

**EPOKSİ REÇİNESİ İLE
NANOKOMPOZİT SENTEZİ**

İdil BAĞCI

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
KİMYA MÜHENDİSLİĞİ**

**GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**HAZİRAN 2006
ANKARA**

İdil BAĞCI tarafından hazırlanan EPOKSİ REÇİNESİ İLE NANOKOMPOZİT
SENTEZİ adlı bu tezin Yüksek Lisans tezi olarak uygun olduğunu onaylarım.

Prof.Dr. Ahmet BİÇER
Tez Yöneticisi

Bu çalışma, jürimiz tarafından Kimya Mühendisliği Anabilim Dalında Yüksek
Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Başkan : Prof.Dr. Ali BİLGESU

Üye : Prof.Dr. Ahmet BİÇER

Üye : Prof.Dr. H. Vecihi PAMUK

Üye : Prof.Dr. Metin GÜRÜ

Üye : Prof.Dr. Süleyman TEKELİ

Tarih : 22 / 06 / 2006

Bu tez, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tez yazım kurallarına
uygundur.

TEZ BİLDİRİMİ

Tez içindeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu, ayrıca tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada orijinal olmayan her türlü kaynağa eksiksiz atıf yapıldığını bildiririm.

İdil BAĞCI

EPOKSİ REÇİNESİ İLE NANOKOMPOZİT SENTEZİ
(Yüksek Lisans Tezi)

İdil BAĞCI

GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
Haziran 2006

ÖZET

Polimer nanokompozitler belirgin ticari potansiyel sunan özelliklere sahip bir malzeme çeşididir. Genellikle bir polimer matris reçine (epoksi, doymamış polyester v.s) ve nanometre boyutlarında inorganik taneciklerin (zeolitler, killer, silikalar vs.) bileşimi olarak tanımlanmaktadırlar. Nanokompozitler, saf polimerlerle karşılaştırıldığında önemli derecede geliştirilmiş mekanik, termal, optik ve fizikokimyasal özellikler sergilemektedirler.

Bu çalışmada, matris sistemi olarak epoksi reçine, takviye sistemi olarak silika ve modifiye edici olarak polieter poliol kullanılmıştır. Çalışma sırasında, bisfenol-A yapısındaki reçine, toplam matrisin ağırlıkça yüzde 1, 3, 5, 7 oranında silika ile karıştırılmıştır. Ayrıca bu karışımların her biri ağırlıkça yüzde 1, 3, 5 oranında polieter poliol eklenerek nanokompozit malzemeler hazırlanmıştır.

Hazırlanan malzemelerin mekanik özellikleri, termal özellikleri analiz edilmiştir. Malzemelerin kırılma yüzeyleri SEM ile incelenmiştir.

Eğilme dayanımı ve eğilme uzaması artan silika oranıyla azalmakta, eğilme modül değeri ise silika oranı arttıkça artmaktadır. Çekme dayanımı ve çekme uzaması artan silika oranıyla azalmaktadır. Çekme modül değeri de silika oranı arttıkça küçük oranlarda azalmaktadır. Artan polieter poliol oranıyla eğilme uzaması ve çekme uzaması değerleri artmaktadır. Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) termogramlarında, silika oranı arttıkça malzemenin camsı geçiş sıcaklığının (T_g) arttığı ve artan polieter poliol oranıyla camsı geçiş sıcaklığındaki (T_g) artışın sadece silika içeren malzemeye göre daha yüksek olduğu görülmüştür. Silika oranı artıkça malzemenin bozunma sıcaklığı da artmıştır. TGA termogramlarından alınan sonuçlar DSC sonuçlarını desteklemektedir. SEM mikrogramlarında, silika oranı artıkça daha büyük silika yığınlarının olduğu ve malzemede üç ayrı fazın (epoksi, silika, poliol) olduğu gözlenmiştir.

Bilim Kodu : 912.1.092
Anahtar Kelimeler : Epoksi Reçine, Nanokompozit, Termal, Yapısal ve Mekanik Özellikler
Sayfa Adedi : 109
Tez Yöneticisi : Prof. Dr. Ahmet BİÇER

EPOXY RESIN NANOCOMPOSITES SYNTHESIS
(M.Sc. Thesis)

İdil BAĞCI

GAZİ UNIVERSITY
INSTITUTE OF SCIENCE AND TECHNOLOGY
June 2006

ABSTRACT

Polymer nanocomposites are a new class of materials that have properties offering significant commercial potential. They are generally defined as the combination of a polymer matrix resin (epoxy resin, unsaturated polyester etc.) and inorganic particles (zeolites, clay, silica) in the nanometer size range. These nanocomposites exhibit markedly improved mechanical, thermal, optical and physico-chemical properties when compared with the pure polymer.

In this study; as matrix system epoxy resin and as a reinforcement system nanometer sized silica and as a modifier polyether polyol have been used. During the study, bisphenole-A structured resin has been amalgamated with silica weighting 1, 3, 5, 7 % of the total matrix. Additionally, by adding polyether polyol, at a rate 1, 3, 5 % of the weight, to each one of these mixtures, nanocomposite materials have been prepared.

The mechanical and thermal characteristics of the prepared material have been analysed and the fracture surface morphology of the materials has been examined by using SEM.

Flexural strenght and strain decreases with the increasing silica ratio and Flexural modulus value increases as the silica ratio decreases. Tensile strenght and strain experience a decreases with the increasing silica proportion and consequently, modulus value decreases. With the increasing polyether polyol proportion, Flexural and Tensile strain also increase. In differential scanning calorimeter thermograms (DSC), it has been seen that when the silica proportion increases, the glass transition temperature (T_g) increases and the increase examined in glass transition temperature (T_g) with the increase in the polyether polyol ratio is relatively higher than the increase in heat of material containing only silica. Degradation temperatures have increased with the increase of the silica proportion. The results obtained from TGA thermograms prove right the DSC results. In SEM micrographs, it has been observed that as the silica proportion increases, larger silica agglomerates are formed and the material has three phases (epoxy, silica, polyol)

Science Code : 912.1.092
Key Words : Epoxy Resin, Nanocomposite, Thermal Properties,
Mechanical Properties
Page Number : 109
Adviser : Prof.Dr. Ahmet BİÇER

TEŞEKKÜR

Çalışmalarım boyunca yardımını eksik etmeyen değerli hocam Prof. Dr. Ahmet BİÇER'E, tecrübeleri ve bilgileriyle desteğini hiç eksik etmeyen değerli hocam Doç. Dr. Nursel DİLSİZ'e, ayrıca katkıları ve yardımlarından dolayı değerli hocalarım Prof. Dr. Vecihi Pamuk ve Doç. Dr. Metin GÜRÜ'ye, değerli yardımlarını esirgemeyen ve karakterizasyon testlerinde yardımcı olan Arş. Görevlisi Yüksel AKYÜZ'e, termal karakterizasyon testlerimizin yapılmasını sağlayan ve kullandığım malzemelerde bana yardımcı olan ROKETSAN A.Ş.'ye teşekkür ederim.

Zor ve yorucu laboratuvar günlerimi paylaşan, manevi desteklerini, bilgilerini esirgemeyen sevgili arkadaşlarım Gözde Demircioğlu'na, Sercan Turhan'a, Can Şamiloğlu'na, manevi ve maddi destekleriyle beni hiçbir zaman yalnız bırakmayan çok değerli aileme ve bana her zaman destek olan, moral veren müstakbel eşim Gündüz Mutlu'ya çok teşekkür ederim.

Ayrıca çalışmalarım süresince; Gazi Üniversitesi İleri Malzemeler ve Boya Araştırma Merkezi'ni ve sağladığı olanakları kullanmama imkânı tanıyan Gazi Üniversitesi Mühendislik ve Mimarlık Fakültesine ve Devlet Planlama Teşkilatına teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET.....	iv
ABSTRACT.....	vi
TEŞEKKÜR.....	viii
İÇİNDEKİLER.....	ix
ÇİZELGELERİN LİSTESİ.....	xii
ŞEKİLLERİN LİSTESİ.....	xiv
RESİMLERİN LİSTESİ.....	xvi
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	xvii
1. GİRİŞ.....	1
2. TEMEL BİLGİLER.....	3
2.1. Kompozit Malzemeler.....	3
2.1.1. Kompozit malzemelerin tarihçesi.....	4
2.2. Kompozit Yapı Elemanları	6
2.2.1. Takviye elemanları.....	7
2.2.2. Matris malzemeler.....	8
2.2.3. Bağ yapma.....	11
2.3. Kompozit Malzemelerin Avantaj ve Dezavantajları.....	12
2.4. Nanokompozit Malzemeler.....	13
2.4.1. Polimer nanokompozitler.....	15
2.4.2. Polimer matris ile tabakalı nanokompozit yapısı.....	15
2.5. Nanokompozit Sentezi	18

	Sayfa
2.5.1. Çözelti yaklaşımı.....	18
2.5.2. In-Situ polimerizasyonu.....	19
2.5.3. Eriyikten hazırlama yaklaşımı.....	20
2.5.4. Sol-Jel yöntemi.....	21
2.6. Epoksi Reçinesi.....	22
2.6.1. Epikloronhidrin.....	24
2.6.2. Bisfenol-A.....	24
2.6.3. Diglisericid Eter Bisfenol-A (DGEBA).....	25
2.7. Kürleştirici.....	26
2.8. Polieter Poliol.....	29
2.8.1. Polieter poliollerinin epoksi reçinesi ile reaksiyonu.....	31
2.9. Silika.....	32
2.10. Kompozit Karakterizasyonu Test Yöntemleri.....	33
2.10.1. Mekanik testler.....	33
2.10.2. Termal karakterizasyon.....	38
2.10.3. Yüzey karakterizasyonu.....	41
2.11. Literatürde Yapılan Çalışmalar.....	42
3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....	48
3.1. Malzemeler.....	48
3.1.1. Matris sistemi.....	48
3.1.2. Kürleştirici (Sertleştirici).....	49
3.1.3. Polieter poliol.....	49

	Sayfa
3.1.4. Silika.....	50
3.1.5. Kalıp ayırıcı.....	50
3.2. Yöntem.....	50
3.3. Kompozit Malzemelerin Karakterizasyonu.....	53
3.3.1. Mekanik karakterizasyon.....	53
3.3.2. Termal karakterizasyon.....	55
3.3.3. Yüzey karakterizasyonu.....	56
4. DENEYSEL BULGULAR VE TARTIŞMA.....	57
4.1. Mekanik Özellikler.....	57
4.1.1. Çekme testi.....	57
4.1.2. Eğilme testi.....	60
4.2. Termal Özellikler.....	65
4.2.1. Diferansiyel taramalı kalorimetri.....	65
4.2.2. Termogravimetrik analiz.....	68
4.3. Yüzey Özellikleri.....	69
4.3.1. Taramalı elektron mikroskobu.....	69
5. SONUÇ VE ÖNERİLER.....	75
KAYNAKLAR.....	77
EKLER.....	81
EK-1 Mekanik karakterizasyon sonuçları (Çekme testi).....	82
EK-2 Mekanik karakterizasyon sonuçları (Eğilme testi).....	90
EK-3 Diferansiyel taramalı kalorimetri.....	99
EK-4 Termogravimetrik analiz.....	104
ÖZGEÇMİŞ.....	109

ÇİZELGELERİN LİSTESİ

Çizelge	Sayfa
Çizelge 2.1. Kompozit yapı eleman tipleri.....	6
Çizelge 2.2. Toyota'nın naylon 6 kil kompozitlerinin mekanik özellikleri....	17
Çizelge 3.1. Epoksi reçinesinin fiziksel özellikleri.....	48
Çizelge 3.2. Sertleştiricinin fiziksel özellikleri.....	49
Çizelge 3.3. Polieter poliölün fiziksel özellikleri.....	49
Çizelge 3.4. Silikanın teknik özellikleri.....	50
Çizelge 3.5. Üç noktadan eğilme testi numunesinin boyutları.....	54
Çizelge 3.6. Çekme testi numunesinin boyutları.....	55
Çizelge 4.1. Numunelerin çekme dayanımı değerleri (MPa).....	57
Çizelge 4.2. Numunelerin çekme uzaması değerleri.....	59
Çizelge 4.3. Numunelerin çekme modül değerleri.....	60
Çizelge 4.4. Numunelerin eğilme dayanımı değerleri (MPa).....	61
Çizelge 4.5. Numunelerin eğilme uzaması değerleri.....	62
Çizelge 4.6. Numunelerin eğilme modülü değerleri	64
Çizelge 4.7. Farklı oranda silika içeren malzemelerin camsı geçiş sıcaklıkları.....	65
Çizelge 4.8. Farklı oranda polieter poliöl ve % 5 silikayla hazırlanan malzemelerin camsı geçiş sıcaklıkları.....	66
Çizelge 4.9 Silika ve polieter poliöl içeren nanokompozit malzemenin DSC termogramlarının sonuçları.....	66

ŞEKİLLERİN LİSTESİ

Şekil	Sayfa
Şekil 2.1.Çekme – uzama eğrisi.....	8
Şekil 2.2. Katmanlı silikat polimer türleri.....	15
Şekil 2.3. Çözelti yaklaşımı yönteminin şematik görünümü.....	18
Şekil 2.4. Çözelti yaklaşımı yönteminin akış diyagramı.....	19
Şekil 2.5. In-situ polimerizasyonunun şematik olarak görünümü.....	19
Şekil 2.6. In-situ polimerizasyon yöntemini nakış diyagramı.....	20
Şekil 2.7. Eriyikten hazırlama yaklaşımı şematik olarak görünümü.....	20
Şekil 2.8. Eriyikten hazırlama yaklaşımı yönteminin akış diyagramı.....	20
Şekil 2.9. Epoksi fonksiyonel grubu.....	22
Şekil 2.10. Epiklorohidrinin kimyasal yapısı.....	24
Şekil 2.11. Bisfenol-A molekülünün ideal kimyasal yapısı.....	24
Şekil 2.12. Bisfenol-A'nın oluşum reaksiyonu.....	25
Şekil 2.13. Diglisericid eter bisfenol-a (DGEBA) ' nın kimyasal yapısı.....	25
Şekil 2.14. Epoksi reçine kürleştiricileri.....	27
Şekil 2.15. Epoksi reçinelerin amin çağraz bağlanması.....	28
Şekil 2.16. DGEBA'nın siklo-alifatik aminle kürleşme reaksiyonu.....	28
Şekil 2.17. Alkilen oksitten poliöl üretiminin model reaksiyon diyagramı...	30
Şekil 2.18. Halkalı eterlerden poliöl üretimi model reaksiyon diyagramı....	30
Şekil 2.19.Polieter poliölünün kapalı formül kimyasal yapısı.....	31
Şekil 2.20. Epoksi reçinesi ve polieter poliölü arasındaki muhtemel reaksiyon.....	31
Şekil 2.21. Eğilme testi aparatı.....	34

Şekil	Sayfa
Şekil 2.22. Çekme testinin modeli.....	36
Şekil 2.23. DSC numune tutucuları ve fırınlarının şeması.....	39
Şekil 2.24. DSC termogramı.....	40
Şekil 3.1. NPEL 128'in viskozitesinin sıcaklıkla değişimi.....	48
Şekil 3.2. Kompozit örneği hazırlamanın akış diyagramı.....	51
Şekil 3.3. Kompozit örneği hazırlamanın akış diyagramı.....	52
Şekil 3.4. Çekme testi numunesi.....	55
Şekil 4.1. Numunelerin çekme dayanımı değerleri (MPa).....	58
Şekil 4.2. Numunelerin çekme uzaması değerleri.....	59
Şekil 4.3. Numunelerin çekme modül değerleri.....	61
Şekil 4.4. Numunelerin eğilme dayanımı değerleri (MPa).....	62
Şekil 4.5. Numunelerin eğilme uzaması değerleri.....	63
Şekil 4.6. Numunelerin eğilme modül değerleri.....	64
Şekil 4.7. Farklı oranda silika içeren nanokompozitlerin DSC termogramı	67
Şekil 4.8. %5 silika ve farklı oranda polieter poliol içeren nanokompozitlerin DSC termogramı.....	67
Şekil 4.9. Farklı oranlarda silika içeren nanokompozit malzemenin TGA termogramı.....	68
Şekil 4.10. % 5 silika ve farklı oranda polieter poliol içeren nanokompozit malzemelerin TGA termogramı.....	69

RESİMLERİN LİSTESİ

Resim	Sayfa
Resim 2.1. Çekme testi aparatı.....	36
Resim 3.1 Üç noktadan eğilme test cihazı.....	54
Resim 4.1. %1 silika içeren numunenin kırılma yüzeyinin SEM mikrografı (x3000 büyütmede).....	70
Resim 4.2. %1 silika-%5 poliol içeren numunenin kırılma yüzeyinin SEM mikrografı (x2500 büyütmede).....	71
Resim 4.3. %3 silika içeren numunenin kırılma yüzeyinin SEM mikrografı (x3000 büyütmede).....	71
Resim 4.4. %3 silika-%5 poliol içeren numunenin kırılma yüzeyinin SEM mikrografı (x2500 büyütmede).....	72
Resim 4.5. %5 silika içeren numunenin kırılma yüzeyinin SEM mikrografı (x3000 büyütmede).....	72
Resim 4.6. %5 silika-%5 poliol içeren numunenin kırılma yüzeyinin SEM mikrografı (x3000 büyütmede).....	73
Resim 4.7. %7 silika-%5 poliol içeren numunenin kırılma yüzeyinin SEM mikrografı (x3000 büyütmede).....	73
Resim 4.8. %7 silika-%5 poliol içeren numunenin kırılma yüzeyinin SEM mikrografı (x2500 büyütmede).....	74

SİMGELER VE KISALTMALAR

Bu çalışmada kullanılmış bazı simgeler ve kısaltmalar, açıklamaları ile birlikte aşağıda sunulmuştur.

Simgeler	Açıklama
b	Numunenin eni, mm
d	Numunenin derinliği, mm
D	Kıskaçlar arası mesafe, mm
D_b	Numunedeki maksimum belverme, mm
E_B	Eğilme modülü, MPa
ε_b	Kırılmada çekme uzaması
ε_c	Kompozit uzama miktarı
ε_m	Matris uzama miktarı
F	Kompozit üzerine etkiyen kuvvet
σ_f	Kopma gerilmesi
G	Ölçüm uzunluğu, mm
I	Uzunluk
L	Dar kısmın uzunluğu, mm
L_m	Mesnetler arası uzaklık, mm
L₀	Orijinal ölçüm uzunluğu
L₁	Numunenin boyu, mm
LO	Tüm uzunluk, mm
ΔL	Deformasyon sonucu numunenin boyundaki değişim
m	Yük-uzama eğrisine çizilen teğetin eğimi
n	Gözlem sayısı
P	Yük, N
R	Maksimum uzama

Simgeler	Açıklama
R	Pervaz yarıçapı, mm
r	Yarıçapı
RO	D,Dış yarıçap, mm
S	Eğilme gerilmesi, MPa
Ss	Hesaplanan standart sapma
T	Kalınlık, mm
$\tau_{\max}$	Ara yüzeyindeki kayma gerilmesinin maksimum değeri
W	Dar kısmın genişliği, mm
WO	Tüm genişlik, mm
X	Tek gözlemin değeri
$\overline{X}$	Gözlem setlerinin aritmetik ortalaması

Kısaltmalar	Açıklama
ASTM	American standarts for testing properties
AFM	Atomik kuvvet mikroskobu
DSC	Diferansiyel taramalı kalorimetri
DGEBA	Diglisidil eter bisfenol-A
FRP	Elyaf takviyeli kompozit
MMT	Montmorilanit
SEM	Saramalı elektron mikroskobu
Tc	Kristallenme sıcaklığı
Tg	Camsı geçiş sıcaklığı
TGA	Termogravimetrik analiz
Tm	Erime sıcaklığı

1. GİRİŞ

Günümüzde kompozit malzemeler, hayatımızın her noktasında karşılaşılabileceğimiz bir yaygınlıkta kullanılmaktadır. Kompozit malzeme, iki ya da daha fazla sayıdaki, aynı veya farklı gruptaki malzemelerin en iyi özelliklerini, yeni ve tek bir malzemede toplamak amacıyla, makro-düzeyde birleştirilmesiyle oluşturulan malzeme olarak adlandırılırlar. Polimerlerin içerisine mikro ya da makro yapıda takviye edici malzemelerin ilavesine dayanan polimer kompozit öncelere dayanan bir teknoloji iken bu işlemin nanometre boyutunda (1 nanometre kalınlığında, 100-1000 nanometre uzunluğunda) parçacıklar kullanılarak gerçekleştirilmesi son yıllarda araştırmacıların ilgi odağı haline gelmiştir.

Polimer nano kompozit, nanometre boyutundaki takviye tanecikler ile polimer matrisin moleküler seviyede olan karışımlarıdır. Polimerler bugüne kadar mineraller, metaller, elyaflar gibi pek çok bileşiklerle takviye edilerek kompozit malzeme oluşturmakta kullanıldılar. Takviye maddelerinin boyutları küçüldükçe yüzey alanlarının artmasıyla oluşan güçlü etkileşim sonucu polimer nano kompozitlerin özellikleri daha çok gelişmiştir. Böylelikle polimer nano kompozitlerin gerilme dayanımı ve sertliği artmış, ısı dayanımı artmış, bariyer özellikleri gelişmiş, maliyeti düşmüş ve modül değerleri artmıştır.

