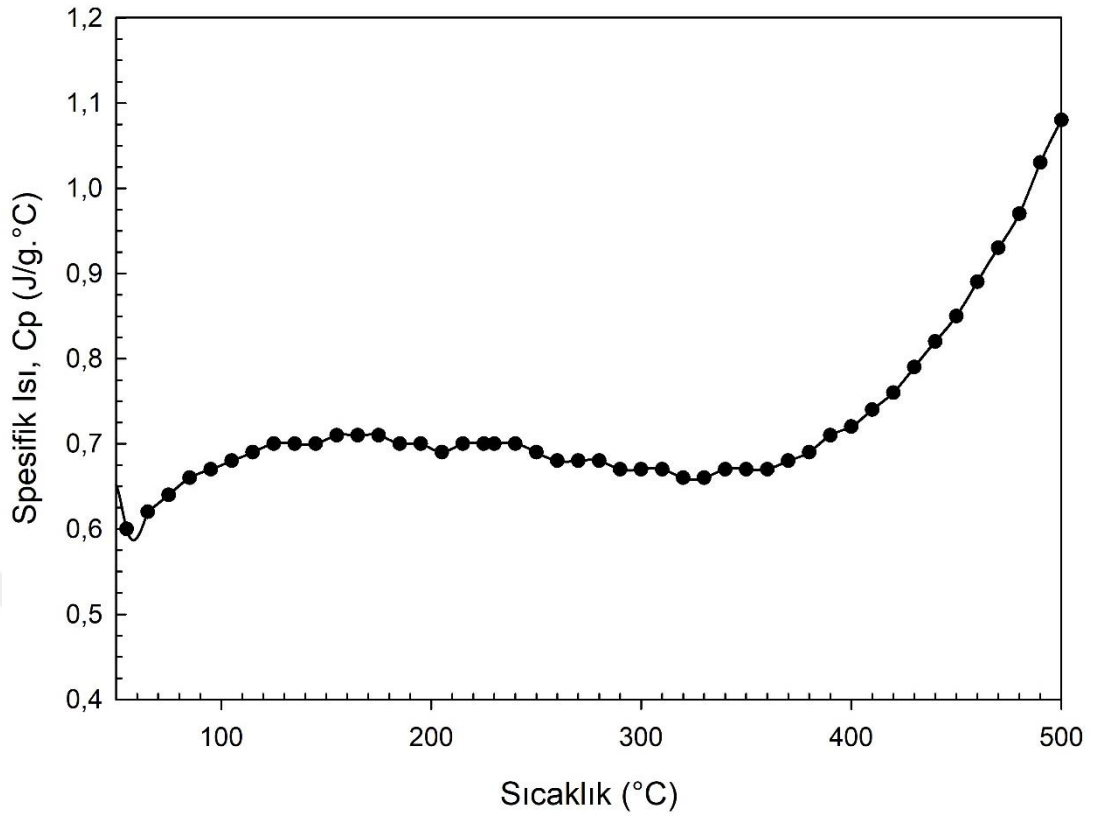


Şekil 4.9. Kaplamasız ve kaplamalı numunelere ait porozite ve su emme miktarı grafiği

4.3. Termal Davranışlar

4.3.1. Spesifik ısı ölçüm sonuçları

Kaplamasız numuneden alınan örneğin spesifik ısı değerleri (C_p), 500 °C'ye kadar olan sıcaklıklar için belirlenmiştir. Verilere göre malzeme 400 °C'ye kadar sabit kalırken sonrasında artış göstermektedir. Malzemenin spesifik ısı kapasite grafiği Şekil 4.16'da görülmektedir.



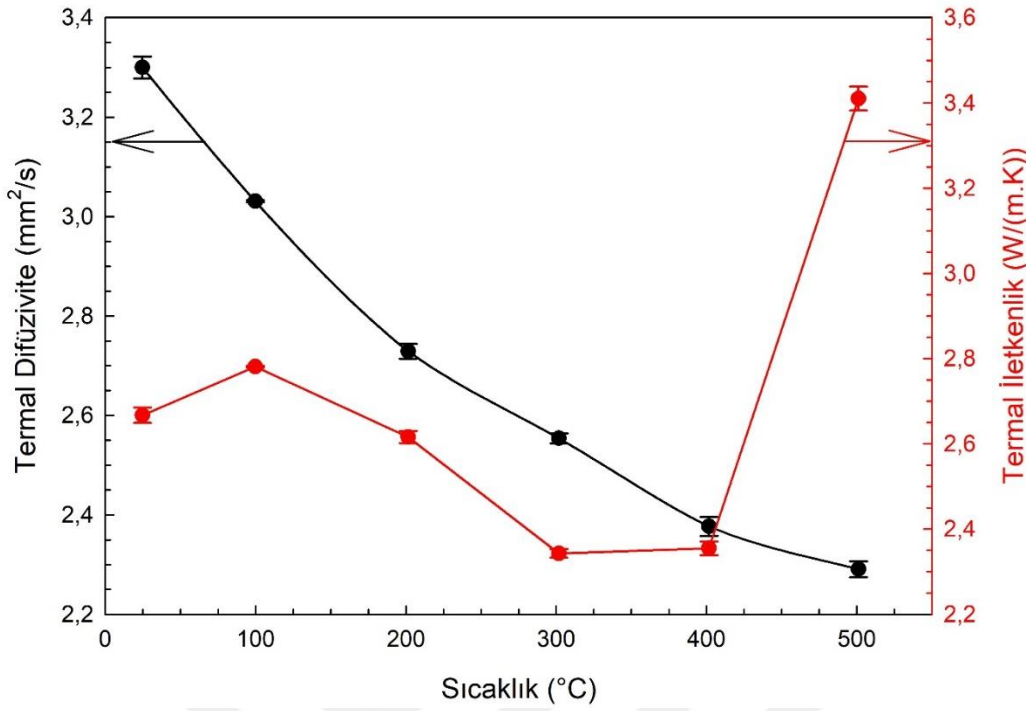
Şekil 4.10. Kaplamasız numunelere ait spesifik ısı grafiği

4.3.2. Termal difüzivite ve termal iletkenlik ölçüm sonuçları

Termal difüzivite katsayısı, ısı kapasitesi (C_p) ve Arşimet metoduyla ölçülen yoğunluk değerleri kullanılarak (Denklem 3.5) numunenin termal iletkenlik değerleri hesaplanmıştır.