İlk olarak Toyota araştırma geliştirme grubunun poliamid-6 ve montmorillonit kullanarak oluşturduğu polimer nano kompozit malzemenin mekanik ve bariyer özelliklerinde çok önemli gelişmeler sağlamıştır [1]. Nano kompozitlerin temel yapı taşları nanometre boyutunda parçacıklar olduğundan dolgu maddesi ve matris arasında çok büyük miktarda yüzey alanına sahiptirler. Nano kompozitlerin çok önemli özellikleri bu yüzeyler arası etkileşimlerden kaynaklanır. Klasik bir kompozitte ise karbon elyaf ve cam elyafta olduğu gibi mikrometre boyutunda tanecikler bulunduğundan dolayı bu hacimsel etkileşim çok daha azdır.

Bu çalışmada diglisidil eter bisfenol-A (DGEBA) epoksi reçinesi matris olarak, silikada dolgu malzemesi ve polieter poliol de modifiye edici olarak kullanılmıştır.

Epoksi reçineleri düşük molekül ağırlığına sahip organik sıvı malzemelerdir. Epoksi oksijen bağlarına sahip eteri yapısında bulundurur. Epoksi diğer polimer matrislere göre pahalı olmasına rağmen, üstün mekanik özellikleri, korozyon sıvılara ve ortamlara dayanımı, üstün elektriksel özellikleri, yüksek ısı derecelerine dayanımı gibi birçok özelliğinden dolayı kompozitler için en çok tercih edilen polimer matrislerin arasındadır.

Sertleştiricinin seçimi oluşan ürünün mekanik ve fiziksel özelliklerini etkileyeceği için en az reçine kadar önem taşımaktadır. Bu çalışmada sertleştirici olarak sikloalifatik amin tercih edilmiştir. Çünkü bu sertleştiriciler malzemenin, elektriksel, kimyasal ve mekanik özelliklerini geliştirmektedir.

Malzemelerin kırılma yüzeyleri ve silikanın kompozit malzeme içindeki dağılımı SEM ile incelenmiştir. Malzemelerin camsı geçiş sıcaklığı (T_g), bozunma sıcaklığı gibi termal özellikleri diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC) ile hesaplanmıştır. Sıcaklığa karşı kütle kaybı ve malzemenin bozunma sıcaklığı termogravimetrik analiz (TGA) cihazı ile tesbit edilmiştir. Nanokompozit malzemelerin mekanik özellikleri (çekme ve eğilme dayanımı, çekme ve eğilme modül değeri, çekme ve eğilme uzaması) farklı silika ve polieter poliol oranlarında incelenmiştir.

2. TEMEL BİLGİLER

2.1. Kompozit Malzemeler

Birbirine karışmayan iki veya daha fazla katının bileşimiyle oluşan katı malzemelere "kompozit malzeme" denir. Daha açık bir tanımla; iki veya daha fazla malzemenin, iyi özelliklerini bir araya toplamak ya da ortaya yeni bir özellik çıkarmak için, mikro veya makro seviyede heterojen karışımıyla oluşan malzemeye Birleşik veya Kompozit Malzeme denir [2]. Kompozit yapı oluşumuyla geliştirilmesi istenen özelliklerin birkaçı şöyle sıralanabilir;

- yorulma dayanımı,
- aşınma dayanımı,
- korozyon dayanımı,
- kırılma tokluğu,
- yüksek sıcaklık özellikleri,
- elektrik iletkenliği,
- ısı iletkenlik,
- ağırlık,
- rijitlik,
- fiyat,
- estetik görünüm gibidir [2].

Kompozit malzemeler reçine (Matris) ve takviye bileşenlerinden oluşur. Kompozitler temel olarak kalıp görevi gören reçine içine gömülmüş sürekli veya kırılmış elyaflardan oluşmaktadır. Bu bileşenler birbirleri içinde çözülmezler veya karışmazlar. Kompozit malzemelerde elyaf sertlik, sağlamlık gibi yapısal özellikleri, plastik reçine malzemesi ise elyafın yapısal bütünlüğü oluşturması için birbirine bağlanması, yükün elyaf arasında dağılmasını ve elyafın kimyasal etkilere ve atmosfer şartlarından korunmasını sağlar [2].

2.1.1. Kompozit malzemelerin tarihçesi

Yaşamımızın büyük bir bölümünde farkında olmadan bir çok kompozit malzemeyi kullanmaktayız. Kullandığımız otoyollar, evlerimizin inşasında kullanılan çimento ve demirin beraber kullanımıyla yapılmış betonarme yapılar ve daha verilebilecek birçok örnek kompozit malzemelerden oluşturulmuştur.

Bilinen ilk kompozit malzeme çamur, kil ve samanı karıştırılarak yapılan kerpiçtir. Bu malzemede saman, kil ve çamur karışımından oluşturulan tuğlaların dayanımını büyük ölçüde artırır bir etki göstermiştir. Kontrplak ta kompozit malzemelerin ilk örneklerindendir. Dilimlenmiş tahta parçalarının güçlü bir yapıştırıcı ile birleştirilmesinden oluşan bu malzeme yaygın olarak kullanılmaktadır.

Günümüzde kompozit malzeme denildiğinde yüksek mühendislik bilgileriyle birleştirilmiş reçineler, takviye polimerleri, metal ve seramiklerden oluşan kompozit malzemeler akla gelmektedir. Modern otomobillere baktığımızda kullanılan parçaların büyük bir bölümünün kompozit malzemelerden üretildiği görülmektedir. Özellikle yüksek teknolojiye sahip otomobillerinde yaygın olarak FRP (fiber takviyeli plastik) kullanılmaktadır.

İlk olarak 1930'da üretilen Fiberglas filamentlerin (ince tel) ticari olarak üretilmesi 1935 yılında başlamıştır. Bu fiber takviyeli plastiklerin (FRP) üretilmesine ön ayak olmuştur. Birleşmiş Milletler'de fiber takviyeli plastiklerin uçak yapımında kullanılması 1942 yılında başlamış olup, daha sonra fiber takviyeli plastiklerin botlarda, arabalarda ve kamyon kasalarında yaygın olarak kullanılması 1950'lere kadar uzanmıştır.

1950'ler de reçinelerin geliştirilmesi ile birlikte kullanılan fiberlerde geliştirilmiş olup, fiber olarak E-cam (düşük emisyon camı), R-cam (güçlendirilmiş cam), S-cam (silisli cam) ve özel asit ve alkalilere dayanıklı

camlar kullanılmaya başlanmıştır. Bu malzemeler tekstilde de yaygın olarak kullanılmıştır.

1960'ların başlarında kullanılmaya başlanan bor fiberler modern kompozitlerin üretilmesine öncülük yapmışlardır. Çok dayanıklı olan bu fiberler ve ayrıca karbon fiberler uzay gemileri ve uçaklarda yaygın olarak tercih edilmektedir. Bor fiberlerin kullanımının yaygınlaşması; pahalı olmaları, şekillendirmekte kullanılan elmas malzemelerin pahalı olması nedeniyle istenilen düzeyde gerçekleşememiştir. Karbon ve aramid fiberler 1960'ların sonlarına doğru bor fiberlerin yerini almıştır.

Karbon fiber yaklaşık yüz yıl önce ilk olarak elektrik ampullerinde tel olarak kullanılmıştır. Bu eski fiberler kompozit malzemedeki takviye elemanı olarak kullanmak için zayıf ve kullanışsızdılar. Günümüzdeki karbon fiberlere bakıldığında sertlik ve dayanım özellikleri bakımından çok gelişmişlerdir.

1960'ların sonunda güçlü aramidlerin, camın ve karbon fiberlerin kullanılmasına başlanmıştır. Bu gelişmeler reçinelerin kullanımı ile paralel olarak ilerlemiştir. 1969'da fenolikler ve 1937'de üretilen epoksiler bunlara örnektir. Günümüzde fiberle güçlendirilmiş kompozit malzeme üretiminde kullanılan birçok gelişmiş termoset reçine mevcuttur. Bunlara poliaramidler, vinil esterler, silikonlar, poliüretanlar ve üretan akrilatlar örnek verilebilir. Termoplastiklerin üretimi termosetlerden daha önce olmuştur.

Poliaramid fiberler ilk olarak 1965 yılında geliştirilmiştir. Karbon fiberlere göre daha zayıf olmasına rağmen cam fiberlerden daha üstün olması, karbon fiberlerden hafif ve daha ucuz olması nedenleriyle basınçlı kap yapımında, uzay uygulamalarında, spor ve deniz ekipmanlarında geniş kullanım alanları bulmuştur.

Metal ve alaşımlarda bulunan seramik tanecikler, alaşımın mukavemet ve sünekliğini azaltan ve arzu edilmeyen kırılganlıklar olarak kabul edilmekteydi. Daha sonra nikel kaplanmış grafit tozları sıvı alaşım içerisine argon gazı ile birlikte takviye edilmiş ve elde edilen bu karışım, tanecik takviyeli metal-seramik malzemelerin üretiminde bir başlangıç olmuştur. 1968 yılında Indian Ins. Technology 'de yapılan çalışmalarda sıvı alüminyum alaşımına, sıvı alaşımın mekanik olarak karıştırılmasıyla alümina partikülleri takviye edilmiş ve bu çalışmalar karıştırma döküm çalışmalarına öncülük etmiştir. Daha ileriki yıllarda yapılan çalışmalarda yeni teknikler ve değişik kompozit üretim metotları geliştirilmiştir [3].

2.2. Kompozit Yapı Elemanları

Kompozit malzemeyi oluşturan matris (takviyelendirilen malzeme) ve takviyeli malzeme olarak iki ana madde vardır. Bu yapı elemanlarının tipleri Çizelge 2.1.'de gösterilmektedir [4].

Çizelge 2.1. Kompozit yapı eleman tipleri

Matris Malzemeler	Takviye Elemanları	Kompozit Yapının Şekli
Polimerler	Lifler	Tabakalar
Metaller	Kıl-kristal	Film-Folye
Seramikler	Pudra	Honey-Combs
	Yonga	Filament Sarılmış Yapılar
	Granül	Kaplamalar

2.2.1. Takviye elemanları

Kompozit malzeme genellikle lif ve matris olmak üzere en az iki malzemeden oluşur.

Bir kompozit malzemede takviye malzemesinin en önemli görevi, matris içinde homojen olarak dağılıp, matrisin maruz kaldığı gerilmeleri destekleyerek kompozit malzemenin mukavemetini arttırmaktır.

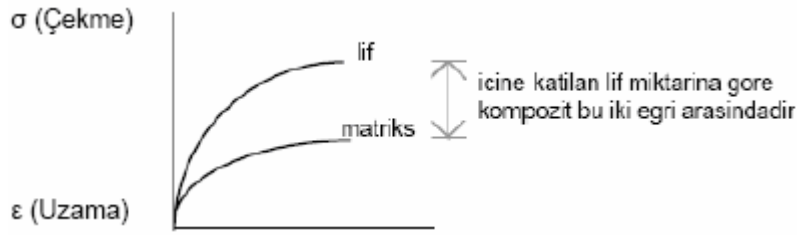
Bir takviye elemanı matris ile reaksiyon verip istenmeyen ürünler oluşturmamalıdır. Takviye elemanları matrisle güçlü bir bağ sistemi oluşturmalıdır.

Takviye malzemesi ve matrisin termal genleşmeleri birbirinden farklı olmamalıdır. Maruz kaldıkları ısı değişiminde birbirlerini zayıflatıcı etki göstermemelidirler [5].

Kompozit yapıda lif seçimine etki eden etmenler şunlardır:

- Hafiflik (özellik ağırlık)
- Mukavemet ve modül (çekme ve basma)
- Yorulma mukavemeti
- Yorulmadaki kopma mekanizması (malzemenin gevrek ya da sünek olması)
- Elektrik ve ısı iletkenliği
- Ekonomiklik.

Şekil 2.1.'de genel olarak lif ve matrisin çekme – uzama eğrisi görülmektedir.



Şekil 2.1. Çekme – uzama eğrisi [5]

Kompozit malzemelerde takviye amacıyla kullanılan elyaflar ;

- Doğal elyaflar, (artık yerlerini sentetik elyaflara bırakmışlardır.)
- Sentetik, organik elyaflar; Naylon, aramid, (düşük yoğunluklu ve güçlü elyaflardır.)
- Sentetik inorganik, elyaflar ; Cam, karbon, boron vb [5].

2.2.2. Matris malzemeler

Matris, kompozitlerin ikinci ana bileşenidir. Matrisin asıl görevi içindeki takviye elemanlarını bir arada tutarak onların malzeme üzerine gelen gerilmelere en üst düzeyde karşı koyabilmesi için düzenlenen yerleşimlerini muhafaza etmektir. Kompozit malzemeye gelen tüm yükler matris yoluyla takviye elemanına aktarılır [5].

Bir takviye elemanı matris ile reaksiyon verip istenmeyen ürünler oluşturmamalıdır. Takviye elemanları matrisle güçlü bir bağ sistemi oluşturmalıdır.

Takviye malzemesi ve matrisin termal genleşmeleri birbirinden farklı olmamalıdır. Maruz kaldıkları ısı değişiminde birbirlerini zayıflatıcı etki göstermemelidirler [5].

Matris malzemeler, polimer matrisler, metalik matrisler ve kullanım alanları çok az olan yüksek sıcaklık matrisleri şeklinde gruplanabilir. Kompozitin istenen başarıyı göstermesi için matris seçimine bağlıdır.

Matris seçiminde göz önünde tutulan matris görevleri ve özellikleri şöyle sıralanabilir:

- Kuvvetleri liflere iletmek,
- Lifleri, korozyon ve oksidasyon gibi, ortamın etkisi ve darbelerden korumak,
- Bittiğinde istenen özelliklere uygun olması,
- Maliyet,
- Nem ve su alma özelliği,
- Kayma sertliği, darbe özellikleri,
- Viskozite, erime noktası,
- Kür zamanı.

Kompozit malzemelerde polimer esaslı matrislerin yanı sıra metal, seramik türevi malzemeler de matris olarak kullanılmaktadır. Diğer matrislerin kullanılmasına rağmen kompozit malzemelerin % 90'ı polimer esaslı matrislerle üretilmektedir.

Matris malzemelerinin genellikle plastik esaslı olmasından dolayı kompozit malzemeler de genellikle takviye edilmiş plastikler olarak adlandırılırlar. Metal matrisler büyük çaplı uygulamalarda kullanılmak için çok pahalı ve çalışmaları çok zordur. Seramik matrisler ise yüksek oranda kırılğan olmalarından dolayı yeterli dayanıklılığa sahip olmamaları nedeniyle kullanım alanları yüksek ısı ile kullanılan yerlerle sınırlanmaktadır. Karbon matrisli kompozit malzemeleri üretmek çok zor ve çok pahalıdır.

Matrisler güçlü yapışma, çevre ve atmosfer şartlarına yüksek dayanım ve yüksek mekanik özellikler gösterirler. Bir matrisin öncelikle sağladığı mekanik özellikler yüksek sertlik ve yüksek dayanıklılık değerleridir. İyi bir malzeme

sert olmalıdır, fakat gevrek bir malzemenin gösterdiği davranışlardan dolayı performansı düşmemelidir.

Bu özellikleri büyük ölçüde karşılayan polimer esaslı matrisler termoset, termoplastik matrisler ve elastomerler olmak üzere üç grupta toplanmaktadır.

Termoset esaslı kompozit malzeme matrisleri olarak en çok kullanılanlardır. Termoset plastikler sıvı halde bulunurlar, ısıtılarak ve kimyasal tepkimelerle sertleşir ve sağlamlaşırlar. Termoset polimerlerin polimerizasyon süreci termoplastiklerden farklı olarak geri dönüşü olmayan bir süreçtir. Yüksek sıcaklıklarda dahi yumuşamazlar. Termoset reçineler kimyasal etkiler altında çözülmez ve olağandışı hava şartlarında dahi uzun ömürlü olmaktadır.

Termoplastik polimerlerinin çeşitlerinin çok fazla olmasına rağmen matris olarak kullanılan polimerler sınırlıdır. Termoplastikler düşük sıcaklıklarda sert halde bulunurlar ısıtıldıklarında yumuşarlar. Termosetlere göre matris olarak kullanımları daha az olmakla birlikte üstün kırılma tokluğu, hammaddenin raf ömrünün uzun olması, geri dönüşüm kapasitesi ve sertleşme prosesi için organik çözücülere ihtiyaç duyulmamasından dolayı güvenli çalışma ortamı sağlaması gibi avantajları bulunmaktadır. Bunun yanı sıra şekil verilen termoplastik parça işlem sonrası ısıtılarak yeniden şekillendirilebilir. Termoplastikler yüksek sertlik ve çarpma dayanımı özelliğine de sahiptirler. Termoplastiklerin kompozit malzemelerde matris olarak tercih edilmemelerinin başlıca nedeni üretimindeki zorlukların yanı sıra yüksek maliyetidir. Oda sıcaklığında düşük işleme kalitesi sağlarlar, bu onların üretimde zaman kaybına yol açmasına neden olur. Polimerler düşük yoğunluklu göreceli olarak düşük dayanıklılıktadır. Başlıca polimer matris malzemeleri polyester, epoksi, fenol ve vinil esterdir [6].

Elastomerler ise, termoset polimerler gibi çapraz bağlı olan uzun zincir moleküllerinden oluşur. Bunlar, çok düşük gerilmelere maruz kaldığı zaman büyük elastik deformasyon yapma yeteneği olan polimerlerdir. Bazı polimerler % 500 ve daha fazla uzama yaparlar ve tekrar orijinal şekline dönerler. Çok meşhur olan polimerler ise elbette kauçuktur. Kauçuk iki kategoriye ayrılabilir:

- 1) Doğal kauçuk: Belli biyolojik bitkilerde çıkartılan kauçuktur.
- 2) Sentetik polimerler: Termoset ve termoplastik polimerler için kullanılır ve benzer polimerizasyon işlemleri ile üretilir.

Daha fazla çapraz bağlanma sağlanması halinde elastomerler daha rijit olur ve elastik modülü daha lineerdir [6].

2.2.3. Bağ yapma

Kompozit yapıda bağ oluşumunda, arabirim kavramı ile açıklanabilir. Arabirimin sahip olduğu bağ kuvveti değeri, kompozitin davranış karakterlerini belirler [2].

Arabirimde fiziksel kimyasal ve mekaniksel bağların ve takviye elemanının geometrisinin önemi vardır. Arabirimdeki yapışma;

- Yüzeylerin şekillerine,
- Arabirimi meydana getiren malzemelerin yapılarına,
- Temas basınçlarına,
- Yüzeylerde kalan elementlere,
- Yüzeylerdeki fonksiyonel gruplara,
- Çalışma sıcaklığına bağlıdır.

Reçine maddesi, takviye elemanını çok iyi sarabilmeli ve ıslatabilmelidir. Islanma iyi olmazsa, zayıf bir arabirim meydana gelir. Arabirimdeki bağ normal koşullarda yeterli sağlamlıkta oluşmuyorsa, bir takım yöntemler kullanılır. Arabirimi kuvvetlendirmekte kullanılan en geçerli yöntem birleştirme maddeleri kullanmaktır.

Kimyasal ajan olarak adlandırılan bu maddeler matris ve takviye elemanına uygun olarak seçilmelidir. Mekanik bağ oluşumu yeterli değildir, çok çabuk ayrılma ve kopmalar meydana gelir. Bu ara malzeme bağ+çekme+takviye elemanının sürtünüp hasar görmesini önlemek gibi üç görevi yerine getirmesi gerekir.

2.3. Kompozit Malzemelerin Avantaj ve Dezavantajları

Kompozit malzemelerin genel avantajları şu şekilde sıralanabilir [6],

1. Farklı mekanik özellikler elde etmek için farklı katmanlardan ve farklı kombinasyonlarla kompozit malzeme inşa edilebilir.
2. Kompozit malzemeler kimyasallara, korozyona ve hava şartlarına dayanıklılık gösterir.
3. Karmaşık parçaların tek olarak üretilebilmesinden dolayı parça sayısının azalmasını sağlarlar. Böylece ara birleştirme detay ve parçalarının azalmasıyla üretim süresi kısalmaktadır.
4. Yüksek dayanıklılık/yoğunluk oranı
5. Yüksek modülüs/ağırlık oranı

Bu malzemelerin dezavantajları ise,

1. Hammaddenin pahalı olması
2. Lamine edilmiş kompozitlerin özellikleri her zaman ideal değildir, kalınlık yönünde düşük dayanıklılık ve katlar arası düşük kesime dayanıklılık özelliği bulunmaktadır.

3. Malzemenin kalitesi üretim yöntemlerinin kalitesine bağlıdır, standartlaşmış bir kalite yoktur.
4. Kompozitler kırılğan (gevrek) malzeme olmalarından dolayı kolaylıkla zarar görürler, onarılmaları yeni problemler yaratabilir.

2.4. Nanokompozit Malzemeler

Nanoteknolojinin özü, moleküler boyutta çalışarak, moleküler yapısı yenilenmiş büyük yapılar elde etmektir. Malzemelerin nanometrik boyuttaki özellikleri, aynı malzemenin makro boyuttaki özelliklerine göre değişiklik göstermektedir. Nano kompozitler, bir matris içerisinde nanometre büyüklüğünde parçacıkların dağılması ile oluşan maddelerdir [7].

Bu polimerlerin içinde en azından bir boyutta nanometrik olan parçacıklar bulunmaktadır. Nano kompozitleri boyutlarına göre sınıflandırmak istenilirse; nano ebatla kaç boyutu olduğuna bakılır. Nano kompozit üç boyutta da nanometrik seviyede ise 'isodimensional' nanotanecikler olarak adlandırılır ve 'in-situ' sol-gel metodu ile elde edilen kübik silis nano tanecikleri buna bir örnek olarak verilebilir.