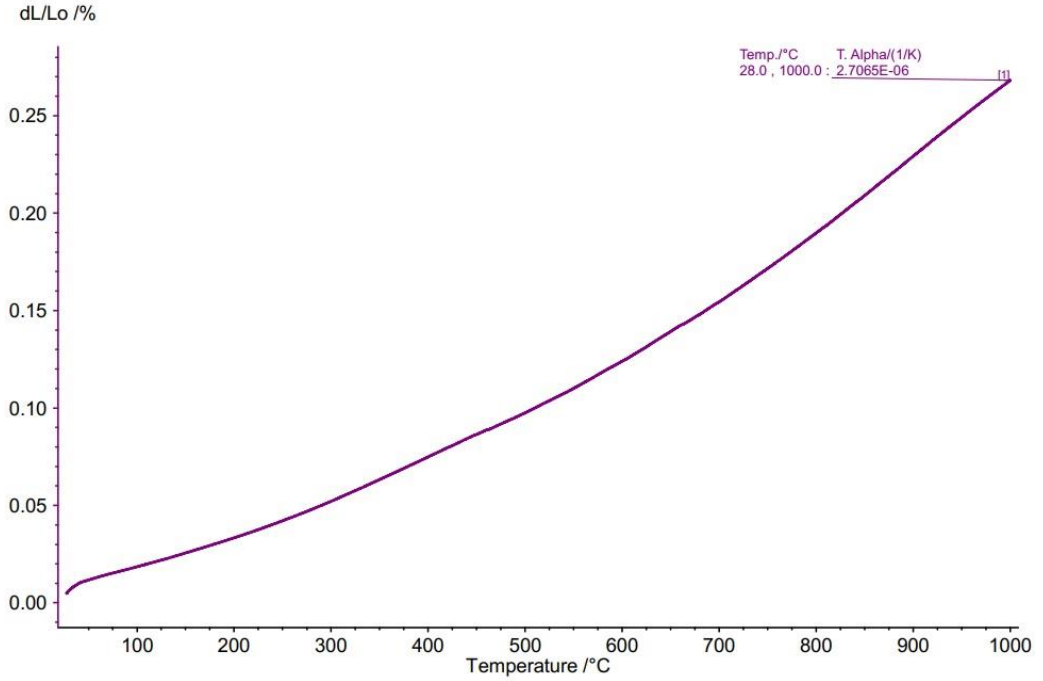
Malzemenin oda sıcaklığındaki termal difüzivitesi yaklaşık $3.3 \text{ mm}^2/\text{s}$ 'den 500°C sıcaklığa gidildikçe lineer düşüş göstermiş ve 500°C 'de $2.3 \text{ mm}^2/\text{s}$ olarak belirlenmiştir. Termal iletkenlik ise oda sıcaklığından 400°C 'ye belirli aralıkta düşüş gösterirken, 400°C 'den sonra ise ısı kapasitesinin artmasıyla ciddi bir artış göstermiş ve 500°C 'deki iletkenliği 3.4 W/mK olarak belirlenmiştir.

Kaplamasız malzemede çeşitli sıcaklıklarda ölçülen termal difüzivite ve hesaplanan termal iletkenlik değerleri değişimi grafik olarak Şekil 4.17'de verilmiştir.



Şekil 4.11. Kaplamasız numuneye ait sıcaklığa bağlı termal difüzyivite ve termal iletkenlik grafiği

Ayrıca kaplamasız malzemenin oda sıcaklığından 1000 °C'ye kadar yapılan dilatometre testlerinde termal genleşme katsayısı $2,70 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ olarak belirlenmiştir. Şekil 4.18'de malzemenin 1000 °C'ye kadar olan termal genleşme grafiği görülmektedir.



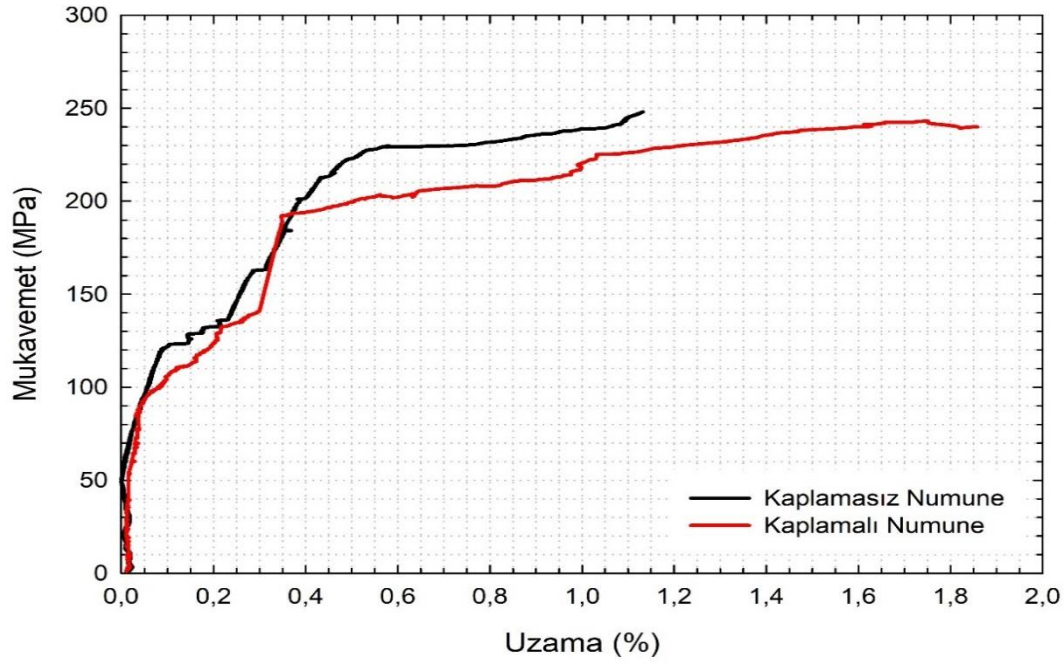
Şekil 4.12. Kaplamasız numuneye ait termal genleşme grafiği