Eğer nano kompozit iki boyutta nanometrik ve diğer boyutta daha büyük boyda ise nano tüpler veya kil kristalleri olarak adlandırılırlar. Selülozik kil kristalleri ve karbon nano tüpler bu tip nano kompozitlere örnek olarak verilebilir ve bunlar malzemelerin güçlendirmesinde nano dolgu maddesi olarak kullanılırlar. Üçüncü çeşit nano kompozit ise sadece tek boyutta nanometrik seviyededir. Bu tür nano kompozitlerde dolgu malzemesi bir defter yaprağı gibi yalnızca tek bir boyutta nanometrik seviyededir, diğer boyutlarda ise yüzlerce yada binlerce nanometre boyutundadır. Bu kompozit ailesi kristal katmanlı polimer nano kompozitler adı altında toplanabilir. Bu aile neredeyse sadece polimerlerin araya girme (intercalation) metodu ile elde edilir ve bu da kristal tabaka galerilerinde gerçekleşir.

Bütün nano kompozit çeşitleri içinde doğal kil ve silikat tabakasına dayanan çeşitler en çok kullanılan türlerdir. Çünkü kil materyalleri çok kolay bulunabildikleri gibi, araya girme kimyası da üzerinde uzun zamandır çalışılan bir konudur. Dispersiyon ile elde edilen nanometrik boydaki taneciklere sahip olması bu nano kompozitlerin mekanik, termal, optik ve fiziko kimyasal özelliklerinin saf polimerlere ve konvensiyonel kompozitlere oranla üstün olmasını sağlamaktadır. Nano kompozitlerin malzemeye getirdiği diğer üstünlüklerde modülü arttırması, güçlendirmesi, ısı direncini arttırması, malzemeye gaz sızmasını engellemesi, yanıcılığını azaltması olarak sıralanabilir [7].

Polimer kil etkileşimleri yoğun olarak yetmişli yılların başında araştırılmaya başlanmıştır. Bu çalışma ilk olarak 1980 yılında Toyota tarafından yapılmıştır. Toyota poliamid-6 ve organofilik montmorilanit (MMT) killinden nanokompozit malzemenin yapılabileceğinin mümkün olduğunu göstermiştir. Poliamid ve organofilik MMT kili içeren bu yeni malzemenin mekanik özellikleri, ısıya dayanıklılığı ve bariyer özellikleri gelişmiştir [8].

Nanokompozit yapılarda matris olarak polimerler, seramikler ya da metaller kullanılmaktadır. Bu alanda ilk aşamalar polimerler kullanılarak kaydedildiği için şimdiye kadar en sık kullanılan matris malzemeleri onlardır. Polimerik malzemeler içinde en çok kullanılan epoksi, doymamış polyester, poliamid ve polipropilendir [9].

Nanokompozitlerde takviye malzemesi olarak silika zeolit ve kil gibi inorganik tanecikler kullanılır.

Nanokompozitlerin kullanım alanları; otomotiv endüstrisin, kaplamalar, bina yapımı, ambalajlama havacılık ve uzay sanayidir.

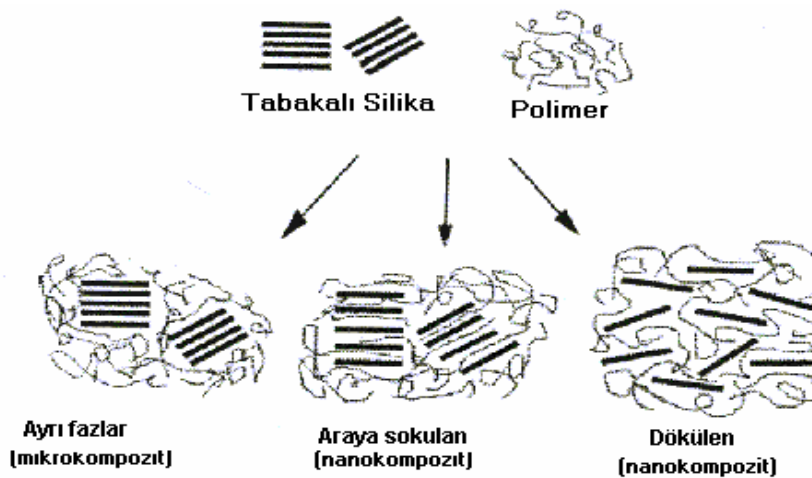
2.4.1. Polimer nanokompozitler

Polimer nano kompozit, nanometre boyutundaki takviye tanecikler ile polimer matrisin moleküler seviyede olan karışımlarıdır. Polimerler bugüne kadar mineraller, metaller, elyaflar gibi pek çok bileşiklerle takviye edilerek kompozit malzeme oluşturmakta kullanıldılar. Takviye maddelerinin boyutları küçüldükçe yüzey alanlarının artmasıyla oluşan güçlü etkileşim sonucu polimer nano kompozitlerin özellikleri daha çok gelişmiştir. Böylelikle polimer nano kompozitlerin gerilme dayanımı ve sertliği artmış, ısıl dayanımı artmış, bariyer özellikleri gelişmiş, maliyeti düşmüş ve modül değerleri artmıştır.

2.4.2. Polimer matris ile tabakalı nanokompozit yapısı

Polimer - kil kompozitleri konvensiyonel kompozitler ve nano kompozitler olarak ikiye ayrılırlar. Nano kompozitler ise iki gruba ayrılırlar; araya sokulan (intercalated) ve dökülen (exfoliated) [10].

Katmanlı silikatın konvensiyonel dolgu görevi yaptığı konvensiyonel kompozit, silikat tabakaları arasına polimer eklenmesi ile oluşan araya sokulan nano kompozit ve dökülen nanokompozit çeşitleri Şekil 2.2.'de gösterilmiştir.



Şekil 2.2. Katmanlı silikat polimer türleri [10]

Mikrokompozit (Konvansiyonel)

Konvensiyonel kompozitlerde kil mineralleri polimer matrisinde bulunurlar fakat polimer kompozit tabakaları arasına nüfuz etmemiştir. Bu kompozitlerdeki inorganik fazlar dolgu maddesi olarak görev alırlar ve ekonomik etkileri dışında çok önemli bir görev yerine getirmezler. Bu kil mineralleri bazı durumlarda malzemenin modülünü veya optik özelliklerini geliştirebilirler fakat aynı anda malzemenin diğer özelliklerini (kırılma ve elastiklik) zayıflatırlar [11].

Araya sokulan (İntercalated) nanokompozit

Araya sokulan nano kompozitler bugüne kadar malzeme bilimi için hep çekici bir konu olmuştur ve böyle devam edecekleri düşünülmektedir. Düşük geçirgenlik ve dielektrik güçlerinin yanında, lineer olmayan optik özellikleri ve elektriksel kondaktiviteleri bu nano kompozitlerin en önemli özellikleridir. araya sokulan nano kompozitler polimerlerin direkt araya katılmaları ya da araya sokulan monomerlerinin 'in-situ' polimerizasyonu ile sentezlenirler. Bir oligomerin araya sokulması ile başlayan araya sokulan, nano kompozit galerilerinde radikal iyon polimerizasyonu ile devam eder. Eğer polivinil alkoller ya da polietilen oksitler gibi hidrofilik polimerler kullanılırsa araya sokulan işlemi sıvı bir solüsyonda gerçekleşir ve kil tabakaları şişkin durumda bulunurlar. Spontane gerçekleşen araya sokulan için hidrofilik prepolimerler daha uygundur ama çözücünün daha önceden giderilmiş olması gerekir [11]. Organik solventler hidrofilik polimerler için de kullanılabilir. Bu işlem için bir başka metotta 'neat condition'(düzgün durumda) kompozit sentezlenmesidir. Bu yolla solventin giderilmesine gerek kalmaz [11].

Dökülen nanokompozit

Dökülen polimer nano kompozitler, saf polimerlere göre çok daha üstün özellikler göstermektedirler. Toyota bu metodu kullanarak kili polimer

matrisinde dağıtan ilk kuruluş olmuştur. Fukusima organik olarak modifiye edilmiş kilin polimer matrisinde dağıldığını kanıtlamıştır. Bu araştırma sonunda malzemenin mekanik, bariyer, termal ve yanma geciktirme özelliklerinin geliştiğini kanıtlamışlardır. Bu araştırmanın bazı mekanik özellikleri Çizelge 2.2.' de verilmiştir.

Naylon-6 dökülen nano kompozitleri w-amino asidindeki hidrofilik amonyum katyonları ile montmorillonitteki Na^+ iyonlarının yer değiştirmesiyle sentezlenir. Bu bakımdan ϵ -kaprolaktamın zincir polimerizasyonu iç katmanlarda gerçekleşir. Bu yeni kompozit formları saf naylon-6'ya göre daha iyi performans göstermektedir (Çizelge 2.2.).

Çizelge 2.2. Toyota'nın naylon 6 kil kompozitlerinin mekanik özellikleri [11]

Kompozit Türü	Kil % Ağırlık	Gerilme Kuvveti (Mpa)	Gerilme Modülü (GPa)	Etki (kJ/m^2)	HDT ($^{\circ}\text{C}$)
Exfoliate	4,2	107	2,8	2,8	145
Taktoid	5,0	61	1,0	2,2	89
Saf Polimer	0	69	1,1	2,3	65

HDT: Isı Dağılım Sıcaklığı

Dökülen polimer nano kompozit sentezinde en çok kullanılan yöntem 'in-situ' polimerizasyon yöntemidir. Bu amaç için çok şiddetli kimyasal ya da mekanik bir güç gerekir, çünkü bizim dökülen bir faz oluşturmamız gereklidir. Termoset bir sistemde dökülen polimerizasyonu gerçekleştirebilmek için polimerizasyonun iç ve dış galeri oranını kontrol etmemiz gerekir. İdealde galerilerdeki polimerizasyon oranı katalitik katyonlara bağlıdır. Katalitik katyonlar galerilerdeki polimerizasyon oranını arttıırırlar. Diğer bakımdan galeri dışı polimerizasyon oranı galeri içi polimerizasyon oranını geçerse; dökülen nano kompozit yerine konvensiyonel ya da en iyi ihtimalle 'araya sokulan nano kompozit elde edilir.

Dökülen nano kompozitler mekanik özellikleri çok fazla geliştirirler. Kil taneciklerin turbo statik gruplaşması nano kompozite düşük geçirgenlik ve yüksek yanma dayanımı sağlamıştır [11].

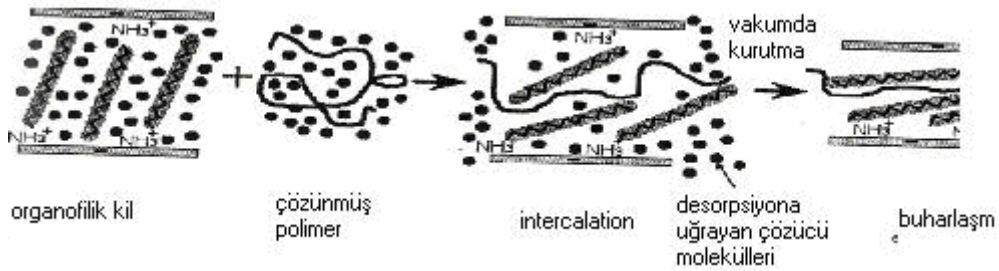
2.5. Nanokompozit Sentezi

Polimer-kil nanokompozitleri üretebilmek için temelde dört farklı yöntem uygulanmaktadır.

1. Çözelti Yaklaşımı
2. In-situ Polimerizasyonu
3. Eriyikten Hazırlama Yaklaşımı
4. Sol-Jel Tekniği

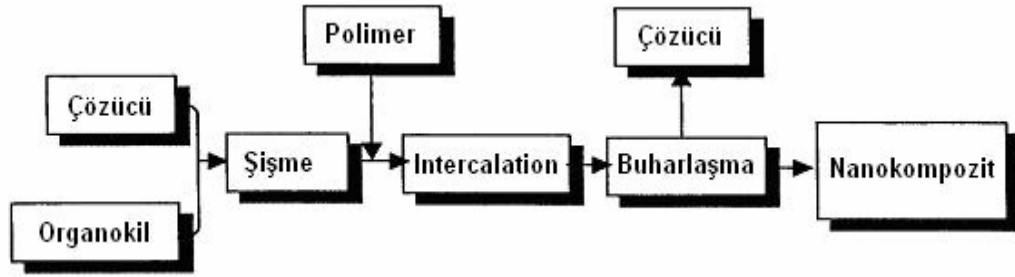
2.5.1. Çözelti yaklaşımı

Organokil organik bir çözücü içinde çözünür. Polimer tabakaların üstünde absorplanır. Daha sonra çözücü buharlaştırılır ve tabakalar polimerin arasına yerleşerek düzgün çok katlı bir yapı oluşturmak için yeniden birleştirilir [12]. Bu proses şematik olarak Şekil 2.3.'de gösterilmektedir.



Şekil 2.3. Çözelti yaklaşımı yönteminin şematik görünümü [14]

Endüstriyel uygulamalar için ekonomik bir yöntem değildir. Çünkü bu uygulamada çok fazla miktarda çözücü kullanılır [13]. Çözelti yaklaşımı yönteminin akış diyagramı Şekil 2.4.'de verilmektedir.

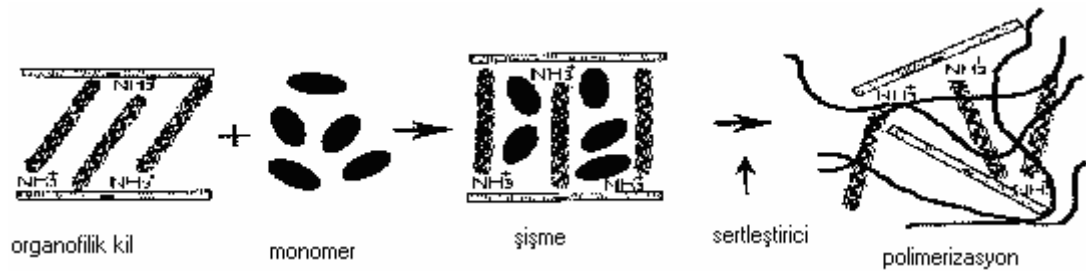


Şekil 2.4. Çözelti yaklaşımı yönteminin akış diyagramı [13]

2.5.2. In-Situ polimerizasyonu

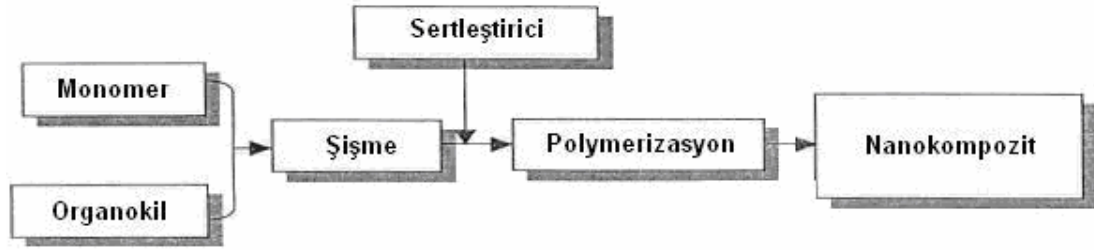
Yöntem, monomer moleküllerinin şişmiş olan plakaların arasına girerek polimerleşmesi sonucunda oluşan yapıdır. In-situ polimerizasyonunda monomer moleküllerinin polaritesi etkisiyle kil tabakaları arasına yerleşir ve polimerizasyon olur. Polimerizasyon reaksiyon ısısı yada radyasyonla, uygun bir sertleştirici veya katalizör yardımıyla başlatılır [13].

Monomerlerin silika tabakalarının içinde absorpsiyonu sırasında polar monomer molekülleri yüksek yüzey enerjisi nedeniyle çekilir ve böylece polar monomer moleküller kil tabakaları arasında difüzyona uğrar. Monomerin başlatıcı madde ile reaksiyona başladığı zaman polimerizasyon başlar [13]. Bu proses şematik olarak Şekil 2.5'de gösterilmektedir.



Şekil 2.5. In-situ polimerizasyonunun şematik olarak görünümü [13]

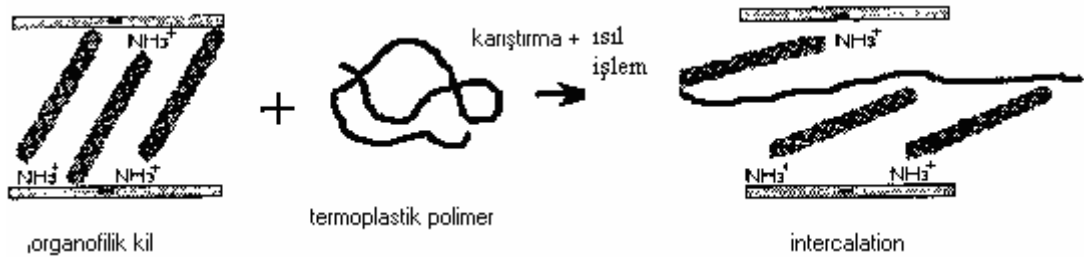
In-situ polimerizasyonu yönteminin akış diyagramı Şekil 2.6.'de gösterilmektedir.



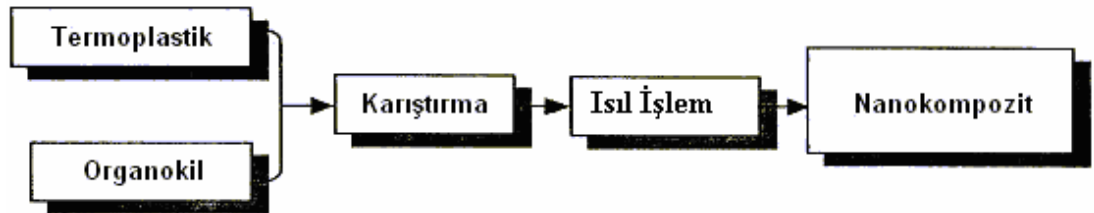
Şekil 2.6. In-situ polimerizasyon yönteminin akış diyagramı [13]

2.5.3. Eriyikten hazırlama yaklaşımı

Tabakalı silika eriyik fazdaki termoplastik matrisle mekanik olarak karıştırılır. Nanokompozit hazırlamak için karışıma camsı geçiş sıcaklığının (T_g) üzerinde işlem yapılır. Bu proses Şekil 2.7.'de şematik olarak gösterilmektedir. Çözücüye gerek yoktur. Eğer tabakaların yüzeyleri polimerlerle yeterince uyuşabilir bir yapıdaysa tabakalar arasındaki bölgeye polimer zincirleri yerleşir ve nanokompozit oluşur. Eriyikten hazırlama yaklaşımının akış diyagramı [14]. Şekil 2.8.'de gösterilmektedir.



Şekil 2.7. Eriyikten hazırlama yaklaşımı şematik olarak görünümü [13]



Şekil 2.8. Eriyikten hazırlama yaklaşımı yönteminin akış diyagramı [13]

2.5.4. Sol-Jel yöntemi

Başlangıç malzemesi olarak genellikle metal alkoksitlerin belirli oranlarda su ve asitle birleştirilerek bir solüsyon meydana getirilmesi ve bu solüsyonun belirli sıcaklıkta (90°C civarında) karıştırılması neticesinde solüsyon içerisinde birbirine izleyen hidroliz ve kondenzasyon reaksiyonları sonucunda jelin meydana gelmesidir.

Burada *sol* sözcüğü bir sıvı faz (sürekli faz) içerisinde dağılmış katı tanecikleri, *jel* ise katı faz ile sıvı faz arasındaki bir yapıyı (sürekli faz katı fazıdır) ifade eder [14].

Sol-jel prosesinde kullanılacak metal alkoksitler su / metal alkoksit molar oranı ayarlanarak sıcak su içerisine konur ve sürekli bir şekilde karıştırılır. Bu sırada ilk adım olarak hidroliz reaksiyonu başlar.

Sol-Jel işleminin avantaj ve dezavantajları

Avantajları:

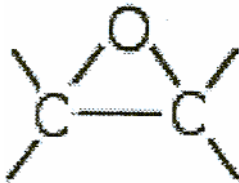
1. Kullanılan başlangıç malzemelerinin sistem içerisinde homojen dağılım sağlar.
2. İleri teknoloji malzemelerinin üretiminde kullanılan çok ince ($< 1\mu\text{m}$), saf ve homojen tozların elde edilmesi mümkündür.
3. Organik çözücüler kullanılabilinmektedir.
4. Kaplamalar için istenen oranda uygun viskozite elde edilmesini sağlar.
5. Enerji tasarrufu sağlar.

Dezavantajları:

1. Ham maddesi yüksek maliyetlidir.
2. İşlem sırasında büyük miktarlarda çekme olabilir.
3. Kalıcı ince gözenekler görülebilir.
4. Kalıcı hidroksiller olabilir.
5. Kalıcı karbon olabilir.
6. Organik çözeltilerin sağlık üzerine yaptığı tahribatlar vardır.
7. İşlem zamanının uzundur.

2.6. Epoksi Reçinesi

Epoksi reçineleri adını yapısında bulunan epoksi fonksiyonel gruplarından almıştır (Şekil 2.9). Epoksi reçinelerinin her bir molekülünde bir veya daha fazla epoksi grubu vardır. Epoksi reçineleri Şekil 2.9.'da görüldüğü gibi oksijen bağlarına sahip eteri yapısında bulundurur. Ticari epoksi reçineleri alifatik, sikloalifatik veya aromatik arka bağlar içerir [15].



Şekil 2.9. Epoksi fonksiyonel grubu

Epoksi reçinesi ilk olarak 1930 yılının sonunda S.O. (Amerika) ve Pierre Greenlee (İsviçre) bilim adamları tarafından sentezlenmiş ve birçok endüstriyel uygulamalar için kullanılmıştır. Bu uygulama alanları; yapı malzemeleri, kaplamalar, kompozit malzemeler, havacılık, laminantlar, yapıştırıcılardır [15].