4.4. Mekanik Özellikler

4.4.1. Çekme testi

4 mm kalınlığında olacak şekilde CNC torna ile hazırlanmış çekme numunelerine uygulanan çekme testi sonrası elde edilen mukavemet-uzama eğrilerinden bir örnek Şekil 4.19’da verilmiştir. Kaplamasız numunelerin ortalama çekme mukavemeti 252.5 MPa, kaplamalı numunelerin ise ortalama çekme mukavemeti 230.4 MPa olarak belirlenmiştir. Numunelere ait çekme testi sonuçları Tablo 4.3’te özetlenmiştir.

Kaplamasız ve kaplamalı numunelere uygulanan çekme testleri sonuçlarına göre, CVD ile SiC kaplama sonucu malzemelerin içyapısında herhangi bir değişim olmadığından, numunelerin çekme, elastik modülü ve uzama değerlerinde beklendiği üzere kayda değer büyük bir fark oluşmamıştır.



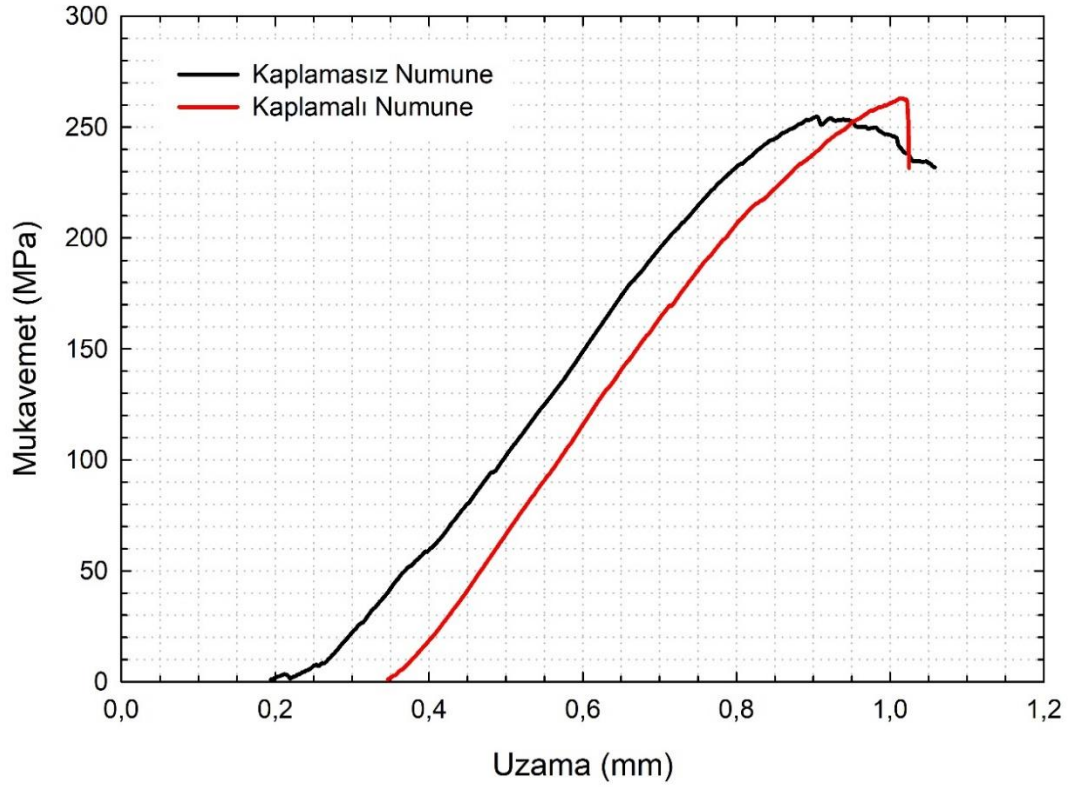
Şekil 4.13. Kaplamasız ve kaplamalı numunelere ait örnek bir çekme deneyi grafiği

Tablo 4.3. Kaplamasız ve kaplamalı numunelerin çekme deneyi sonuçları

ÇEKME DENEYİ SONUÇLARI									
	Çekme Mukavemeti (MPa)			Elastisite Modülü (GPa)			Uzama (%)		
Kaplamasız N.	252,5	±	6,20	56,879	±	4,05	0,82	±	0,01
Kaplalı N.	230,4	±	18,10	39,043	±	5,20	1,13	±	0,32

4.4.2. Üç Nokta Eğme testi

Çekme deneyinde olduğu gibi yine 4 mm kalınlıkta, CNC torna ile hazırlanmış numunelere uygulanan üç nokta eğme testi sonrası elde edilen mukavemet-uzama eğrilerinden bir örnek Şekil 4.20’de sunulmuştur. Kaplamasız numunelerin maksimum eğme mukavemeti 236.6 MPa, kaplamalı numunelerin maksimum eğme mukavemeti ise 267.55 MPa olarak tespit edilmiştir. Kaplamalı ve kaplamasız numunelerde yapılan üç nokta eğme testleri sonuçlarına göre, malzemelerin içyapısında herhangi bir değişim olmadığı ancak malzemelerin yüzeyindeki SiC kaplamadan dolayı maksimum mukavemet değerlerinde bir miktar fark olduğu görülmüştür. Uygulanan üç nokta eğme testi sonrası elde edilen sonuçlar Tablo 4.4’te verilmiştir.



Şekil 4.14. Kaplamasız ve kaplamalı numunelere ait örnek bir üç nokta eğme deneyi grafiği

Tablo 4.4. Kaplamasız ve kaplamalı numunelerin eğme deneyi sonuçları

ÜÇ NOKTA EĞME DENEYİ SONUÇLARI						
	Eğme Mukavemeti (MPa)		Elastisite Modülü (GPa)		Uzama (mm)	
Kaplamasız N.	236,6	± 25,74	20,318	± 3,39	0,8	± 0,26
Kaplamalı N.	267,55	± 6,43	23,328	± 0,91	0,7	± 0,12

Yapılan bu çalışmada kaplamasız numunelere ait elde edilen mekanik özellikler ve yoğunluk değerlerini, literatürde yer alan C/C kompozitlerin değerleriyle kıyaslayabilmek için Tablo 4.5 hazırlanmıştır. Görüldüğü gibi çalışmalarımızdan elde ettiğimiz sonuçlar literatür ile uyum sağlamaktadır.

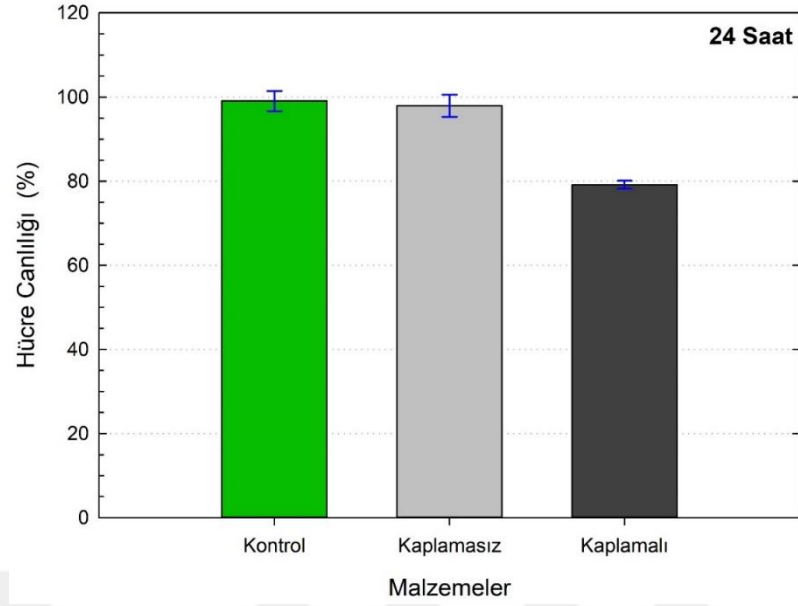
Tablo 4.5. Farklı literatür çalışmalarında ve bu tez çalışmasında kaplamasız numuneden elde edilen yoğunluk ve mekanik özelliklerin karşılaştırılması

Yoğunluk (gr/cm ³)	Çekme Mukavemeti (MPa)	Eğme Mukavemeti (MPa)	Çekme E-Modülü (GPa)	Referans
1,70 – 1,84	165 - 270	303	110	[20]
1,52	150 (1300 °C)	96 (x-y) – 148 (z)	30 (1300 °C)	[32]
1,40	252	236	56	Bu çalışma

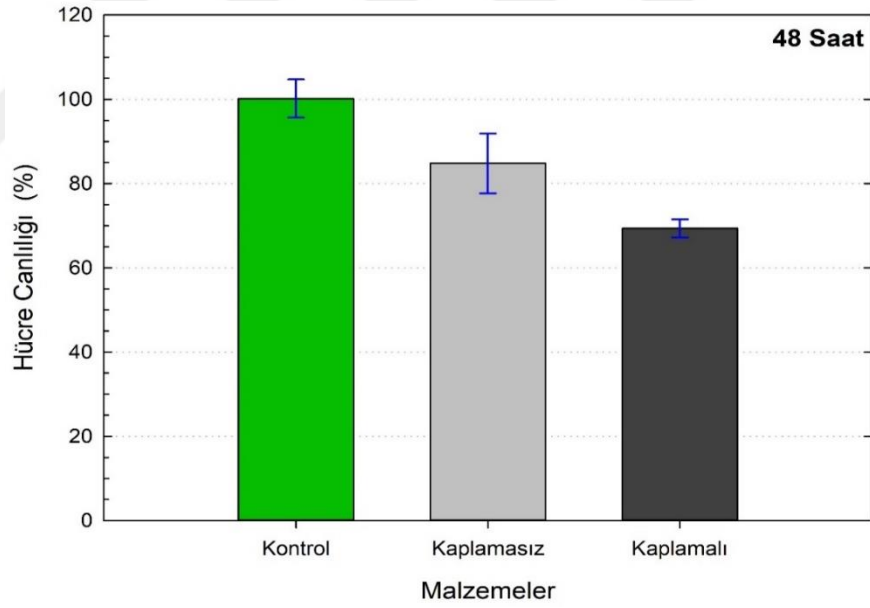
4.5. Biyouyumluluk Özellikleri

4.5.1. Stotoksisite analizi

Kaplamasız ve kaplamalı numunelerin, hacimce % 1 penisilin, %1 streptomisin ve %10 fetal sıgır serumu (FBS) ile desteklenen DMEM (Dulbecco's modified Eagle medium) ortamında kültürlen, %5 CO₂ ortam şartlarında, 37 °C sıcaklıkta, 24 ve 48 saat süreyle inkübasyon sonrası MTT tahlili yapılmıştır. Tahliller sonrası, 24 saat hücre kültüründe bekletilen kaplamasız numunelerde hücre canlılığı %97.92±2.63, kaplamalı numunelerde ise %79.16±0.93 olarak tespit edilmiştir. Kaplamalı numunenin hücre canlılık değeri daha düşük olup, iki numune arasında %18.76'lık bir fark bulunmaktadır. Hücre kültürü ortamında 48 saat bekletilen kaplamasız ve kaplamalı numunelerin hücre canlılık oranı ise sırasıyla %84.78±7.11 ve %69.39±2.13'dir. Yine kaplamalı numunede hücre canlılık değeri daha düşük olup, iki numune arasındaki fark %15.39'dur. Görüldüğü gibi, hücre kültür ortamında bekletme süresinin artmasıyla numunelerin her ikisinde de moleküler düzeyde çözünmeler meydana gelmiş ve hücre canlılık değeri her ikisinde de düşmüştür. Kaplamasız numunede süre artışıyla hücre canlılık değeri %13.14 azalırken, kaplamalı numunede ise %9.77 azalmıştır. Ayrıca, sürenin artmasıyla iki numune arasındaki fark da azalmıştır. Böylece, gerek 24 saat, gerekse 48 saat sonrası her iki numunenin de sitotoksit olmadığı tespit edilmiştir. Nitekim, ISO 10993–5 standardı yönergelerine göre biyomalzemelerde hücre canlılığı değerinin %70'i aşması, bu malzemenin sitotoksitite olmadığını gösterir [51, 52]. 24 ve 48 saatlik inkübasyon sonrası hücre canlılığı için MTT tahlil sonuçları grafik olarak Şekil 4.21-22'de sunulmuştur.