Epoksi diğer polimer matrislere göre pahalı olmasına rağmen, kompozitler için en çok tercih edilen polimer matristir. Epoksilerin en çok kullanılan polimer matris olmasının başlıca sebepleri,

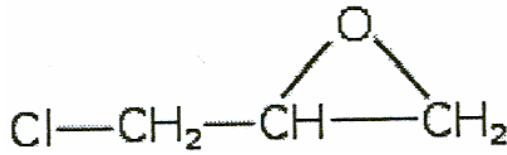
- Çekme ve darbe dayanımları oldukça yüksektir.
- Aşınmaya karşı çok dayanıklıdır.
- Yüksek sıcaklıkta iyi mekanik ve fiziksel performans.
- Hangi düzgünlük ve dokuda olursa olsun, herhangi bir yüzey yapıştırabilir.
- Oda sıcaklığında katılaşabilirler.
- Düşük viskozite ve düşük akış hızı.
- Kürleşme süresince uçuculunun düşük olmasıdır.
- Yüksek elektriksel direnç.
- Yüksek kimyasal direnç [16].

Epoksilerin çapraz bağlanma sırasında uçucu madde oluşmaz, çapraz bağlanma sonrası büzülme oranları da (%1-5) düşüktür. Ancak fiyatları yüksektir ve pişirme zamanları uzundur. Pişirme zamanını azaltmak amacıyla hızlandırıcılar kullanılarak çapraz bağlanma tepkimeleri hızlandırılır. Kullanım sıcaklıkları polimer özelliklerine bağlı olarak 150°C ye çıkar [18].

Epoksiler, epoksi gruplarının kendi aralarında homopoimerizasyonu veya anhidrid, amin, novalak gibi maddelerle reaksiyona girmesiyle elde edilirler. En yaygın olarak kullanılan epoksi reçineleri alkali katalizör eşliğinde epikloroanhidrin ile bisfenol-A'nın reaksiyonu ile elde edilir.

2.6.1. Epikloronhidrin

Epiklorhidrin, propilenden sentezlenir ve sentetik gliserin prosesinin ara ürünüdür. Epikloroanhidrin renksiz bir sıvıdır. Yapısında kloroform gibi çözücüler içerir. Kimyasal yapısı Şekil 2.10.'da gösterilmiştir.

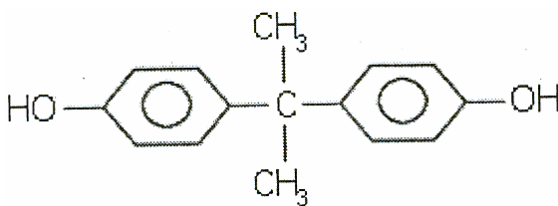


Şekil 2.10. Epiklorohidrinin kimyasal yapısı

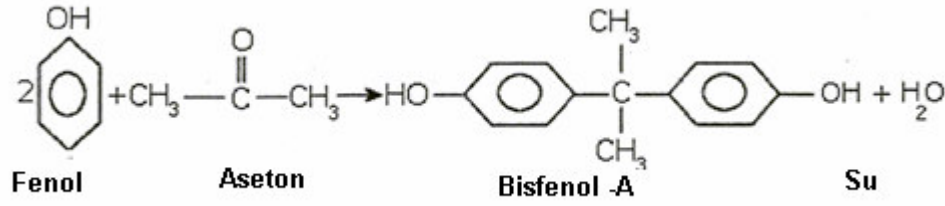
Epiklorohidrinin, propilenin klorlanması sonucu elde edilen maddenin hipokloröz asit ile reaksiyona girer ve bu reaksiyon sonucu oluşan diklorhidrin yüksek sıcaklıklarda NaOH ile reaksiyona girerek hidrojen ve klor atomu açığa çıkartır [20].

2.6.2. Bisfenol-A

Bisfenol-A epoksi üretiminde en sık kullanılan dihidrit fenoldür. Çok yaygın kullanılmayan bir maddedir ve genellikle petrol endüstrisinde aseton ve fenolün kondenzasyonu ile oluşur. Kimyasal yapısı Şekil 2.11'de gösterilmiştir.



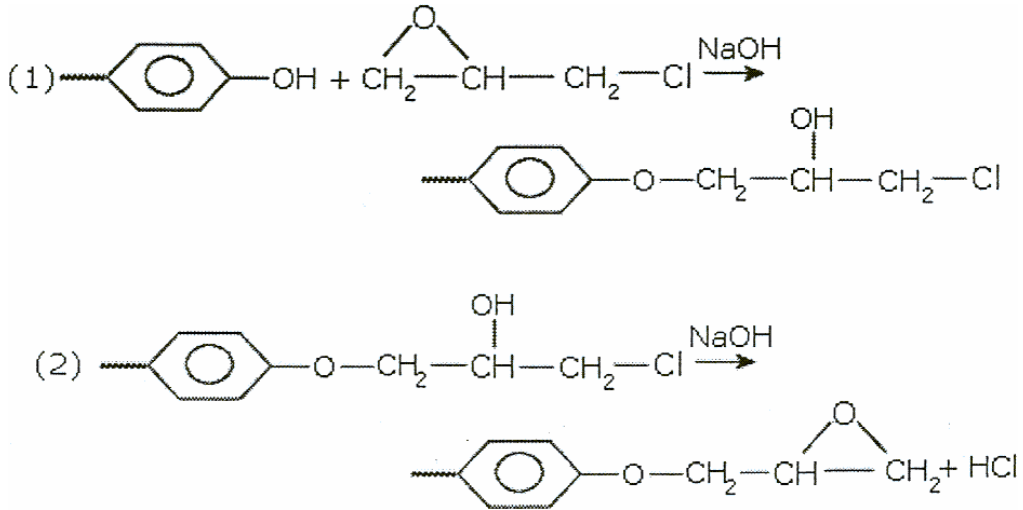
Şekil 2.11. Bisfenol-A molekülünün ideal kimyasal yapısı



Şekil 2.12. Bisfenol-A'nın oluşum reaksiyonu

2.6.3. Digliserid Eter Bisfenol-A (DGEBA)

En sık kullanılan epoksi reçinesi digliserid eter bisfenol-A (DGEBA) dır. DGEBA epoksi reçineleri alkali katalizör eşliğinde epikloroanhidrin ile bisfenol-A'nın iki basamaklı reaksiyonu sonucunda sentezlenir.



Şekil 2.13. Digliserid eter bisfenol-a (DGEBA) ' nın kimyasal yapısı [20].

Reçinelerin üstün performans karakterterlerinin bir kısmı bisfenol ile (dayanıklılık, sertlik ve yükseltilmiş ısı performans), eter bağları ile (kimyasal dayanım), hidroksil ve epoksi grupları ile (yapışkan özellikler ve serbestlik değerleri ya da çok değişik kimyasal sertleştirici ile tepkimeye girebilme) devir edilir [20].

2.7. Kürleştirici

Epoksi reçineleri kolaylıkla sıvı halden sert termoset katı hale geçerek hal değiştirebilirler. Bu sertleşme kimyasal bir katkının (kürleştirici) eklenmesi ile gerçekleşir [20].

Reçineler aşağıda verilen üç reaksiyon sonucunda kürleşerek termoset bir yapı oluşturur:

1. Epoksi gruplarının birbirlerine direkt olarak bağlanması.
2. Epoksi gruplarının aromatik veya alifatik hidroksillerle bağlanması.
3. Kürleştiriciyle çapraz bağlanma çeşitli radikal gruplar arasında gerçekleşir.

Uzun yıllardan beri yapılan çalışmalar sonucunda epoksi reçineleri için çok çeşitli kürleştiriciler geliştirilmiştir. Kürleştirici seçiminde en az reçine kadar önem taşımaktadır. Reçine sistemi için seçilen kürleştirici ne kadar uygun olursa oluşan ürünü performansı da o kadar iyi olur.

Kürleştiricileri iki grup altında toplayabiliriz. Bunlar katalitik kürleştiriciler ve ko-reaktif kürleştiricilerdir.

Katalitik kürleştirici

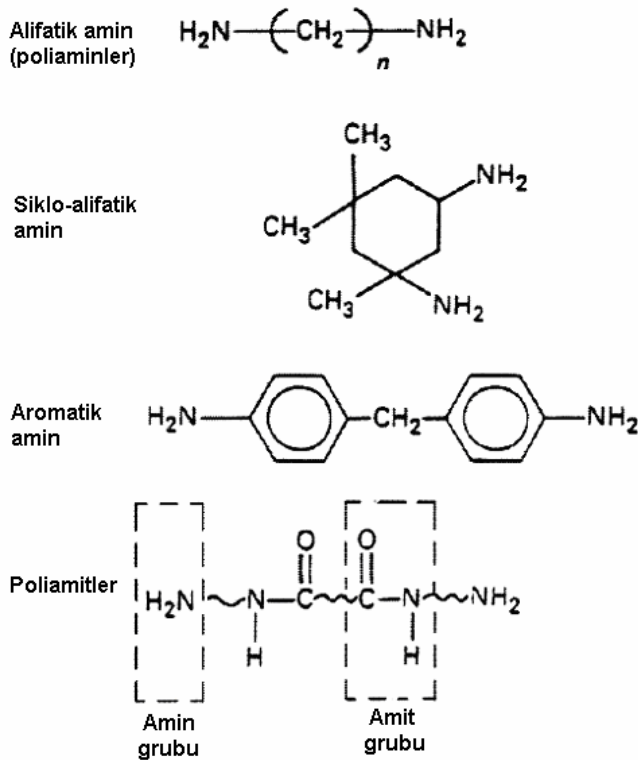
Katyonik ve anyonik katalitik kürleştiriciler kürleşme prosesi sırasında Levis asit yada bazın kürleşmesiyle reçinenin homopolimerizasyonu başlar. Bu tip kürleştiriciler yardımıyla malzemenin elektriksel ve fiziksel özellikleri iyileştirilir. Katalitik kürleştiriciler oda sıcaklığında uzun, yüksek sıcaklıklarda ise daha kısa kürleşme zamanı sağlarlar [20].

Ko-reaktif kürleřtiriciler

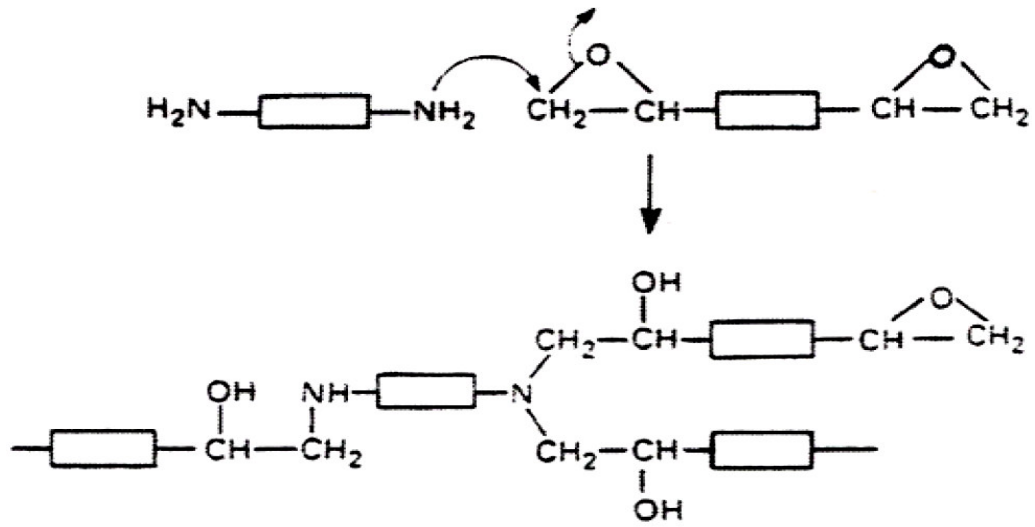
Polifonksiyonel ayıraç olan ko-reaktif kürleřtiriciler, epoksi reçineleri içinde stokiometrik miktarlarda kullanılır ve aktif hidrojen atomlarını yakalarlar.

Poliaminler, poliamidler, polifenoller, polikarboksilasitler ve anhidretler önemli ko-reaktif kürleřtiricilerdir. Poliaminler alifatik, aromatik, sikloalifatik ve heterosiklik gruplar olmak üzere geniş bir kürleřtirici sınıfına sahiptir [21].

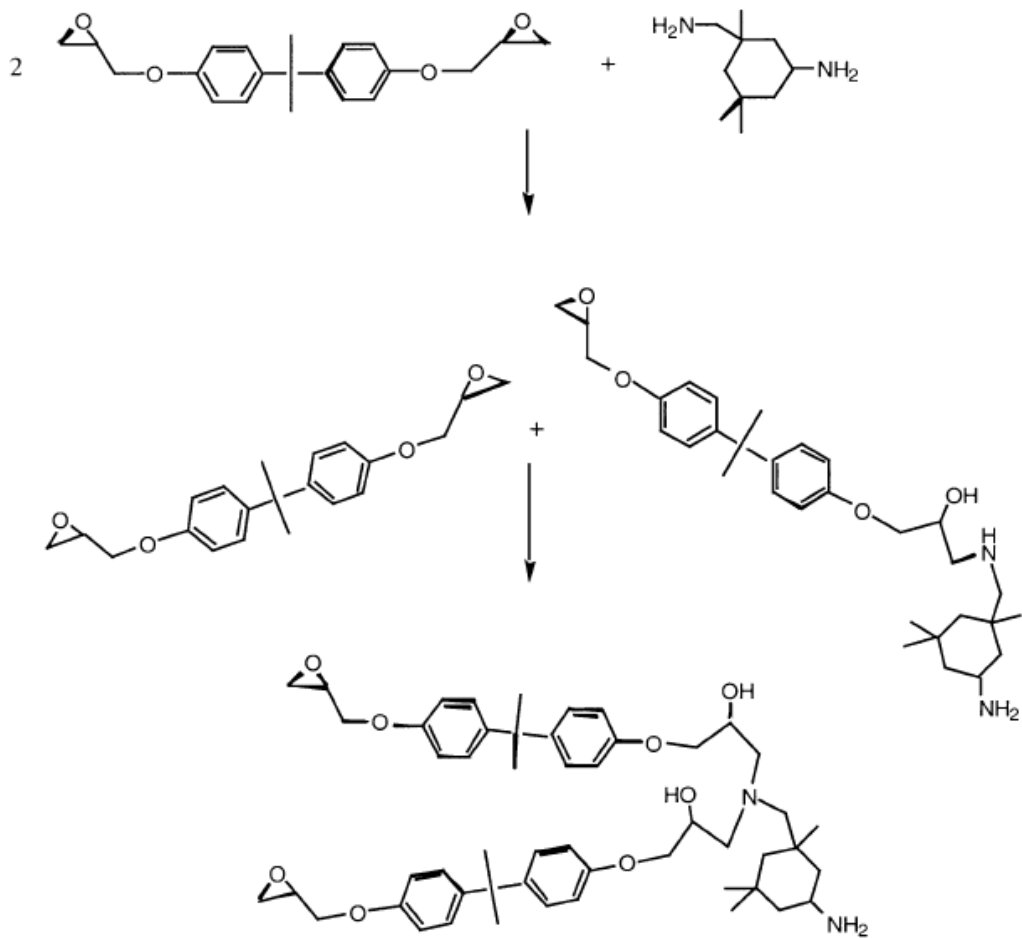
Genel kullanımlarda en sık kullanılan epoksi kürleřtiricileri Şekil 2.14.'de gösterilen alifatik, siklo-alifatik, aromatik aminler ve poliamitlerden oluşmaktadır. Birçok amin için, çapraz bağlanma reaksiyonu Şekil 2.15.'deki basitleřtirilmiş reaksiyon üzerinden yürür. Buna göre, çapraz bağlı yapının dallanmış noktalarını vermek için her birincil amin grubu iki epoksi grubuyla reaksiyona girer.



Şekil 2.14. Epoksi reçine kürleřtiricileri



Şekil 2.15. Epoksi reçinelerin amin çağraz bağlanması



Şekil 2.16. DGEBA'nın siklo-alifatik aminle kürleşme reaksiyonu

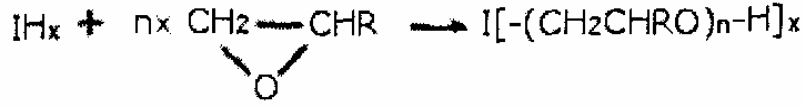
Şekil 2.16.'da DGEBA epoksi reçinesinin Şekil 2.14.'de yapısı gösterilen sikloalifatik aminle (izophoronediamine (IPDA)) kürleşme reaksiyonu şeması verilmiştir. Birincil amin epoksi halkasıyla reaksiyona girer, halkayı açar ve reaksiyonu katalizleyen hidroksil grubu oluşur, bir başka epoksi halkasıyla reaksiyona girmek için ikincil amin hazırdır ve böylece çapraz bağlar oluşturulur.

Bu çalışmada sertleştirici olarak sikloalifatik amin kullanılmıştır. Sikloalifatik aminler oda sıcaklığında hızlıca sertleşir fakat oda sıcaklığında kürleşmelerini tamamlamaları pek mümkün değildir. Jelleşen malzemeler sert görünürler ve yaklaşık T_g değerleri $55\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'dir. Fakat çok kolay kırılır ve kürleşmeleri %60'dan daha azdır. Bu tip sertleştiriciler için önerilen kürleşme sıcaklıkları ve zamanları yaklaşık olarak şöyledir; 30 dakika $70\text{-}90\text{ }^{\circ}\text{C}$ daha sonrada 2-3 saat $150\text{-}170\text{ }^{\circ}\text{C}$. Sikloalifatik amin sertleştiriciler malzemeye çok iyi elektriksel, kimyasal ve mekanik özellikler sağlar.

2.8. Polieter Poliol

Polieter polioller, epoksitlerin anyonik halka açılma ve katılma polimerizasyonu ile elde edilirler. Özellikleri yapıya ve molekül ağırlığına bağlı olarak viskoz sıvıdan katı yağlara kadar değişiklik gösterebilir. Çoğu ticari polieter polioller etilen ya da propilen oksit bazlı veya bu ikisinin kombinasyonu ile elde edilirler. Üç fonksiyonellikli polieter polioller gliserol yada trimetilolpropan başlatıcılı sistemde propilen oksit bazlı olabilir [22].

Fiziksel özellikleri mono-, di- yada poli fonksiyonellikli başlatıcıların kullanılmış olmasından ve polimer molekülünde bulunan alkilen oksit grubunun çeşitinden etkilenebilir. Viskozite, viskozite indeksi, su ve yağdaki çözünürlüğü ile yüzey aktivitesi de aynı şekilde etkilenir. Özgül ağırlığı, kırınma indisi ve ısı kapasitesi nispeten daha az etkilenir.



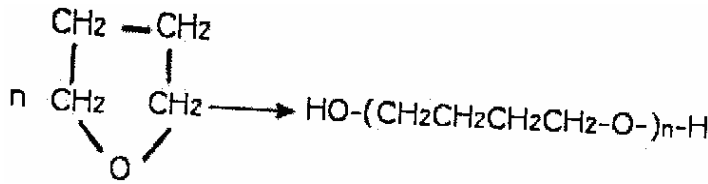
Şekil 2.17. Alkilen oksitten poliol üretiminin model reaksiyon diyagramı

Poliol oluşumu alkilen oksit bileşiğinin aktif hidrojen bileşiğine azar azar eklenmesi ile yada kataliz amaçlı başlatıcının ortama ilavesiyle başlatılabilir.

Şekil 2.17.'de görüldüğü gibi, başlatıcı IH_x herhangi bir sayıda (x) her biri ortalama n sayıda 1,2-alkilen oksit molekülü ile reaksiyon verebilecek aktif hidrojene sahip olabilir.

Aktif hidrojen bileşikleri propilenlikol, gliserol ve trimetilolpropandır. En çok kullanılan katalizör KOH dur [22].

Diğer bir polieter poliolü üretim metodu aşağıda belirtildiği gibi, politetrametilen eter glükol yada polioksitetrametilen glükol (PTMEG) oluşturmak üzere tetrahidrofuran gibi halkalı eterlerin halka açılma polimerizasyonudur [23].

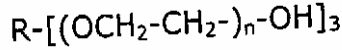


Şekil 2.18. Halkalı eterlerden poliol üretimi model reaksiyon diyagramı

Diğer bir polieter poliolü graft yada polimer poliolü dür. Graft poliollerleri bir poliole kısmı olarak aşılınmış stiren ve akrilonitrilin serbest radikal polimerizasyonu karışımlarının dispersiyonlarıdır.

Polieter poliolleri endüstride yaygın olarak kullanılm alanları bulurlar. Sert ya da yumuşak süngerlerin, kaplamaların elastomerlerin ve yapışkanların

üretimi bunlardan bazılarıdır. Bu çalışmada kullanılan polieter polieter poliolünün yapısı Şekil 2.19.'da gösterildiği gibidir.

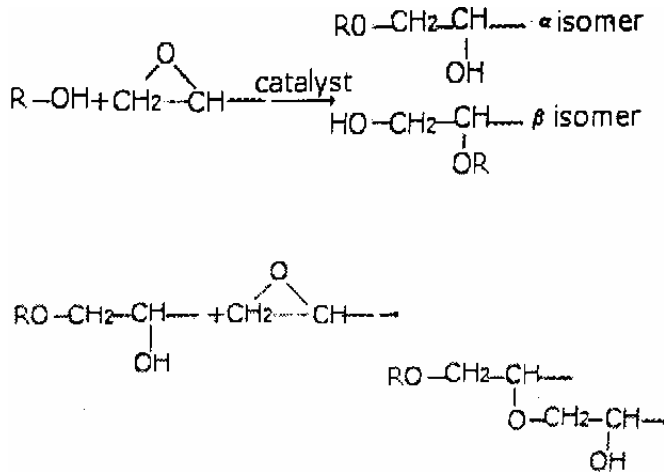


Şekil 2.19. Polieter poliolünün kapalı formül kimyasal yapısı

2.8.1. Polieter poliollerinin epoksi reçinesi ile reaksiyonu

Epoksi gurubu şayet katalizlenmemişse, 200° C ye kadar saf reçineler için ispatlandığı üzere, yüksek molekül ağırlıklı reçine yapısında bulunan hidroksil gurubu ile reaksiyona girmemektedir. Bununla birlikte uygun koşullar altında epoksi-hidroksil reaksiyonu bir kez başladığında reaksiyon hızla devam etmektedir. Bu reaksiyonu ilerletmek için kullanılan katalizörler asidik veya bazik olabilir. Baz katalizörleri bazik birincil veya ikincil aminlerdir.

DGEBA tipi epoksi reçinesi ile polieter poliolü arasındaki olası reaksiyon Şekil 2.20'deki gibi yürümektedir. Her ne kadar ilk reaksiyonda iki izomer bulunabilme ihtimali olsa da, ikisi de polimerizasyon reaksiyonunu ilerletmesi mümkün olan bir hidroksil sağlamaktadır. α izomerinin ileri reaksiyonundan anlaşılabileceği üzere reaksiyon hidroksiller üzerinden ilerlemektedir.



Şekil 2.20. Epoksi reçinesi ve polieter poliolü arasındaki muhtemel reaksiyon

2.9. Silika

Silika olarak adlandırılan SiO_2 tabii mineral ve sentetik amorf silika şekillerinde kullanılır. Tabii mineral olarak kum, kuartz ve kidelgul en çok kullanılırlar. Poliester ve epoksi reçinelerinde dolgu olarak kullanılır.

Silika çok aşındırıcı bir dolgu malzemesidir ve proses esnasında kalıplama yüzeyine zarar verebilir. Bundan dolayı silika dolgu malzemeli ürünlerin işlenmesi zordur. İşlenebilmeleri için tungsten karbür veya elmas kesme ağıtları kullanmak gerekir [24].

Bu çalışmada takviye sistemi olarak fume silika kullanılmıştır. Fume silika amorf silikon dioksitten oluşur. Fume silikanın oluşum prosesi şu aşamalarla gerçekleşir. Uçucu triklorosilan, hidrojen ve oksijen alevin çine yerleştirilir. Alevin içindeyken yaklaşık 1200 °C'deki hidroliz sonucu, fume silika ve hidrojen klorür oluşur. Alevin içindeki reaksiyon koşullarında, yüksek viskoziteli yaklaşık 10 nanometre boyutundaki birincil, SiO_2 tanecikleri ortaya çıkar. Bu taneciklerin SiO_2 yüzeyleri pürüzsüzdür ve mikro-gözenek içermez.

Alevin içindeki bu birincil tanecikler, eriyerek agregat denilen, 100 ile 500 nanometre boyutlarında, daha büyük birimler oluştururlar. Soğuma sırasında, bu agregatlar birbirlerine gevşekçe bağlanarak, üç boyutlu yapılar da denilen, aglomeratları oluştururlar.

Agregatlar (yüzyüze bakan pürüzsüz yapılar oluşturmak için eriyip birbirine bağlanmış birincil tanecikler bütünü olarak tanımlanır) açık yapılı ve makro gözeneklilerdir. Agregatların ve aglomeratların (gizli noktalarda birbirlerine hafifçe bağlanmış agregatlar ağı olarak açıklanabilir.) mevcut geniş yüzey alanları, onların yüksek spesifik yüzey alanlarına sahip olmalarını sağlar.

2.10. Kompozit Karakterizasyonu Test Yöntemleri

2.10.1. Mekanik testler

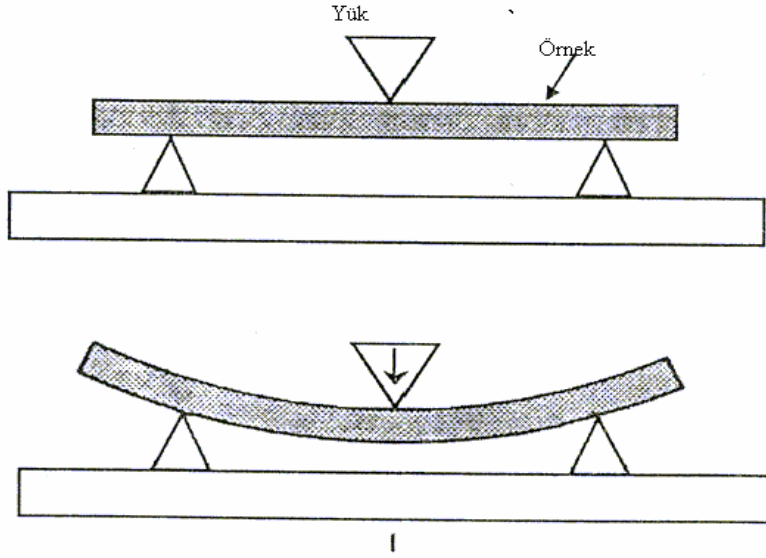
Mekanik testler örneğin sabit oranda gerilme, çarpma, sıkışma veya kopmaya maruz kaldığında kuvvetin tepkisini ölçmek için kullanılır. Mekanik testler polimerlerin mekanik özelliklerinin karakterizasyonunun tespitinde çok önemlidir.

Eğilme (Esneme) Testi

Esneme testinde, çubuk şeklinde bir numune mesnetlere yerleştirilir ve çubuğa dik şekilde eğme kuvveti uygulanır (Şekil 21). Kullanılacak numunenin boyutu ve test şartları ASTM-D790 standardına uygun olarak yapılır. Esneme tepkisi genellikle yüke karşı sapma (yön değiştirme) ile saptanır. Bu test ile ilgili iki farklı test yöntemi açıklanmıştır.

Test metodu 1'de sistemin üç tane yükleme noktası vardır. Sistemin ortasında kullanılan yüklemenin basitçe destek kirişinin üstünde olması istenilmektedir.

Test metodu 2 dört noktadan yükleme sistemini içermektedir. Buna göre iki kuvvet bitişik mesnetlerden, yükleme noktaları ile mesnetler arasındaki mesafenin $1/3$ ü ya da $1/2$ si kadar, bir mesafeden uygulanır [25].



Şekil 2.21. Eğilme testi aparatı [26]

Eğilme Dayanımı: Eğilme dayanımı, çubuğa eğilme kuvveti uyguladığı zamanki maksimum strese dayanmasıdır. Aşağıdaki eşitlikle eğilme dayanımı hesaplanır.

$$\sigma_f = (3FL) / (2bh^2) \quad (2.1)$$

Burada,

σ_f = Eğilme dayanımı, MPa

F = Yük, N

L = Mesnetler arası uzaklık, mm

b = Genişlik, mm

h = Kalınlık, mm

Eğilme Modülü: Eğilme modülü, belli bir oranda çekme geriliminin uzama değerine bölünmesi ile elde edilen değerdir. Çekme modülü çekme-uzama eğrisinden çizilen teğetin eğiminin belirlenmesi ile de hesaplanır.

$$E_B = L^3 m / 4bd^3 \quad (2.2)$$

Burada,

E_B = Esneme modülü, MPa

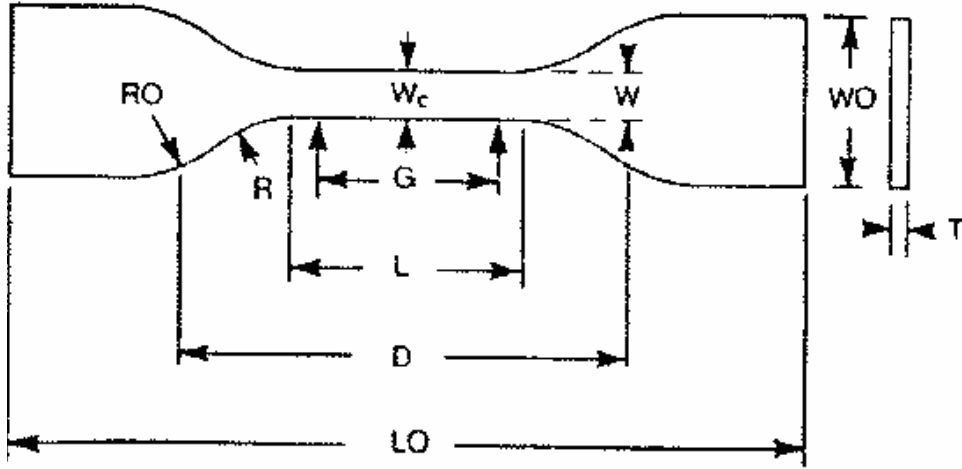
L = Mesnetler arası uzaklık, mm

b = Genişlik, mm

Çekme Testi

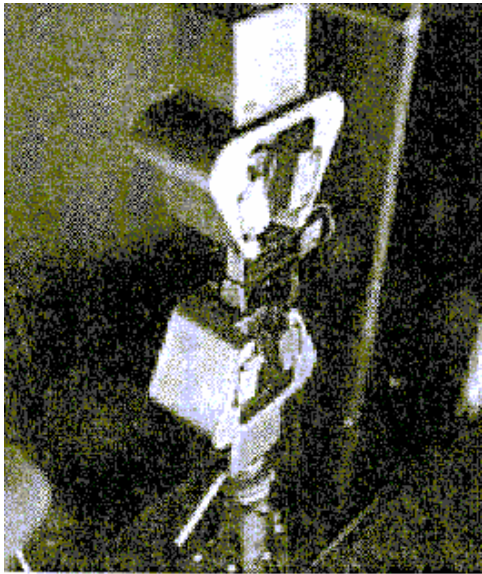
Polimerlerde mekanik özelliklerinin belirlenmesinde en sık kullanılan test yöntemidir. Çekme testinin gerçekleştirildiği şartlar ve numunenin özellikleri ASTM D-638 (Plastiklerin Çekme Özellikleri için Standart Test Metotları) standardına uygun olarak yapılır. Çekme testi, standartlara göre hazırlanmış numunesinin tek ekseninde, belirli bir hızla ve sabit sıcaklıkta koparıncaya kadar çekilmesidir. Şekil 22'da çekme testi numunesi gösterilmiştir. Deney sırasında, standart numuneye devamlı olarak artan bir çekme kuvveti uygulanır, aynı esnada da numunenin uzaması kaydedilir. Birim alana herhangi bir anda düşen yük miktarı ve gerilim olarak tanımlanır. Endüstriyel polimerlerin hemen hemen tümünün karakter çizelgesinde yer alan gerilim direnci ve uzama sonuçları, kopmada erişilen gerilim direnci ve uzamadır [27].

Bu testte gerekli güç dayanımları belirlenebilmekte, uzama miktarları ve uygulanan yük göz önünde bulundurularak esneklik ve kırılma hakkında yargıya varılabilmektedir. Resim 2.1'de örnek bir çekme testi aparatı gösterilmektedir.



Şekil 2.22. Çekme testinin modeli [27]

- W = Dar kısmın genişliği
- W_0 = Tüm genişlik
- D = Kıskaçlar arası mesafe
- R_0 = Dış yarıçap
- R = Pervaz yarıçapı
- L = Dar kısmın boyu
- G = Çap uzunluğu
- L_0 = Tüm uzunluk



Resim 2.1. Çekme testi aparatı

Çekme Dayanımı: Çekme dayanımı numunenin kopmadan önceki dayanabildiği maksimum gerilimdir. Gerilim numunenin ilk kesitindeki birim alanına herhangi bir anda düşen yük miktarı olarak da tanımlanır. Çekme dayanımı değerleri gerileme karşı uzama grafiklerinden bulunur [27].

$$\frac{F}{A} = \text{Stres} \quad (2.3)$$

Burada,

F= Kuvvet

A= Alan

$$\sigma = \epsilon \cdot E \quad (2.4)$$

Burada,

σ = Çekme gerilim direnci

ϵ = Uzama

E= Modül

Çekme Modülü: (Young's modül), Çekme modülü, bir malzemenin orantısal limitinin altında kalan gerilim/dayanım oranıdır. Malzemenin deformasyona ne kadar iyi dayandığını gösterir. Çekme modülü, belli bir oranda çekme geriliminin uzama değerine bölünmesi ile elde edilen değerdir. Çekme modülü çekme-uzama eğrisinden çizilen teğetin eğiminin belirlenmesi ile de hesaplanır.

Kırılma Noktasındaki Çekme Deformasyonu : Çekme gerilmesi numunenin kırılma noktasındaki uzaması yada deformasyonudur. Kırılma noktasında

meydana gelen deformasyondaki yüzde uzama değeri uzunluğun 100 ile hesaplanır [27].

$$\epsilon_b = \Delta L / L_0 \quad (2.5)$$

Burada,

L_0 = İlk ölçülen uzunluk

ΔL = Numunenin deformasyonu sırasında meydana gelen uzunluk değişimi ($L - L_0$)

2.10.2. Termal karakterizasyon

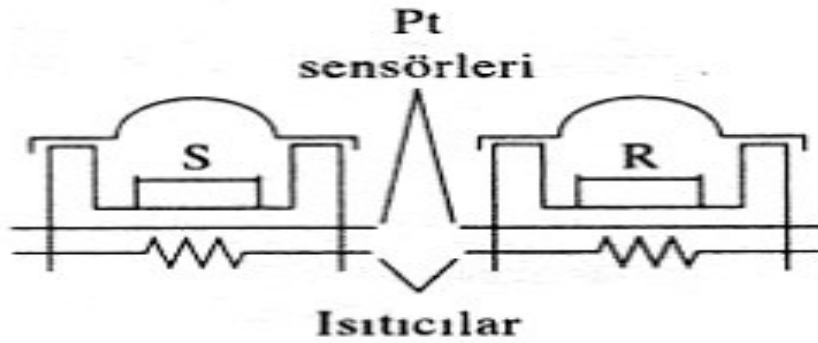
Termal Analiz, bir maddenin kontrollü biçimde ısıtılması ya da soğutulması sırasındaki fiziksel özellik değişimlerinin sıcaklığın fonksiyonu olarak ölçüldüğü ve yorumlandığı bir grup tekniktir.

Tam bir termal analiz sisteminde maddenin ağırlık kaybı, dönüşüm sıcaklıkları ve enerjileri, boyut değişimleri, viskoelastik özellikleri gözlenir. Bu ölçümler kimyasal tepkimelerin ve dinamik özelliklerin aydınlatılması, bileşim analizi, ürün kalite kontrolü açısından faydalı olur. Bu yöntemler polimer, ilaç, killer ve mineraller, metaller ve alaşımlar gibi çok çeşitli endüstri ürünlerinin hem kalite kontrol hem de araştırma çalışmalarında yaygın olarak kullanılmaktadır Termal analizin en geniş uygulandığı alanlar arasında seramik malzeme, plastikler, yakıtlar, toprak ve kil endüstrisi sayılabilir [28].

Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC)

Diferansiyel taramalı kalorimetri, numune ve referansın ısı akışı arasındaki farkı, kontrollü bir sıcaklık programı uygulayarak sıcaklığın fonksiyonu olarak inceleyen termal bir yöntem olarak tanımlanabilir.

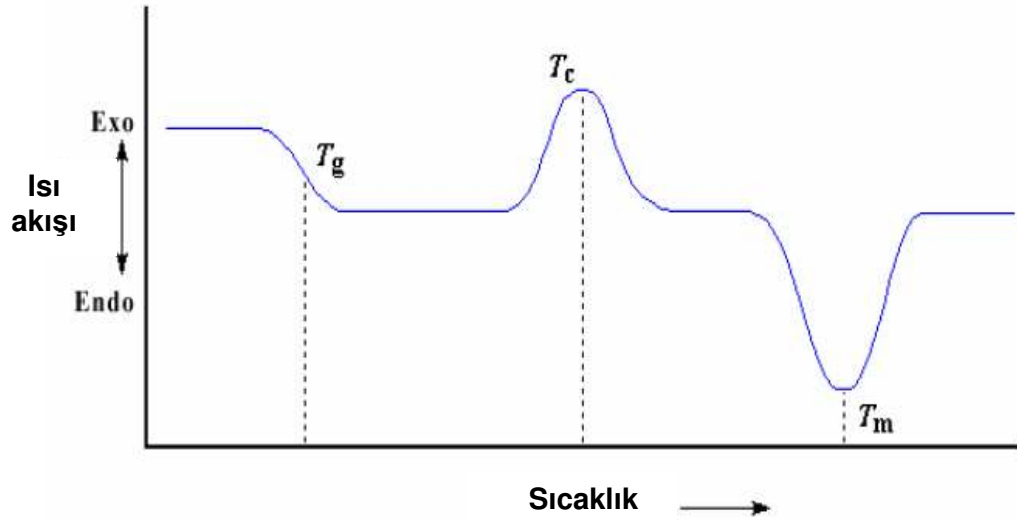
Bu tür termal analizde örnek madde ve referans madde belli bir sıcaklık programı altında kontrollü olarak ısıtılır veya soğutulur. Bu esnada eğer referans maddede fiziksel yada kimyasal bir değişiklik oluyorsa ya enerji açığa çıkacak yada enerji absorplanacaktır. Dolayısıyla da referans madde ve örnek sıcaklıklarını aynı düzeyde tutmak için sistem tarafından örnekten ısı alınması veya örneğe ısı verilmesi gerekir. Bu ısı alış verişi örnek maddenin geçirdiği dönüşümde söz konusu olan enerji değişimiyle aynıdır. Şekil 2.23.'de DSC numune tutucuları ve fırınlarının şeması verilmiştir.



Şekil 2.23. DSC numune tutucuları ve fırınlarının şeması [28]

Fırında numune ve referans koymak için birbirinden izole edilmiş iki kap bulunur. Kapların çok yakın bir yerine iki adet termoçift yerleştirilir. Termoçift bir sıcaklık farkı gösterdiğinde soğuk olan tarafa sıcaklık eşitleninceye kadar ısı eklenir. Sıcaklıkları eşit tutabilmek için uygulanan ısıtma hızı, örnek sıcaklığının fonksiyonu olarak kaydedilir. Termogramın y eksenini milivat/s veya milikalori/s birimleri ile verilir [28].

Diferansiyel taramalı kalorimetre ile, camsı geçiş sıcaklığı, termal bozunma sıcaklığı, çapraz bağlanma sıcaklığı, erime sıcaklığı ve kristalleşme sıcaklığı ölçülebilir. Şekil 2.24.'de örnek bir DSC termogramı verilmiştir.



Şekil 2.24. DSC termogramı [28]

(T_g: camı geçiş sıcaklığı, T_c: kristallenme sıcaklığı, T_m: erime sıcaklığı)

Termogravimetrik analiz (TGA)

Termogravimetrik analizde kontrol edilen atmosferdeki bir numunenin kütlesi, sıcaklığın veya zamanın fonksiyonu olarak artan sıcaklığa karşı kaydedilir. Kütlenin veya kütle yüzdesinin zamana karşı grafiği termogram veya termal bozunma eğrisi olarak adlandırılır.

Bu analiz tekniği bir maddenin sıcaklığındaki değişim sırasında meydana gelen dönüşümlerdeki ağırlık değişimlerini kantitatif olarak verir. Ağırlık değişimi yüksek sıcaklıklarda fiziksel veya kimyasal bağların kopması veya oluşumu sonucunda meydana gelir. Bu esnada ortaya çıkacak uçucu maddeler sistemden ayrılacağı için ağırlıkta azalma kaydedilir.

TGA verileri çeşitli kimyasal tepkimelerin mekanizmasını ve termodinamiğini aydınatabileceği gibi oluşan ürünler hakkında da bilgi verir. Termogravimetrik yöntemlerin uygulamalarının yoğunlaştığı en önemli alan, polimerlerle yapılan çalışmalar. Termogramlar, hazırlanan çeşitli polimer ürünleri için bozunma

mekanizmaları hakkında bilgi verir. Ayrıca bozunma şekilleri her bir polimer için karakteristik olduğundan, tanınmalarında da kullanılabilir [28].

2.10.3. Yüzey karakterizasyonu

Kimyanın, malzeme biliminin, jeoloji ve biyolojinin birçok çalışma alanında katı yüzeylerin fiziksel niteliği hakkında ayrıntılı bilgi sağlamak için yüzey karakterizasyonunda önemli bir teknik olarak kullanılan optik mikroskoptur. Optik mikroskopinin ayırıcılığı ışık dalga boyuna kırınımın etkisiyle sınırlıdır. Taramalı elektron mikroskopi (SEM), taramalı tünelleme mikroskopi (STM) ve atomik kuvvet mikroskopi (AFM) yüzey karakterizasyonunda kullanılan en önemli üç tekniktir. Bu tekniklerde iyi bir görüntü elde etmek için katı numunenin yüzeyi, hassas bir şekilde odaklanan elektron demetiyle veya uygun bir prop ile Raster düzeninde taranır [29].

Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

Bazı yapı elementleri çok çok ince veya çok küçük oldukları için bunları optik mikroskobu kullanarak incelemek çok zordur. Böyle durumlarda çok yüksek büyütme kabiliyetine sahip olan elektron mikroskobu kullanılır.

SEM analizinde, numune yüzeyi elektron ışınına tabi tutularak taranır ve toplanan elektron ışını yansıtılır, daha sonra aynı tarama oranında katot ışın tüpünün üstünde görüntülenir. Ekrandaki görüntü numunenin yüzey özelliklerin gösterir. Yüzey elektriksel iletken olmalıdır. Çünkü engellenmemiş veya yavaşlatılmamış bir şekilde toprağa akan elektronlar, yük birikimi nedeniyle oluşan gerçek olmayan yapay verileri en aza indirir. Ayrıca, elektrikçe iyi iletken numuneler genellikle ısıyı iyi ilettilerinden ısısal bozunma olasılığı en azdır. İletken olmayan malzemelerde ise numune yüzeyi tozlaşma veya vakum buharlaştırma uygulanarak ince bir metalik film tabakasıyla kaplanır. Kaplama işlemlerinde dikkat edilecek nokta, aşırı kalın kaplamanın yüzey ayrıntılarını örteceğidir. Bu nedenle optimum bir kalınlığın

seçilmesi gerekir. SEM de mümkün olan büyütme aralık çapı 10-50000 arasındadır dönüştürüleceği bir bilgisayar sisteminde toplanır [29].