Şekil 4.15. 24 saatlik inkübasyon sonrası hücre canlılığı için MTT tahlil sonuçları (Değerler dört bağımsız deneyin (n=4) ortalamasını ve $\pm$ SS'sını temsil eder).

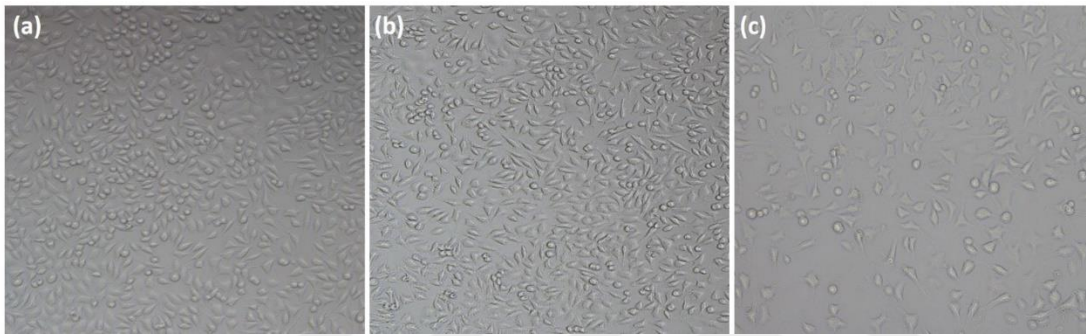


Şekil 4.16. 48 saatlik inkübasyon sonrası hücre canlılığı için MTT tahlil sonuçları (Değerler dört bağımsız deneyin (n=4) ortalamasını ve $\pm$ SS'sını temsil eder).

24 saat sonunda hücre kültürü ortamından alınan örneklerdeki hücre morfolojileri incelenmiş, her iki numunenin de toksit etki göstermediği, fakat kontrol grubuna kıyasla birim alana düşen hücre sayısında düşüş olduğu ve bu düşüşün kaplamalı

numunelerde daha fazla olduğu görülmüştür. Her iki numunede de hücreler, canlı, düzgün morfolojidedir ve deformasyon görülmemektedir.

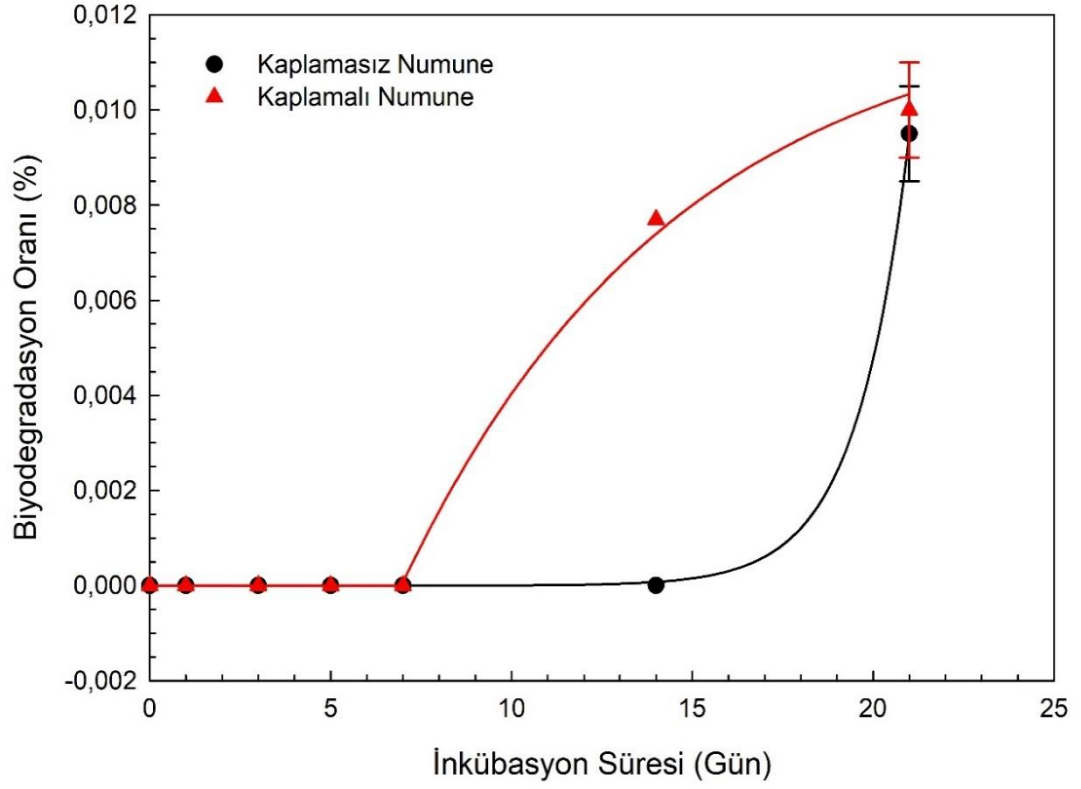
Gerek hücre morfolojileri incelendiğinde, gerekse elde edilen hücre canlılığı sayısal verileri değerlendirildiğinde, her iki numunenin de hücre proliferasyonunu artırıcı yönde etki gösterdiği, en fazla proliferasyonun kaplamasız numunelerde meydana geldiği tespit edilmiştir. Bu durum, kaplamasız numunelerde C^{2+} iyon salınımlarının hücre canlılığına negatif etki etmediği, kaplamalı numunelerde ise C^{2+} ve Si^{4+} iyon salınımlarının hücre proliferasyonunu kısmen düşürdüğü şeklinde yorumlanabilir.