Taramalı elektron mikroskop, katı yüzeyler hakkında morfolojik ve yüzeysel bilgi sağlar. Taramalı elektron mikroskop özellikle kompozit malzemelerde kırılma yüzeylerinin incelenmesinde kullanılarak; takviye sistemi ile matris sistemi ara yüzeyi ve aralarındaki etkileşim, matrisin takviye sistemini ıslatabilirliği ve matris içindeki tanecik dağılımı hakkında bilgi verir.

2.11. Literatürde Yapılan Çalışmalar

Incarnato ve arkadaşlarının yaptıkları çalışmada eriyik birleştirme (melt compounding) yöntemi ile sentezlenen üç değişik silikat katkılı, poliamid nano kompozitlerin dönme hızlarını incelemiştir. Bu çalışmada polimer matrisi poliamid 6 ve onun aromatik yapıdaki kopolimeri oluşturulmuştur. Ayrıca kullanılan kil de organik modifiye (organokil) edilmiş montmorillonittir. Viskoelastik ölçümlerin malzemenin nano boyuttaki yapısına çok duyarlı olduğu saptanmış ve bu ölçümlerin nano kompozit malzemeleri incelemede kullanılmasının uygun olduğunu belirtmişlerdir. Bu aşamada reolojik ölçümler (dinamik frekans taraması, sabit oran taraması ...) yapılmış ve sonuçlar TEM ölçümleri ile uyuşmuştur. Çalışmada üç değişik silikat oranı (%3, %6, %9) belirlenmiş ve laboratuarda ikiz dönerli karıştırıcıda 50, 80, 100 rpm (dönüş/dakika) dönüş hızlarında ölçüm yapılmıştır. Daha sonra polimerdeki ko-monomerin önemini anlamak için hibritin kil benzerliği ve yapısı incelenmiş ve bütün polimer matrisi olarak poliamid 6 kullanılarak, aynı koşullarda deney ortamı hazırlanmış ve sonuçlar karşılaştırılmıştır. Bu çalışmada kanıtlanan nano kompozitin akış kavis şekli, katmanlı silikatlarının polimer matrisindeki araya sokulan (intercalation) ve dökülen (exfoliation) seviyesiyle ilgili olduğudur. 80 rpm dönüş hızından daha yüksek karıştırma hızlarında ve %6 oranından fazla kil eklenmesi durumunda polimerin davranışı pseudo sıvıdan, pseudo katıya doğru kaymakta olduğunu göstermişlerdir [30].

Lan ve Pinnavaia yaptıkları çalışmalarda T_g (Cam Geçiş Sıcaklığı)' ye dayanan bisfenol A'nın digilisdil eteri epoksi sistemi uygun modifiye organik silikat eklendiğinde polimerin önemli gelişmeler gösterdiğini kanıtlamışlardır [31]. Dökülen nano kompozitler derinlemesine incelendiğinde iç galeri yüzeylerinin iki amaç için kullanıldığı görülmüştür. Birinci amaç bütün silikat katmanlı nano kompozitlerde geçerli olan iç galeri bölgesini organofilik hale getirme, dolayısıyla katmanlı silikalar arasındaki matris malzemenin araya sokma işlemine izin vermesinin sağlamaktır. Bu yüzeyin ikinci fonksiyonu da onyum iyonları ile yüzeyin epoksi polimerizasyon reaksiyonunda katalizör gibi davranmasını sağlamak olmuştur.

Lan ve arkadaşları da yüksek T_g 'exfoliated' epoksi nano kompozitleri sentezlemişler ve organik olarak modifiye edilmiş katmanlı silikatlarını katalizör olarak kullanmışlardır. Camsı durumda polimerin gerilim modülü %50 artmış ve ayrıca mukavemeti de %4 artmıştır.

Giannelis ve Massersmith yaptıkları çalışmada, yüzeyi katalitik ara yüz olarak kullanmaktansa hidroksi gruplarının, yüzeyde epoksi grupları ile reaksiyona girmesini sağlamış ve bu şekilde polimer matrisinin katmanlı silikatlar ile ilgili olması mümkün olmuştur. Saf epoksi modülü ile yeni modül kıyaslandığında nano kompozit modülün %58 daha yüksek camsı tabakaya ve %450 daha yüksek elastikiyete sahip olduğu anlaşılmıştır. Bu sonuçlar yüksek özellikteki gelişmelerin özellikle elastik malzemelerde gözlemlendiğini göstermiştir [32].

Marlene ve arkadaşlarının yaptıkları çalışmada, hiper dallanmış polimer ve montmorillonit kullanarak yeni bir tür nano kompozit sentezlemişlerdir. Üzerine -OH fonksiyonel grupları bağlanmış hiper dallanmış polimerin (HBP) ve modifiye olmamış Na^+ MMT (sodyum montmorillonit)'in dağılımı, kurutulduktan sonra 'exfoliated' nano kompozit oluşturmuştur maksimum %20 MMT eklenerek). Nano kompozit daha az MMT içerdiğinde ise oluşan 'intercalated' nano kompozitlerde tabaka kalınlığının hiper dallanmış

polimerin moleküler çapı ile doğru orantılı olduğu anlaşılmıştır. Organik olarak modifiye edilmiş MMT ve HBP'nin tetrahidrofurandaki dağılımları 'intercalated' nano kompozit oluşumunun herhangi bir MMT oranının dan bağımsız olmasını sağlamıştır. Bu noktada tabaka genişlemesinin HBP'nin moleküler çapından çok, organik modifiye edicinin polaritesi ile ilgili olduğu anlaşılmıştır. Poliüretan formuna sadece düşük limitlerde MMT/HBP katabilirken, bu düşük Na^+ MMT katkısı plato modülün yükselmesini sağlamıştır [33].

Ganguli ve Vaia yaptıkları çalışmada organik modifiye edilmiş katmanlı silikatları siyanat ester reçinesine dağıtarak siyanat ester nano kompoziti sentezlemişlerdir. Ağırlıkça eklenen %2,5'lik organik silikat katmanı polimerin fiziksel ve termal özelliklerinde büyük gelişmeler sağlamıştır (termal genişleme, T_g , termal stabilite). Polimerin cam geçiş sıcaklığı 354°C 'den 387°C 'ye çıkmıştır. Katılaşması ve eğilme modülü % 30 oranında artmıştır [34].

Tolle ve Anderson yaptıkları çalışmada 'in-situ' yöntemi ile elde edilen termoset epoksi nanokompoziti küçük açılı x ışını incelemiş ve 'exfoliated' ve 'intercalated' nano kompozitlerde sıcaklık ve zaman açısından yeni gelişmeler sağlamıştır. İki silikat sisteminin 'exfoliation' süresi proses sıcaklığı artırılarak düşürülmüş ve bu çalışma SAXS yöntemi ile gösterilmiştir. Sıcaklık ayrıca 'exfoliation' derecesini de etkilemiştir. Yüksek izotermal sıcaklıklarda 'exfoliation' daha yüksek derecede gerçekleşmiştir. İzotermal olmayan sıcaklıklarda ise, yüksek ısınma oranı 'exfoliation' yapının çabucak gerçekleşmesini sağlamıştır. Ayrıca bu yüksek oran 'exfoliated' yapının gelişiminin yüksek sıcaklıklarda olmasını sağlamıştır [35].

Dean ve arkadaşları yaptıkları çalışmada, %2,5-5 oranında modifiye edilmemiş Na^+ Montmorillonit (PGV), iki organik modifiye Na^+ Montmorillonit (PGV) ve PMR-15 metanol çözeltisini karıştırmıştır. Burada metanol modifiye olmayan kilin dağılımında kullanılmıştır (kilin dağılımına olanak sağlar). Dinamik ve mekanik analiz sonuçları termo mekanik özelliklerde çok

önemli gelişmelerin sağlandığını ortaya çıkarmıştır. %2.5 oranında eklenen kil eğilme modülü ve uzamada önemli gelişmeleri de beraberinde getirmiştir. Kil oranı ikiye katlandığında ise nano kompozitin bükülme özelliklerinde düşme görülmüştür. Buna karşın en iyi Tg sıcaklığı %5 kil eklenen örnekten elde edilmiştir. Silikat tabakasının polimerin gevşeme davranışı üzerindeki etkisi (Tg yükselmesi ve β genişlemesi) segmental kısımdaki polimer kil etkileşimine bağlıdır [36].

Kornmann, Lindberg ve Berglund'un yaptıkları çalışmada epoksi kil nano kompozit sentezinde killerin katyon değişim kapasitesinin önemli olduğu anlaşılmış ve bunun sebebinin, silikat tabakaları arasına girebilen alkil amonyum iyonu sayısının, bu değişime bağlılığı olarak belirlenmiştir. Bu noktada şişen fazın son nano kompozit yapısı için kritik olduğu anlaşılmıştır. Düşük katyon değişim kapasiteli montmorillonitin epoksi reçinesinde şişmesi sırasında 'exfoliated' yapı oluşturduğu görülmüştür. Örneklerin küreleşme kinetikleri, x ışını kırınımı ve yapısı incelenmiş ve nano kompozit sentezinin küreleşme kinetiği dışında küreleştirici maddenin galerilerdeki dağılma hızının da önemli olduğu anlaşılmıştır [37].

Spontak ve Pattel yaptıkları çalışmada termoplastik elastomerlerin multi-fonksiyonel polimerik malzemeler olduğunu ve sertleşmiş kauçuğun elastisitesi ile termoplastik malzemenin işlenebilirliğini birleştirdiğini belirtmişlerdir. Termoplastik elastomerlerin tanınmasında birçok ilerlemenin ve yeniliğin özetlendiği bu çalışmada saf termoplastik elastomerin, blok ve segment kopolimerlerinin, içerisine metalik tanecikler ve inorganik killer gibi parçacıklar karışmış termoplastik elastomer hibritlere yerini bırakacağı eklenmiştir [38].

Gloaguen ve Lefebvre'in yaptıkları çalışmada termoplastik killi nano kompozitlerin plastik deformasyonları incelenmişlerdir. Çalışmada iki sistem sunulmuş; birincisi naylon 6-kil hibriti içeren ve 'in-situ' polimerizasyonu amaçlanarak naylon matrisi 'exfoliated' yapıdaki kil plakalarına yapışan bir

polimer oluřturmak, ikincisi ise polipropilendeki kilin organofilik eriyik daėılımı ile hazırlanan ve polimer kil etkileřiminin daha dűřűk olduėu bir polimer oluřturma olarak belirlenmiřtir. Bu tűr gűçlendirmede sertlik saėlansa da esasında malzemede geliřmenin nano kompozitin őzenle hazırlanmasıyla elde edilebileceėi belirlenmiřtir. Malzemedeki gerilmenin ačíklanabilmesi ićin nano boyutta gűzlemler yapılması gerektiėi ayrıca vurgulanmıřtır [39].

Chan, Wu ve Li'nin yaptıkları alıřmada ise %75 yűksek yoėunluklu polietilen (HDPE) ve %25 polipropilen bir karıřtırıcıda karıřtırılmıřtır. Ortaya ıkan komponent fibrillenmiř ve 138  C'de elik silindirden geirilmiřtir. Elyaflanmış bant kűűűk paralara ayrılmıř ve HDPE'nin erime noktası altında tekrar modifiye edilmiřtir. Daha sonra malzemenin TEM sonularına bakılmıř ve 30-150 nanometre apındaki liflerin HDPE matrisinde oluřtuėu gűrűlműřtir. Polimerin esneme basıncı 60 MPa ve young modűlűnűn 3,5 GPa'a ıktıėı gűzlenmiřtir [40].

Sur ve arkadaşları 2001 yılında yaptıkları alıřmada polisűlfon organokil nano kompozitini bir özeltide dispersiyon tekniėi ile hazırlamıř ve bu nano kompozitin X ışını kırınımını, TEM, ekme-gerilme deėiřimlerini, termogravimetrik analizini őlműřlerdir. X ışını kırınımı ve TEM sonuları silikat katmanlarının tamamen daėılması ile 'exfoliated' yapının oluřtuėunu gűstermiřtir. Diėer őlűm sonuları mukavemetin, modűlűn ve termal stabilitenin arttıėını gűstermiřtir [41].

Tien ve Wei yatıkları alıřmada, farklı katmanlı silikat (aėırlık yűzdesi %1, %3 ve %5) ve farklı sert segment konsantrasyonlarında poliűretan nano kompozitler elde edilmiř ve mekanik őzellikleri incelenmiřtir. Sert segmentteki hidrojen baėlarındaki azalma artan montmorillonit konsantrasyonuyla deėiřtiėi ve aėırlık yűzdesi olarak %5 seviyesinde kesildiėi gűzlenmiřtir. En yűksek azalma farklı sert segment konsantrasyonları ićin %20 ile %37 arasında elde edilmiřtir. Mikro yapıdaki bu deėiřiklerin makro boyutta maddeye yansıması aık olarak gűsterilmiřtir.

En yüksek deęerler sert segment konsantrasyonundan bağımsız olarak, ağırlık yüzdesi olarak %1 montmorillonit olan nano kompozit poliüretanda elde edilmiş, saf poliüretana göre kopma dayanımında %70, uzamada ise %69 oranında artış gözlenmiştir [42].

Kelly ve arkadaşları yaptıkları çalışmada, epoksi reçinesi olarak diglycidlyeterbisfenol A ile az miktarda epoksifilik montmorilanitler kullanmışlardır. Bu montmorilanitler üç tip organik modifiye edicilerle modifiye edilmiştir. Bu çalışmada epoksifilik montmorilanit/epoksi bileşiklerinin saf epoksiye göre yüksek deęerde camsı geiş sıcaklığına (T_g), eğilme modülüne ve eğilme dayanımına sahip olduğunu göstermişlerdir [43].

Zerda, Laser ve arkadaşları yaptıkları çalışmada, intercalated nanokompozit sentezi yapmışlardır. Bunu hazırlamak için modifiye edilmiş montmorilanit tipi kil ve camsı epoksi kullanılmıştır. Camsı epoksi alifatik diamin ile kür edilmiştir. Nanokompozitlerde Young's modül deęerinin geliştięi gözlenmiştir, fakat en son dayanımda azalma ve gerilmede de başarısızlık tespit edilmiştir. Bu çalışmada makroskopik sıkışma davranışlarının deęişmedięi gösterilmiştir. Bu duruma rağmen sıkıştırımadaki hata mekanizması geliştirilememiş örneklerden farklıdır. Modifiye edilmemiş reçineye göre sertlik deęerinin %200 den fazla arttıęı gözlenmiştir. Malzemenin yüzey karakterizasyonu için SEM ve AFM kullanılmıştır [44].

Harrani ve arkadaşları yaptıkları çalışmada, epoksi reçinesini sertleştirebilmek için farklı konsantrasyonlarda poliol ve hidroksiterminated kullanılmıştır. Bu çalışma sonunda poliol içerięinin artmasıyla darbe dayanımının arttıęı ve maksimum deęerlere ulaşıldıęı bulunmuştur. İki farklı tipte modifiye edici kullanılmıştır. Bunlardan yüksek molekül ağırlığına, uzun zincir ve az dallanmış yapıya sahip olan modifiye edici kritik konsantrasyonlarda darbe dayanımında en iyi sonucu vermiştir. SEM'de yapılan analiz sonucu polyol taneciklerinin davranışları ile meydana gelen yer plastik mafsallaşma dolayısıyla sertleşme mekanizması gerçekleşir [45].

3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

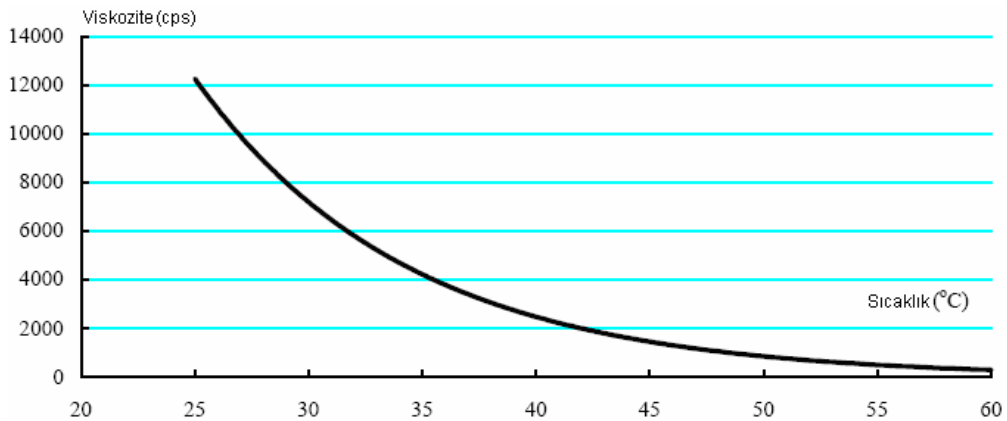
3.1. Malzemeler

3.1.1. Matris sistemi

Çalışmada matris sistemi olarak kullanılan NPEL-128 Epoksi Reçinesi Konuray Kimya San. ve Tic. Ltd. Şti' den alınmıştır. NPEL-128 Bisfenol-A ve epiklorhidrinden üretilen sıvı bir reçinedir. Kürleşmiş NPEL-128 uygulamalarda, maksimum mekanik dayanım, iyi kimyasal dayanım ve mükemmel ısı direnci gibi kaliteli ve yüksek saflıktaki özellikleri sunmaktadır. Kullanılan NPEL-128 epoksi reçinesinin fiziksel özellikleri Çizelge 3.1. ve Şekil 3.1.'de verilmiştir.

Çizelge 3.1. Epoksi reçinesinin fiziksel özellikleri

Kimyasal bileşimi	DiGlisidil eter Bisfenol-A (DGBA)
Fiziksel durumu	Sıvı
Epoksi eşdeğer ağırlığı (g/eş)	184~190
Parlama noktası (°C)	150
Viskozite (cps 25 °C'de)	12000~15000
Yoğunluk (g/cm ³ 25 °C'de)	1,16



Şekil 3.1. NPEL 128'in viskozitesinin sıcaklıkla değişimi

3.1.2. Kürleştirici (Sertleştirici)

Kürleştirici olarak Konuray Kimya San. ve Tic. Ltd. Şti' den temin edilen ACR Hardener H-3895 kullanılmıştır. ACR Hardener H-3895 düşük viskoziteli, hava etkisinde bozulma ve sararmaya karşı dayanımı mükemmel olan, modifiye edilmiş sikloalifatik amin türü epoksi sertleştiricisidir. Kullanılan Sertleştiricinin bazı özellikleri Çizelge 3.2.'de verilmiştir.

Çizelge 3.2. Kürleştiricinin fiziksel özellikleri

Viskozite (cps ,25 °C'de)	300~500
Özgül ağırlık (25 °C'de)	1,20~1,04
Amin miktarı (mg KOH/g)	250~290
Ağırlıkça oran; NPEL128 : ACR H-3895	100 : 60
Jelleşme süresi; 25 °C'de, 75 g tartımda (dakika)	30~40
H- ekivalant değeri	115

3.1.3. Polieter poliöl

Polieter poliöl (Voranol 3322) Dow Chemical tarafından temin edilmiştir. Kullanılan polieter poliölün bazı fiziksel özellikleri Çizelge 3.3.'de verilmiştir.

Çizelge 3.3. Polieter poliölün fiziksel özellikleri

Viskozite (mPa.s 25 °C'de)	500-600
Özgül ağırlık 25/25 °C	1.020
Averaj molekül ağırlığı	3500
Fonksiyonolite	3
Maksimum H ₂ O	0.08
OH No (mg KOH/g)	45.5-49.5

3.1.4. Silika

Nanometre boyutunda silika maddesi,silikon bileşiklerinin buhar fazın hidrolize olması ile üretilir. Deneylerde kullanılan silika Cabot Corporation

firmasından temin edilmiştir. Üretici firması tarafından verilen bazı teknik özellikleri Çizelge 3.4.'de verilmiştir.

Çizelge 3.4. Silikanın teknik özellikleri

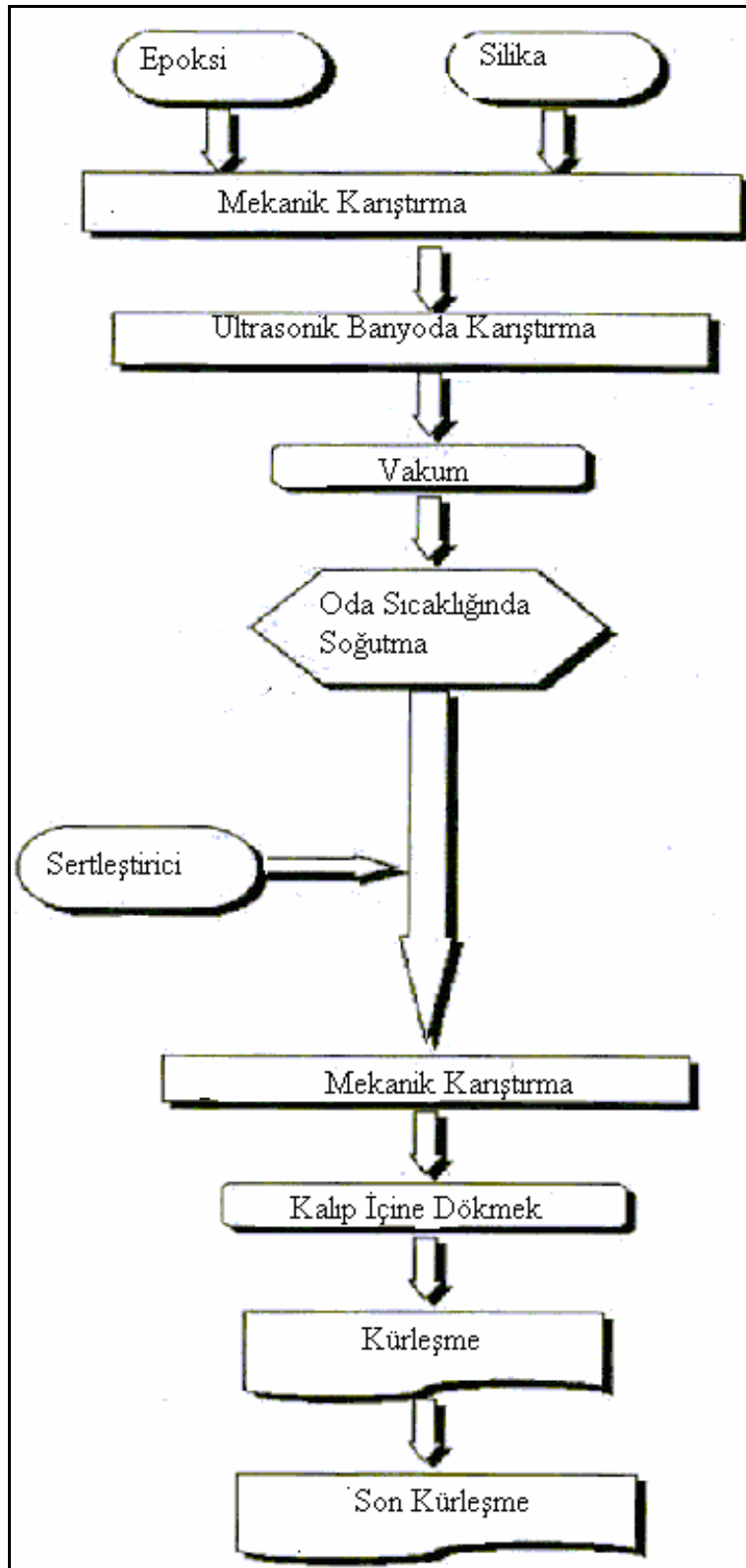
Silika Miktarı	99%
% Nem	2.5%
% Tutuşma sırasındaki kütle kaybı	1%
% Hidrojen iyonu konsantrasyonu	3.6-4.2
Renk	Beyaz

3.1.5. Kalıp ayırıcı

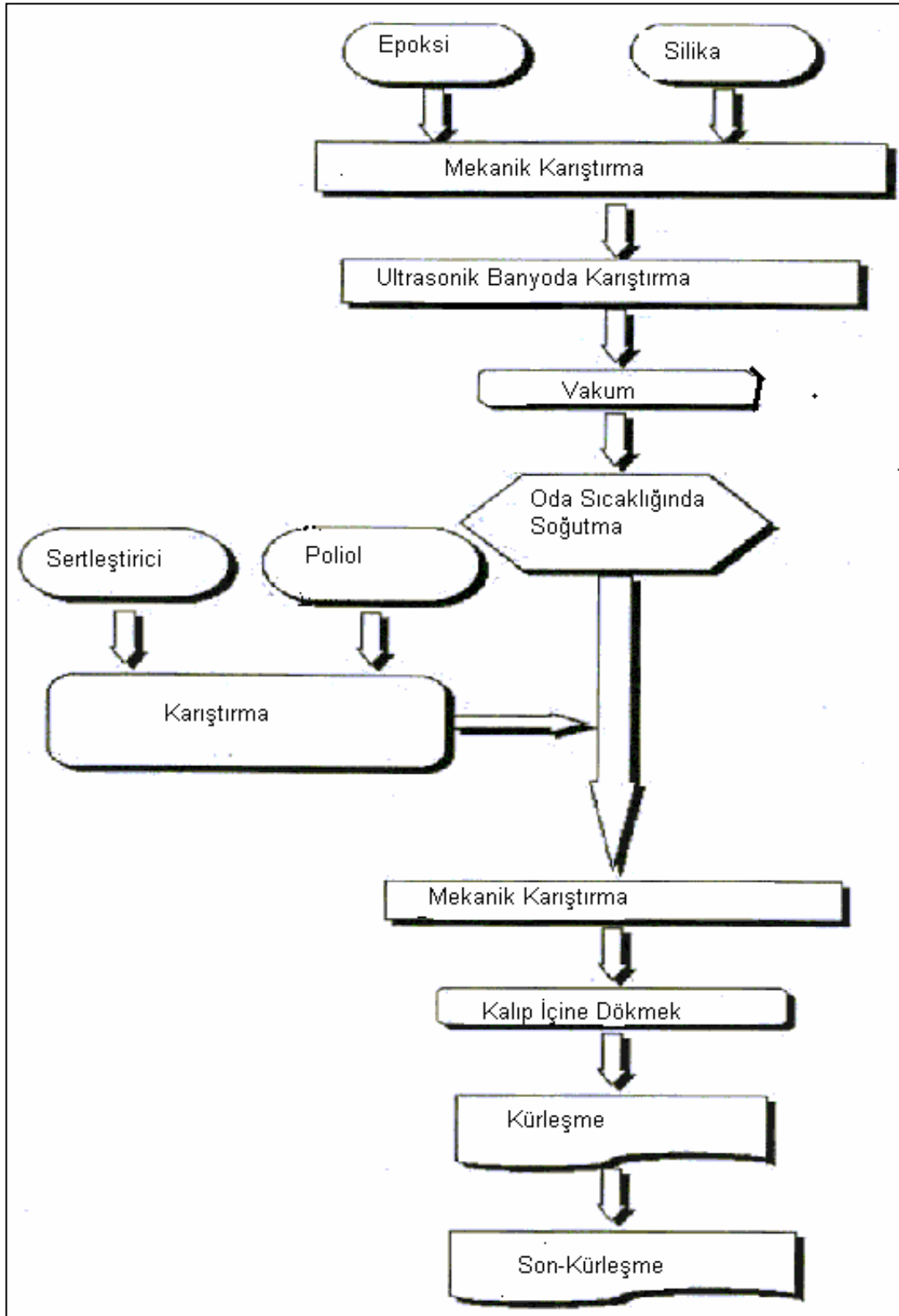
Kalıp hazırlamada, kalıp ayırıcı olarak Poliya A.Ş.'den temin edilen Poliwx SV-6 kullanılmıştır.

3.2. Yöntem

Epoksi ve silika mekanik karıştırıcıyla 30 dakika karıştırıldı. Kompozit ağırlıkça % 0, 1, 3, 5, 7 oranlarında silika içermektedir. Daha sonra hazırlanan bu karışım polimer zincirlerine daha çok enerji vermek amacıyla 1 saat 40°C'de ultrasonik banyoda karıştırıldı. Hazırlanan karışıma 15 dakika vakum uygulandıktan sonra oda sıcaklığında soğutuldu ve sertleştirici hazırlanan karışıma ilave edildi. Şekil 3.3'de görüldüğü gibi diğer yöntemde ise polieter poliöl ve sertleştirici ayrı bir yerde karıştırıldı ve daha sonra epoksi sertleştirici karışımına ilave edildi. Kullanılan polieter poliöl oranları ağırlıkça %0, 1, 3 ve 5'dir. Her iki yöntemdede epoksi: sertleştirici=10:6 olarak kullanıldı. Kalıp yüzeyine kalıp ayırıcı uygulandıktan sonra karışım kalıp içine döküldü. Etüvde 40°C'de 19 saat kürleştirildi ve daha sonra sıcaklık 110°C'ye çıkartılarak post-kür işlemine tabi tutuldu. Kompozit hazırlamada kullanılan alüminyum kalıplar ASTM standartlarına uygun olarak hazırlanmıştır. Şekil 3.2 ve Şekil 3.3'de her iki yönteminde akış diyagramı verilmektedir.



Şekil 3.2. Kompozit örneği hazırlamanın akış diyagramı



Şekil 3.3. Kompozit örneği hazırlamanın akış diyagramı

3.3. Kompozit Malzemelerin Karakterizasyonu

3.3.1. Mekanik karakterizasyon

Malzemeye uygulanan mekanik testler oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir ve her deney seti için 5 numune test edilmiştir. Numunelerin standart sapmaları Eş. 3.1'e göre hesaplanmış ve deneysel sonuçlarda kullanılmıştır.

$$S = \sqrt{\frac{\sum X^2 - n \bar{X}^2}{n - 1}} \quad (3.1)$$

Burada;

S = hesaplanan standart sapma

X = tek gözlemin değeri

n = gözlem sayısı

$\bar{X}$ = gözlem setlerinin aritmetik ortalaması

Üç noktadan eğilme testi

Üç noktadan eğilme testleri, ASTM D 790M-92 (Takviyesiz ve Takviyeli Plastikler ve Elektriksel İzolasyon Malzemelerinin Eğilme Özellikleri için Standart Test Metotları) Test Metot I (Üç noktadan yükleme) ve Prosedür A kullanılarak AG-I 5 kN Shimadzu Autograph test cihazı ile 1,7 mm/dak. basma hızında gerçekleştirildi [46]. Üç noktadan eğilme testinde kullanılan cihaz Resim 3.1.'de gösterilmiştir. Çizelge 3.5. üç noktadan eğilme testi numunesinin boyutları gösterilmiştir. Resim 3.1.'de test örneği görülmektedir. Test sonucunda eğilme dayanımı, eğilme modülü ve kırılmadaki eğilme deformasyonu değerleri kaydedilmiştir.

Çizelge 3.5. Üç noktadan eğilme testi numunesinin boyutları

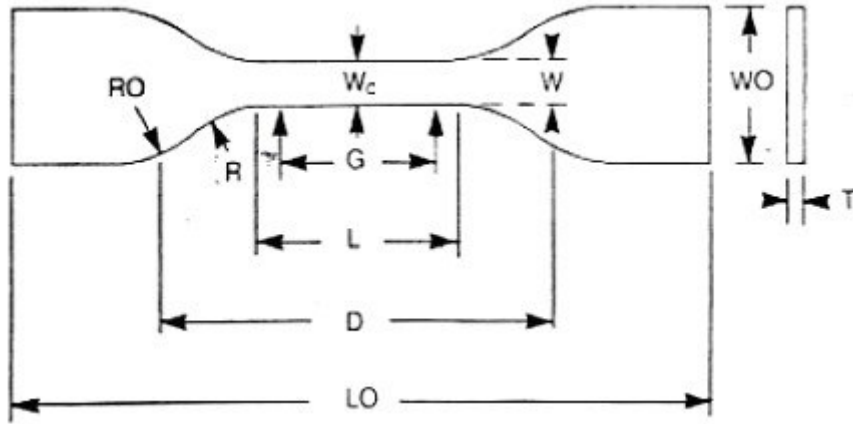
L_1 , numunenin boyu, mm	80
b , numunenin eni, mm	10
d , numunenin derinliği, mm	4
L , mesnetler arası uzaklık, mm	64



Resim 3.1. Üç noktadan eğilme test cihazı

Çekme testi

Çekme testleri, ASTM D 638M-91a (Plastiklerin Çekme Özellikleri için Standart Test Metotları) kullanılarak AG-I 5 kN Shimadzu Autograph test cihazı ile 12,5 mm/dak. çekme hızı kullanılarak yapıldı [46]. Numune şekli ve boyutları ASTM D 638M-91a Tip M-II ye göre seçildi. Şekil 3.4.'de çekme testinde kullanılan dogbone şekli gösterilmiştir. Çizelge 3.6.'da kullanılan test numunesinin boyutları verilmiştir. Resim 3.1.'de kullanılan test cihazını aynı zamanda kafaları değiştirilerek çekme testi içinde kullanılmıştır. Test sonucunda çekme dayanımı, çekme modülü ve kırılmadaki çekme deformasyonu değerleri kaydedilmiştir.



Şekil 3.4. Çekme testi numunesi

Çizelge 3.6. Çekme testi numunesinin boyutları

W , dar kısmın genişliği	6 mm
L , dar kısmın uzunluğu	33 mm
WO , tüm genişlik	25 mm
LO , tüm uzunluk	115 mm
G , ölçüm uzunluğu	25 mm
D , kışkaçlar arası mesafe	80 mm
R , pervaz yarıçapı	14 mm
RO , dış yarıçap	25 mm
T , kalınlık	4 mm

3.3.2. Termal karakterizasyon

Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC)

DSC analizleri, azot atmosferinde 25°C'den 600°C'ye kadar 10°C/dak ısıtma hızında, ROKETSAN A.Ş.'de bulunan Rheometric Scientific Plus cihazıyla gerçekleştirildi. Elde edilen termogramlardan, deney setlerinin camsı geçiş sıcaklıkları (T_g) karşılaştırıldı.

Termogravimetrik analiz (TGA)

TGA analizleri, azot atmosferinde 25°C'den 900°C'ye kadar 10°C/dak ısıtma hızında, ROKETSAN A.Ş.'de bulunan Rheometric Scientific 1000 Plus cihazıyla gerçekleştirildi. Elde edilen termogramlar yorumlanarak, deney setlerinin termal dayanımları ve bozunma sıcaklıkları hakkında bilgi elde edildi.

3.3.3. Yüzey karakterizasyonu

Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

Deney setlerinin eğilme testleri sonucunda elde edilen kırılma yüzeyleri iletken yüzey elde etmek ve daha iyi görüntü alabilmek için altınla kaplanarak JEOL 6400 LV Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) kullanılarak, çeşitli büyütme oranlarında (x 3000 - x 2500) SEM görüntüsü çekilmiştir.

4. DENEYSEL BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1. Mekanik Özellikler

4.1.1. Çekme testi

Çekme dayanımı

Farklı polieter poliöl ve silika oranlarıyla hazırlanan malzemelerin çekme dayanımı değerleri Çizelge 4.1. ve Şekil 4.1.'de verilmiştir. Çekme dayanımı testleri ASTM D 638-91A standartına uygun olarak gerçekleştirilmiştir.

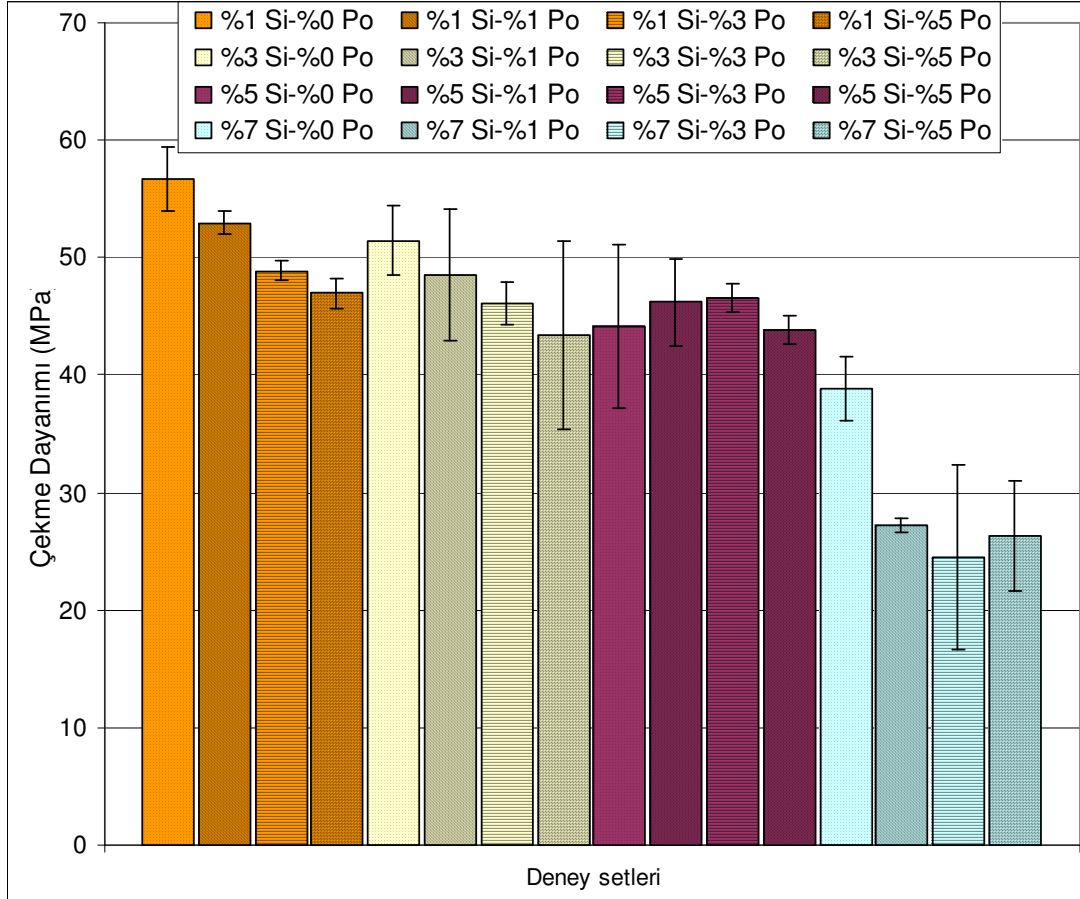
Deneysel sonuçlara göre, polieter poliöl içermeyen numunelerde silika oranının artmasıyla çekme dayanımı azalır. %1 silika içeren malzemenin çekme dayanımı 56,70 MPa değerinden %7 silika ilavesiyle 38,88 MPa değerine düşmüştür. Bu durum yüzeyde ya da matriste gerilim birikiminin artması ve mikro çatlakların oluşması ile de açıklanabilir. Silika oranının artmasıyla malzemenin gevrekliği ve sertliği artmıştır.

Polieter poliöl yapıya esneklik kazandırmaktadır. Poliöl oranı arttıkça malzemenin esneklik etkisi daha baskın hale geleceğinden çekme dayanımı da azalır. Çizelge 4.1'de görüldüğü gibi %1 silika ve %0 poliöl içeren malzemenin çekme dayanımı 56,70 MPa değerinden aynı malzemeye %5 poliöl eklenmesiyle çekme dayanımı 46,99 MPa değerine düşmüştür.

Çizelge 4.1. Numunelerin çekme dayanımı değerleri (MPa)

	Çekme Dayanımı (MPa)			
	%1 Silika	%3 Silika	%5 Silika	%7 Silika
%0 Poliöl	56,70 ± 2,72	51,47 ± 2,94	44,11 ± 6,97	38,88 ± 2,76
%1 Poliöl	52,94 ± 0,97	48,50 ± 5,58	46,24 ± 3,70	27,18 ± 0,61
%3 Poliöl	48,89 ± 0,86	46,14 ± 1,76	46,57 ± 1,17	24,55 ± 2,73
%5 Poliöl	46,99 ± 1,30	43,37 ± 7,97	43,89 ± 1,19	26,31 ± 4,69
Takviyesiz epoksi/sertleştirici sistemi 55,59±0,34				

Şekil 4.1.' de malzemelerin çekme dayanımı değerleri malzemelerin standart sapmaları hesaba katılarak çizilmiştir.



Şekil 4.1. Numunelerin çekme dayanımı değerleri (MPa)

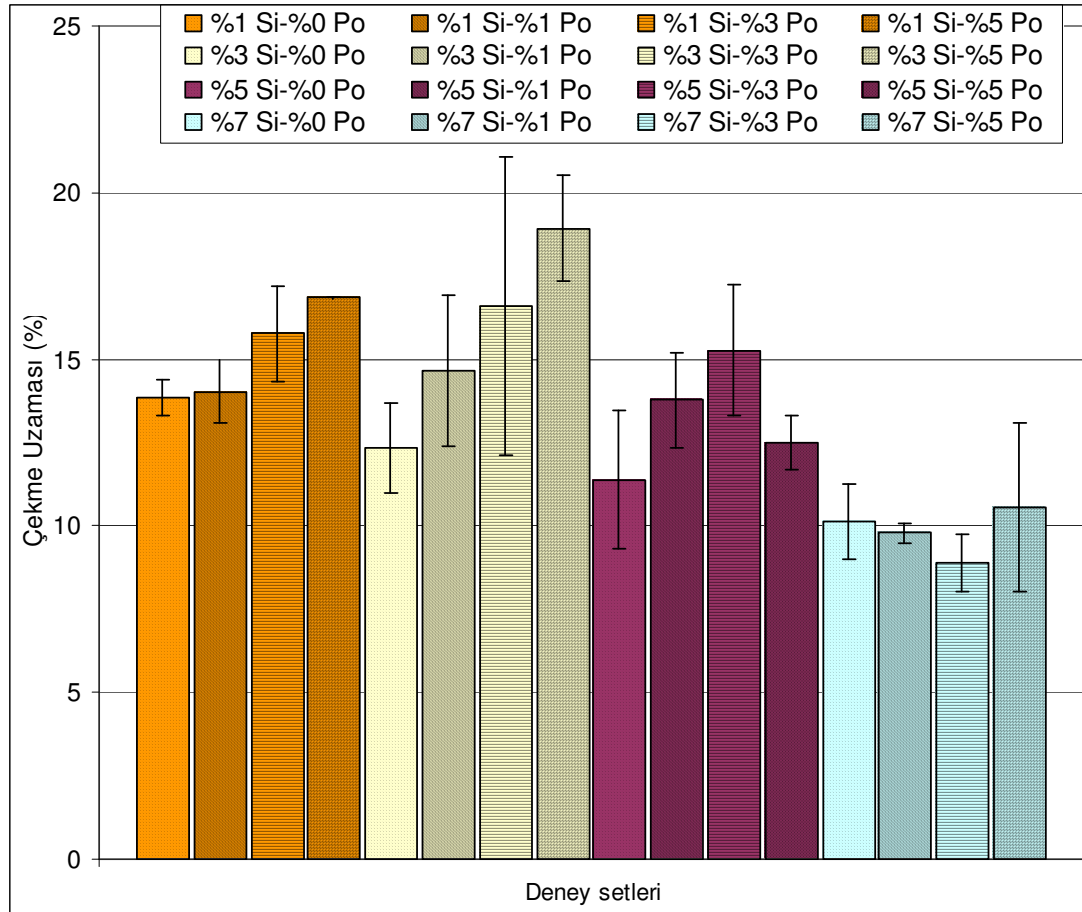
Çekme uzaması

Farklı polieter poliöl ve silika oranlarıyla hazırlanan malzemelerin çekme uzaması değerleri Çizelge 4.2. ve Şekil 4.2.'de verilmiştir. Silika oranı arttıkça malzeme daha gevrek bir yapıya sahip olacağı için malzemenin çekme uzaması azalır. Bunun sebebi, epoksi matrisin gerçek uzama değerinin numunelerin uzamasından daha fazla olmasıdır. Silika sert bir yapıya sahip olduğu için uzamanın bütün değerleri epoksi matrisinden gelir.