Şekil 4.17. Hücre kültürü ortamında (DMEM) 24 saatlik inkübasyonun ardından malzemelerden elde edilen çözeltiye maruz bırakılan L929 hücrelerinin inverted mikroskop görüntüleri, a) kontrol numunesi, b) kaplamasız numune, c) kaplamalı numune

4.5.2. In-vitro degradasyon testleri

Ağırlıkça %0,9 izotonik sodyum klorür çözeltisi (NaCl, I.V. İnfüzyon) içerisinde, 37 °C'de 1, 3, 5, 7, 14 ve 21 gün bekletilerek gerçekleştirilen in-vitro biyodegradasyon testlerinden elde edilen sonuçlara göre, kaplamasız numuneler 14 gün, kaplamalı numuneler ise 7 gün boyunca stabilitesini korumuş sonraki sürelerde ise çok düşük miktarlarda degradasyona uğramışlardır. 21 günün sonunda kaplamasız ve kaplamalı numunelerde biyodegradasyon oranı sırasıyla %0.0095 ve %0.01 olarak tespit edilmiştir. Elde edilen sonuçlar, her iki malzemenin de implante edilecek bölgede, deforme olmaksızın, uzun süre bütünlüğünü ve kararlılığını koruyarak kullanılabileceğini düşündürmektedir.



Şekil 4.18. Kaplamalı ve kaplamasız numunelerin 21 günlük degradasyon oranı grafiğı

Tüm bulgular, bir sonraki aşamada gerekli hayvan modelleri oluşturularak in-vivo şartlarda incelenerek tekrar değerlendirilecek, biyokimyasal ve histopatolojik olarak biyoyumrluluk karakterizasyonları gerçekleştirilerek desteklenecektir.



5. GENEL SONUÇLAR VE ÖNERİLER

5.1. Genel Sonuçlar

Bu çalışmada, başlangıç olarak karbon fiberlerden örgülü 3D preformların CVD/ CVI yöntemiyle yoğunlaştırılması yapılarak üretilen karbon/karbon kompozitlerin, yapısal, mekanik ve termal özellikleri karakterize edilmiş ve bazı biyouyumluluk özellikleri incelenmiştir. Elde edilen sonuçlar aşağıda özetlenmiştir.

1. CVI yöntemiyle yoğunlaştırılan preformların, hassas terazi tartımları ve yoğunluk analizleri sonucu P1 ve P2 kodlu numunelerde sırasıyla %77 ve %42 ağırlık artışı sağlanmıştır. Ulaşılan nihai yoğunluk değerleri hedeflenen düzeyde gerçekleşmiştir.
2. Kaplamalı ve kaplamasız numunelere uygulanan XRD analiz sonuçları, SiC kaplamanın başarılı bir şekilde yapıldığını göstermiştir. Malzemenin üst ve yan kısımlarına uygulanan XRD analiz paternlerinde silisyum ve karbon pikinin varlığı bunu ispatlamıştır.
3. Yapılan SEM/EDS analizlerinde, yine SiC kaplamanın varlığı ve morfolojisi incelenmiştir. Kaplama yapılan numunenin yüzeyinde kaplamanın oluştuğu doğrulanmış, kesit görüntüleri ile ortalama kaplama kalınlığı belirlenmiştir. Ancak SiC kaplamanın homojen olmadığı gözlemlenmiştir.
4. Üretilen malzemenin yapısında oluşan karbon matris, fiberler ve poroziteler, karbon/karbon kompozitlerden beklenen yapı ile uyumludur.
5. Mekanik ve termal özellikler bakımından geliştirilen bu malzemenin, literatürdeki benzer çalışmalar ile kıyaslandığında, 25-1000 °C arası uygulamalarda kullanılmasının uygun olabileceği düşünülmektedir.
6. Bir biyomalzemedan beklenen mekanik özellikler açısından elde edilen mekanik test verileri, kemik veya sert doku implantı olarak kullanılması için uygun olduğunu göstermiştir.
7. Kaplamasız ve kaplamalı numunelere 24 saat ve 48 saat süreyle uygulanan sitotoksikite testlerinde her iki numunenin de toksik olmadığı, kaplamasız

numunenin ise SiC kaplanmış numuneye göre daha az toksik olduğu gözlemlenmiştir.

8. Biyodegradasyon testi sonucunda ise yine kaplamasız numunenin, kaplamalı numuneye göre daha az degradasyona uğradığı tespit edilmiştir. Her iki malzemenin de implante edilecek bölgede, deforme olmaksızın, uzun süre bütünlüğünü ve kararlılığını koruyarak kullanılabileceği düşünülmektedir.

5.2. Öneriler

Bu konuda çalışmak isteyen araştırmacılara tavsiyeler aşağıda sıralanmıştır;

1. 3D örgü fiberli karbon/karbon kompozitten üretilen malzemenin SiC kaplama yapılmadan, daha uzun sürelerde ve in-vivo şartlarda kapsamlı bir şekilde biyouyumluluğu araştırılabilir.
2. CVD/CVI işleminde farklı basınç, sıcaklık, gaz akış değerleri ve süre parametreleri değiştirilerek biyouyumluluk, mekanik ve termal özellikler üzerindeki etkisi incelenebilir.
3. Farklı kaplama malzemesi kullanarak veya kaplama öncesi malzeme yüzeyinde modifikasyon yapılarak biyouyumluluk özellikleri üzerindeki etkisi araştırılabilir.

KAYNAKÇA

- [1] S.Chand, Carbon Fibers For Composites Review, Journal of Materials Science, 35, 1303-1313- The University of Tennessee, Knoxville, USA, 2000
- [2] W.Krenkel, Ceramic Matrix Composites, Fiber Reinforced Ceramics and Their Applications, Germany, 2008
- [3] N.Şişik, Kompozit Malzemelerin Ağız, Yüz, Çene Cerrahisinde Kullanımı ve Malzeme Uygunluklarının Belirlenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Düzce Üniversitesi, 2016
- [4] V.Pesakova, Z.Klezl, K.Balik, M.Adam, Biomechanical and biological Properties of the implant material Carbon-Carbon Composite Covered With Pyrolytic Carbon, Czech Republic, 2000
- [5] D.M.Lichtman, G.I. Bain, Kienböck's Disease Advances in Diagnosis and Treatment, Springer, Book, ISBN: 978-3-319-34224-5, 2016
- [6] A.Sezgin, Vakum İnfüzyon Yöntemiyle Alümina Nanopartikül Takviyeli Hibrit Kompozit Malzemelerin Üretilmesi ve Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul, Beykent Üniversitesi, 2020
- [7] F.Kebede, Carbon-Carbon Composite Application Areas and Limitations, Review Article, Department of Mechanical and Industrial Engineering, Addis Ababa University Institute of Technology, Journal of Ergonomics, 2021
- [8] J.D.Buckley, Carbon-Carbon Materials and Composites, Noyes Publications, USA, Book, 1993
- [9] Z.Tan, X.Zhang, J.Ruan, J.Liao, F.yu, L.Xia, B.Wang, Synthesis, Structure and Properties of Carbon-Carbon Composites Artificial Rib for Chest Wall Reconstruction, Scientific Reports, doi.org/10.1038/s41598-021-90951-8, 2021
- [10] O.B.Kurukaya, Çok İşlevli Kompozit Malzemeler Kullanılarak Yapısal Enerji Depolama Bataryalarının Geliştirilmesi, Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi, 2019
- [11] http://bilsenbesergil.blogspot.com/p/blog-page_65.html, Erişim Tarihi:11.04.2024
- [12] G.Ozsin, A.E.Pütün, Pitch Based Carbon Fiber Production, Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University, 33:4-1433-1444, Ankara, 2018
- [13] N.Ş.Karaduman, Y.Karaduman, H.Özdemir, G.Özdemir, Textile Reinforced Structural Composites for Advanced Applications, Web of Science, Intechopen.68245, 2017
- [14] G.Ozsin, Farklı Organik Atıklardan Zift Esaslı Karbon Fiber Üretimi ve Karakterizasyonu, Doktora Tezi, Eskişehir, Anadolu Üniversitesi, 2017

- [15] M. K. Özatay, Composites Turkey Dergisi, Kompozit Sanayicileri Derneği Eylül, Sayı:27, Eylül 2020
- [16] J.B.Donnet, T.K.Wang, J.C.M.Peng, S.Rebouillat, Carbon Fibers, Third Edition, Book, 1998
- [17] T.Oktem, N.Yaman, N.Seventekin, Properties of Carbon Fibers and Usage Possibilities, Tekstil ve Konfeksiyon Dergisi,2-2007,Ege Üniversitesi, İzmir, 2007
- [18] K.Bilisik, Multiaxis 3D Weaving for Composites, Textile Research Journal, Review Article, DOI: 10.1177/0040517511435013, 2012
- [19] K.K.Chawla, Composite Materials: Science and Engineering, Third Edition, Springer, Book, 2013
- [20] <https://www.3dwovens.com/>, Erişim Tarihi:15.04.2024
- [21] H.O.Pierson, Handbook of Carbon, Graphite, Diamond and Fullerenes-Properties, Processing and Applications, Book, 1993
- [22] M.Wang, H.Sun, L.Guo, Manufacture of Biomaterials, Encyclopedia of Biomedical Engineering, Elsevier, Pages 116-134, 2019
- [23] M.Ross, C.James, J.Klawitter, Pyrocarbon Small Joint Arthroplasty of the Extremities, DOI: 10.1533/9780857098474.4.628,Elsevier, 2014
- [24] W.Murphy, J.Black, G.Hastings, Handbook of Biomaterial Properties, Second Edition, Springer, Book, 2016
- [25] <https://www.scribd.com/presentation/389923026/Carbon-Carbon-Composite>, Erişim Tarihi: 04.05.2024
- [26] G.Rohini Devi, K.R.Rao, Carbon-Carbon Composites, Defence Research and Development Lab. Hyderabad, 1993
- [27] L. M. Manocha, High Performance Carbon-Carbon Composites, Sardar Patel University, India, 2003
- [28] N.P.Bansal, J.Lamon, Ceramic Matrix Composites-Materials, Modeling and Technology, Wiley, The American Ceramic Society, Book, 2014
- [29] G.Savage, Carbon-Carbon Composites, Chapman and Hall, Springer, Book, 1993
- [30] Mol, Van, A. M. B. Chemical Vapour Deposition of Tin Oxide Thin Films. Eindhoven: Technische Universiteit Eindhoven. <https://doi.org/10.6100/IR569472>, 2003
- [31] S.Parlak, Kimyasal Buhar Biriktirme Yöntemi ile (CVD) Li-İyon Pillere Uygun ZnO Anot Geliştirilmesi, Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi, 2011
- [32] H.Ö.ÖZER, Grafit Katı Yağlayıcı Filmlerin Plazma Destekli Kimyasal Buhar Biriktirme (CVD) Yöntemiyle Üretilmesi ve Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Erzurum, Atatürk Üniversitesi, 2021
- [33] E. Fitzer, L. M. Manocha, Carbon Reinforcements and Carbon/Carbon Composites, Springer, Book, 1998

- [34] P.Morgan, Carbon Fibers and Their Composites, Taylor and Francis Group, Book, 2005
- [35] S.Somiya, F.Aldinger, N.Claussen, M.Kaneno, K.Koumoto, K.Uchino, Handbook of Advanced Ceramics- Process and Their Applications, Elsevier, Book, 2003
- [36] S.J.Park, Carbon Fibers-Second Edition, Springer, Book, 2018
- [37] M.Inagaki, F.Kang, M.Toyoda, H.Konno, Advanced Materials Science And Engineering of Carbon, Shingua University Press, 2013
- [38] Ş.Y.Güven, Biyouyumluluk ve Biyouyumlu Malzemelerin Seçimi, Mühendislik Bilimleri ve Tasarım Dergisi, 303-311, Süleyman Demirel Üniversitesi, Isparta, 2014
- [39] A.T.Güner, C.Meran, Ortopedik İmplantlarda Kullanılan Biyomalzemeler, Mühendislik Bilimleri Dergisi, 26(1),54-67, Pamukkale Üniversitesi, 2019
- [40] H.E.Davis, J.K.Leach, Hybrid and Composite Biomaterials in Tissue Engineering, 451 Health Sciences Drive, Department of Biomedical Engineering, University of California, 2008
- [41] M.B. Radic, M.Vukomanovic, S.Tomic, Development of Nanographene Oxide, Advanced Nanoformulations, Sciencedirect, Article Review, 2023
- [42] <https://www.kobay.com.tr/sitotoksisite-testi.html>, Erişim Tarihi:15.05.2024
- [43] K.E.Öksüz, N.K. Özkaya, Z.D.A. İnan, A.Özer, Novel Natural Spider Silk Embedded Electrospun Nanofiber Mats for Wound Healing. Materials Today Communications,26, 101942. <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2020.101942>, 2021
- [44] K.E.Öksüz. Sert Doku Uygulamaları İçin Makro Gözenekli Alüminyum Oksit-Bor Karbür Seramikleri. Recep Tayyip Erdoğan Üniversitesi Fen Ve Mühendislik Bilimleri Dergisi, 4(2), 65–75. <https://doi.org/10.53501/rteufemud.1293580>, 2023
- [45] J.C.Comley & C.H.Turner, Potential of a Soluble Tetrazolium/formazan assay for the Evaluation of Filarial Viability. International Journal for Parasitology, 20(2), 251–255. [https://doi.org/10.1016/0020-7519\(90\)90107-x](https://doi.org/10.1016/0020-7519(90)90107-x), 1990
- [46] L.Dong, S.J. Wang, X.R.Zhao, Y.F Zhu, 3D-Printed Poly(ε-caprolactone) Scaffold Integrated With Cell-laden Chitosan Hydrogels for Bone Tissue Engineering. Scientific Reports, 7 (1). <https://doi.org/10.1038/s41598-017-13838-7>, 2017
- [47] V.S.S.H.Vardhan, A. Sharma, Tiruveedhula, S. & Buradagunta, R. S. Comparative Study on the Biodegradation Behavior of Pure Mg in NaCl Solution and Simulated Body Fluids. Advances in Science and Technology. <https://doi.org/10.4028/p-grwes4>, 2022
- [48] H.Wang, & Z.Shi, In vitro Biodegradation Behavior of Magnesium and Magnesium Alloy. Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials, 98B (2), 203–209. <https://doi.org/10.1002/jbm.b.31769>, 2011

- [49] X.Liu, H. Yang, P.Xiong, W. Li, Huang, H. H. & Y.Zheng, Comparative Studies of Tris-HCl, HEPES and NaHCO₃/CO₂ Buffer Systems on the Biodegradation Behaviour of Pure Zn in NaCl and SBF Solutions. *Corrosion Science*, 157, 205–219. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2019.05.018>- 2019
- [50] C.D.Bohorquez-Moreno, K.E.Öksüz, E. Dinçer, Porous Polymer Scaffolds Derived From Bioresources For Biomedical Applications. *Cellulose Chemistry And Technology*, 57(1-2), 107-116, 2023
- [51] N.Pettinelli, L.Rodríguez-Llamazares, S.Bouza, R.Barral, L.Feijoo-Bandín, S. & Lago, F. (2020, November). Carrageenan-based physically crosslinked Injectable Hydrogel for Wound Healing and Tissue Repairing Applications. *International Journal of Pharmaceutics*, 589, 119828. <https://doi.org/10.1016/j.ijpharm.2020.119828>
- [52] International Organization for Standardization, 2009.ISO10993-5.Biological evaluation of Medical Devices. Part5: Tests for in vitro Cytotoxicity. Geneva, Switzerland.

ÖZGEÇMİŞ

Ad-Soyad : Cemalettin ÇAMYURDU

ÖĞRENİM DURUMU:

Önlisans : 2002, Dokuz Eylül Üniversitesi- Makine-Resim-Konstrüksiyon Programı

Lisans : 2020, Sakarya Üniversitesi- Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü

Yüksek Lisans : 2024, Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

MESLEKİ DENEYİM:

- 2002 – 2005 yılları arasında ASBİLEK El Aletleri A.Ş.’de teknik ressam olarak çalıştı.
- 2006 – 2009 yılları arasında LOHR İstanbul Taşıt Araçları firmasında teknik ressam ve kalite kontrolör olarak çalıştı.
- 2009 yılından beri TUBİTAK MAM-Malzeme Teknolojileri’nde Ar-Ge Başteknisyeni olarak çalışmaya devam ediyor.

DİĞER ESERLER:

- Aydemir, B., Taşcan, H., Camyurdu C., Civata Çekme Deneyinde Karşılaşılabilecek Sorunlar ve Etkileri, International Marmara Sciences Congress (Spring) 2021
- Plastik Malzeme Çekme Deneyinde Yeterlilik Testi Sonuçlarının Değerlendirilmesi - 3rd International Conference on Material Science and Technology in Cappadocia (IMSTEC’18), September 17-19, 2018, Nevsehir, Turkey
- Aydemir, B., Taşcan, H., Camyurdu, C., Baran, O., Temiz, A., 2017, Metalik Malzemelerde Farklı Deney Hızlarının Sonuçlar Üzerine Etkilerinin Araştırılması, 2nd International Conference on Material Science and Technology in Cappadocia (IMSTEC’17), October 11-13, 2017, Nevsehir, Turkey, S.155-160

- Aydemir, B., Taşcan, H., Camyurdu, C., 2015, Çekme Deneyinde Farklı Uzama Ölçme Yöntemlerinin Etkilerinin İncelenmesi, Metal Dünyası, Sayı 266, S.44-50, İstanbul