Silika ve polieter poliölün birlikte bulunduğu malzemelerde, poliölün yapıya elastikiyet katmasından dolayı çekme uzaması değeri artmaktadır. Şekil 4.3'de görüldüğü gibi %3 silika-% 5 poliöl içeren sistemde çekme uzaması değeri maksimumu göstermektedir.

Çizelge 4.2. Numunelerin çekme uzaması değerleri

	Çekme Uzaması (%)			
	%1 Silika	%3 Silika	%5 Silika	%7 Silika
%0 Poliöl	13,83 ± 0,54	12,35 ± 1,35	11,39 ± 2,07	10,12 ± 1,14
%1 Poliöl	14,02 ± 0,94	14,66 ± 2,28	13,77 ± 1,44	9,80 ± 0,30
%3 Poliöl	15,76 ± 1,41	16,57 ± 4,47	15,27 ± 1,98	8,89 ± 0,85
%5 Poliöl	16,84 ± 0,03	18,93 ± 1,59	12,50 ± 0,79	10,55 ± 2,52
Takviyesiz epoksi/sertleştirici sistemi 13,60±1,61				



Şekil 4.2. Numunelerin çekme uzaması değerleri

Young's modülü

Farklı silika ve polieter poliol oranlarıyla hazırlanan malzemelerin young's modül değerleri Çizelge 4.3. ve Şekil 4.3.'de verilmiştir. Silika oranının artmasıyla young's modül değeri düşük oranlarda azalmıştır. Polieter poliol oranının artması malzemenin esnekliğini arttırdığından, poliol oranı arttıkça young's modül değeri azalmıştır. Kompozit malzemenin young's modül değerleri eğilme modülünde olduğu gibi kullanılan matris ve dolgunun oranına göre değişmektedir.

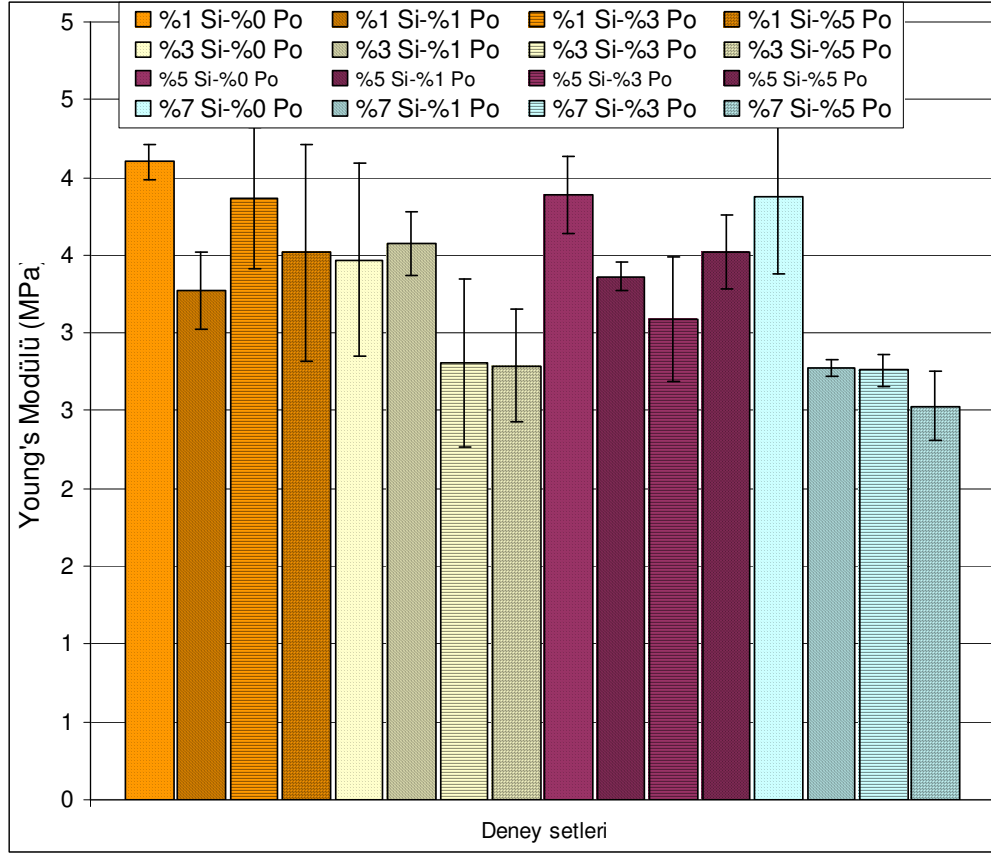
Çizelge 4.3. Numunelerin young's modül değerleri

	Young's Modülü			
	%1 Silika	%3 Silika	%5 Silika	%7 Silika
%0 Poliol	4,10 ± 0,11	3,47 ± 0,62	3,89 ± 0,25	3,88 ± 0,49
%1 Poliol	3,27 ± 0,25	3,58 ± 0,21	3,36 ± 0,10	2,77 ± 0,05
%3 Poliol	3,87 ± 0,45	2,81 ± 0,54	3,09 ± 0,40	2,76 ± 0,10
%5 Poliol	3,52 ± 0,69	2,79 ± 0,36	3,52 ± 0,24	2,53 ± 0,22
Takviyesiz epoksi/sertleştirici sistemi 4,13±0,44				

4.1.2. Eğilme testi

Eğilme dayanımı

Eğilme dayanımı testi ASTM D-790M- 92 standartına göre hazırlanmıştır. Çekme dayanımında olduğu gibi eğilme dayanımında da kil ve polieter poliol oranı arttıkça eğilme dayanımı değerleri azalmıştır. Çizelge 4.4'de görüldüğü gibi %1 silika içeren malzemenin eğilme dayanımı 111,31 MPa değerinden % 7 silika içeren malzemenin eğilme dayanım 104,40 MPa değerine düşmüştür. Takviyesiz epoksi sertleştirici sisteminin eğilme dayanımı ise 64,91 MPa dır.

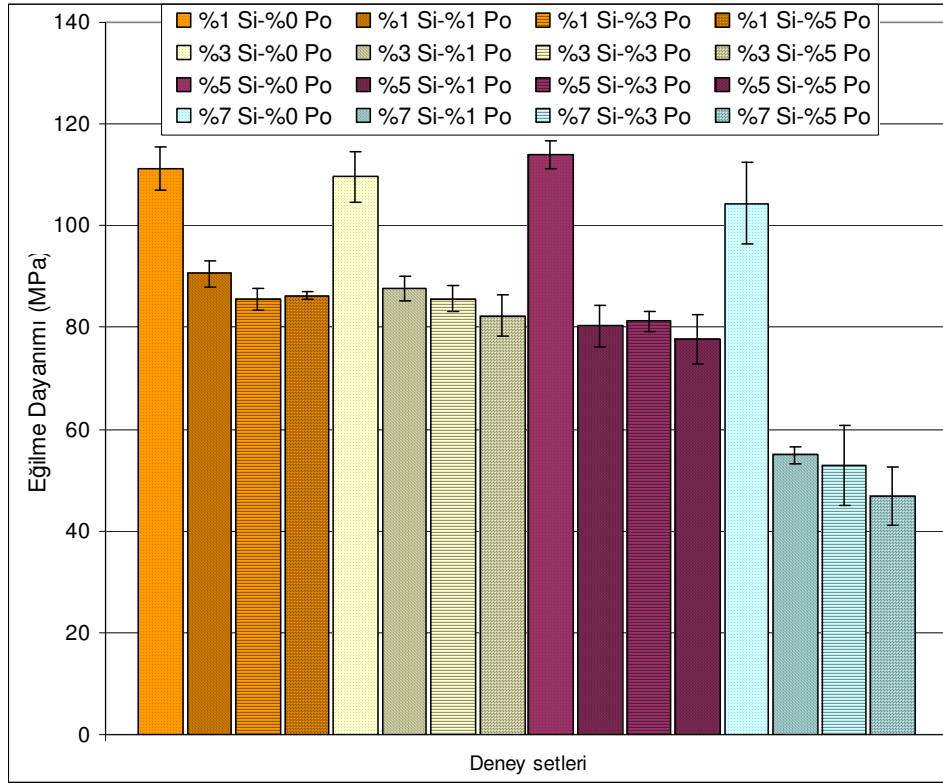


Şekil 4.3. Numunelerin young's modül değerleri

Eğilme dayanımının değerleri çekme dayanımından daha yüksektir. Çünkü üç noktadan eğilme testlerinde basınç, uygulanan gerilime dik yönde ilerleyen çatlaklıkları önleme eğilimindedir. Çatlaklar gerilim altında olan numunenin alt kısmında başlar, sonra basınç üst kısma doğru ilerler. Bu yüzden çatlak ilerlemesi baskı bölgesinde engellenmiş olur.

Çizelge 4.4. Numunelerin eğilme dayanımı değerleri (MPa)

	Eğilme Dayanımı (MPa)			
	%1 Silika	%3 Silika	%5 Silika	%7 Silika
%0 Poliol	111,31 ± 4,34	109,71 ± 4,96	114,04 ± 2,63	104,40 ± 8,09
%1 Poliol	90,57 ± 2,51	87,81 ± 2,41	80,33 ± 4,05	54,91 ± 1,77
%3 Poliol	85,58 ± 2,03	85,62 ± 2,53	81,22 ± 2,02	52,86 ± 1,41
%5 Poliol	86,31 ± 0,78	82,33 ± 4,02	77,78 ± 4,87	46,88 ± 5,69
Takviyesiz epoksi/sertleştirici sistemi 64,91±1,03				



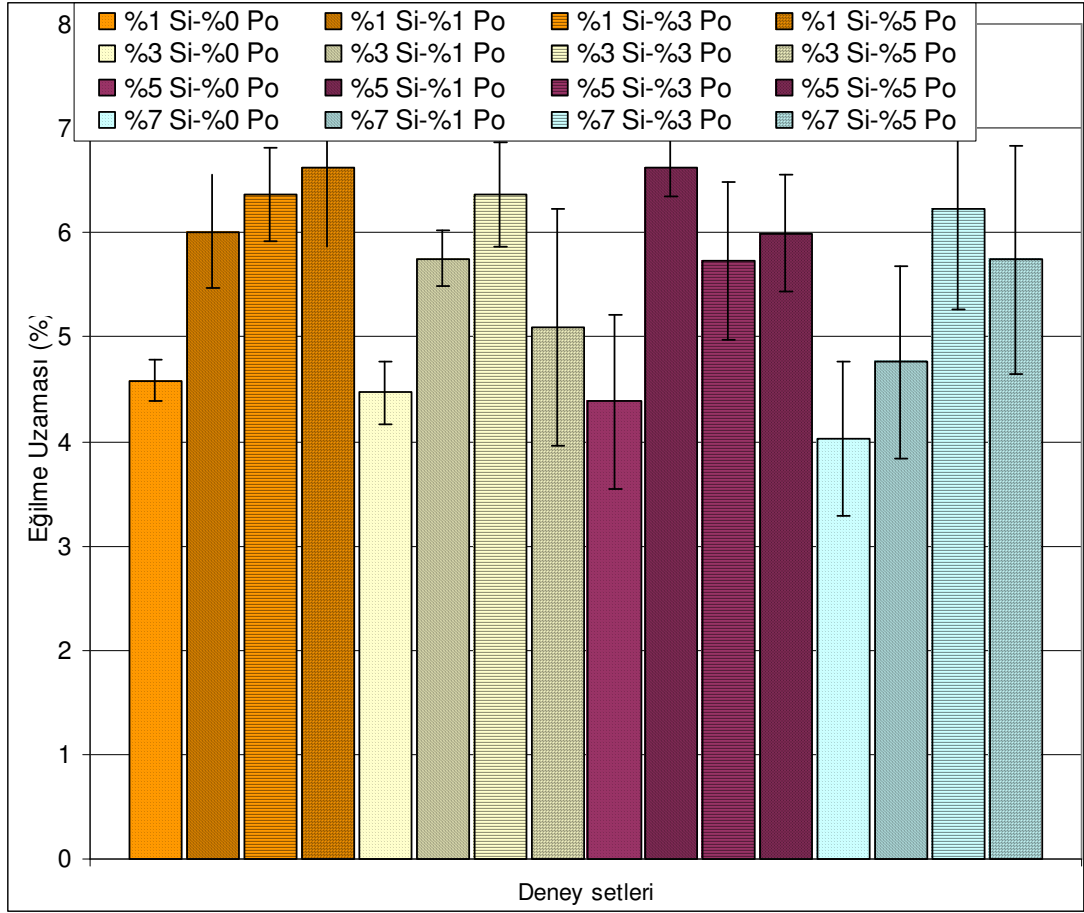
Şekil 4.4. Numunelerin eğilme dayanımı değerleri (MPa)

Eğilme uzaması

Eğilme uzaması Çizelge 4.5. ve Şekil 4.5.'de görüldüğü gibi silika oranı artıkça azalmakta ve polieter poliöl oranı artıkça da artmaktadır. Eğilme uzamasının maksimum olduğu %1 silika %5 polieter poliöl içeren numunenin eğilme uzaması değeri 6,62 dir.

Çizelge 4.5. Numunelerin eğilme uzaması değerleri

	Eğilme Uzaması (%)			
	%1 Silika	%3 Silika	%5 Silika	%7 Silika
%0 Poliöl	4,58 ± 0,20	4,47 ± 0,30	4,38 ± 0,83	4,03 ± 0,74
%1 Poliöl	6,01 ± 0,54	5,75 ± 0,27	6,62 ± 0,28	4,76 ± 0,92
%3 Poliöl	6,37 ± 0,45	6,36 ± 0,50	5,73 ± 0,75	6,23 ± 0,96
%5 Poliöl	6,62 ± 0,76	5,09 ± 1,13	5,99 ± 0,56	5,74 ± 1,09
Takviyesiz epoksi/sertleştirici sistemi 4,35±0,93				



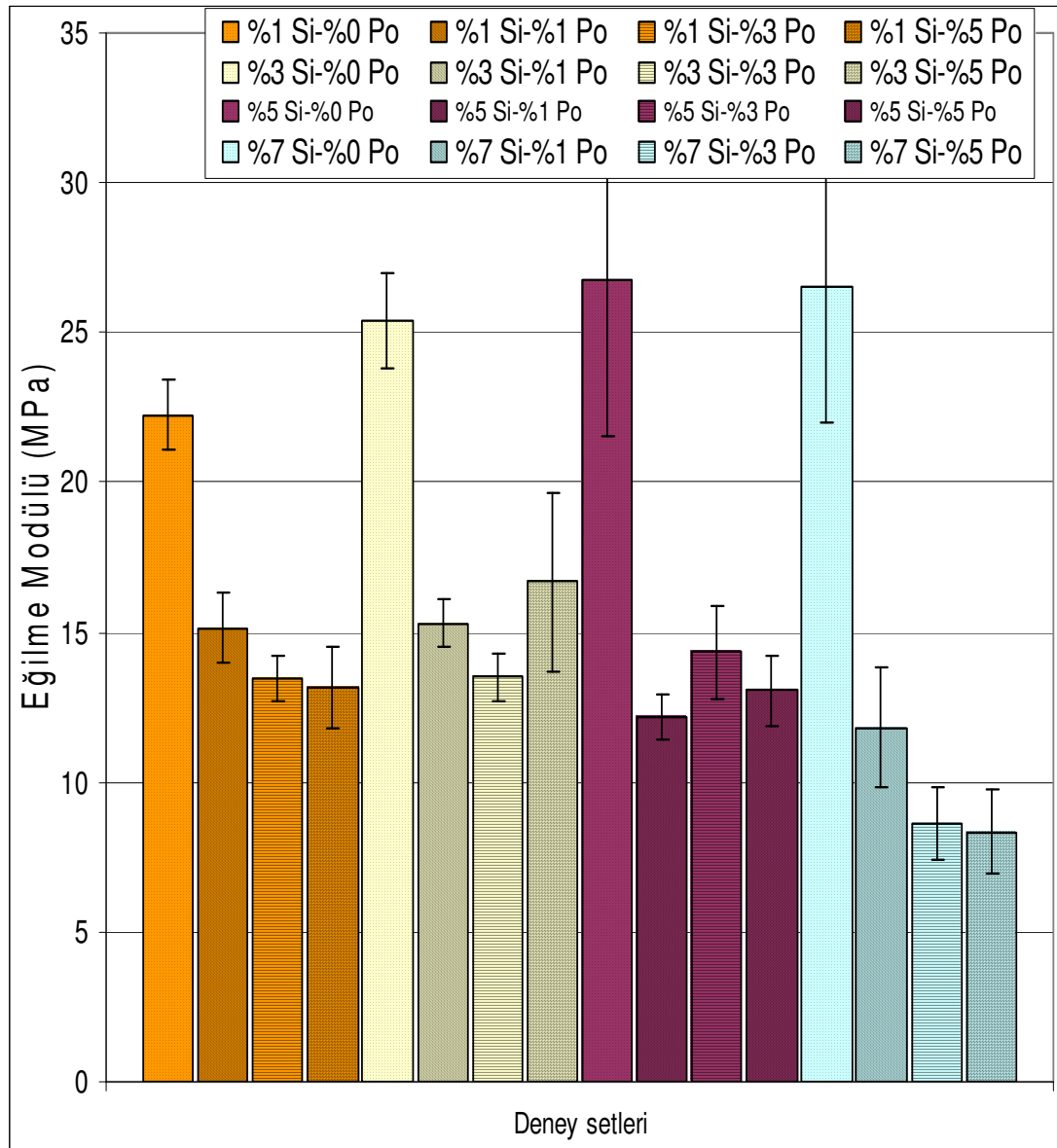
Şekil 4.5. Numunelerin eğilme uzaması değerleri

Eğilme modülü

Çizelge 4.6 ve Şekil 4.6’da görüldüğü gibi eğilme modülü silika oranı arttıkça artmakta ve polieter poliöl oranı arttıkça da azalmaktadır. Epoksi sertleştirici sisteminin eğilme modül değeri 15,64 değerinden %7 silika eklediğimiz sistemin eğilme modül değeri 26,50 değerine artmıştır. Kompozit malzemede eğilme modülü değerleri kullanılan matris ve dolgunun oranına göre değişir. Silika, Epoksi ve sertleştiriciye göre daha yüksek bir eğilme modülüne sahip olduğu için genel olarak eğilme modülü silika oranının artmasıyla artar.

Çizelge 4.6. Numunelerin eğilme modülü değerleri

	Eğilme Modülü			
	%1 Silika	%3 Silika	%5 Silika	%7 Silika
%0 Poliol	22,25 ± 1,16	25,42 ± 1,74	26,75 ± 5,19	26,50 ± 4,48
%1 Poliol	15,15 ± 1,19	15,29 ± 0,78	12,15 ± 0,74	11,83 ± 2,00
%3 Poliol	13,46 ± 0,78	13,52 ± 0,80	14,33 ± 1,58	8,61 ± 1,19
%5 Poliol	13,15 ± 1,37	16,69 ± 2,98	13,06 ± 1,18	8,34 ± 1,39
Takviyesiz epoksi/sertleştirici sistemi 15,64±4,22				



Şekil 4.6. Numunelerin eğilme modül değerleri

4.2. Termal Özellikler

4.2.1. Diferansiyel taramalı kalorimetri

Diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC) ile farklı oranlarda silika ve polieter poliol içeren nanokompozitlerin termal davranışları analiz edilmiştir. Nanokompozit malzemelerin camsı geçiş sıcaklıkları (T_g) bulunmuştur.

Çizelge 4.7’de görüldüğü gibi, silika oranı arttıkça camsı geçiş sıcaklığı da artmıştır. Epoksi sertleştirici sisteminin camsı geçiş sıcaklığı 72,75 °C değerindeyken % 7 silika takviyeli sistemin camsı geçiş sıcaklığı 77,02 °C değerine yükselmiştir. Bu artış miktarının az olması nanokompozit malzemede kullanılan silika oranlarının düşük olmasından ileri gelmektedir.

Çizelge 4.7. Farklı oranda silika içeren malzemelerin camsı geçiş sıcaklıkları

% Silika	T_g (°C)
%0Si	72,25
%1Si	73,05
%3Si	75,72
%5Si	76,23
%7Si	77,02

Çizelge 4.8.’de % 5 silika içeren nanokompozit malzemeye farklı oranlarda polieter poliol eklenmesiyle camsı geçiş sıcaklığında meydana gelen değişim verilmiştir. Polieter poliol oranının artmasıyla camsı geçiş sıcaklığı artmıştır. %5 silika içeren malzemeye % 5 polioler eklendiğinde T_g değeri 76,23 °C ‘den 82,07’ ye yükselmiştir. Camsı geçiş sıcaklığındaki bu artışın sadece silika içeren malzemelerden daha yüksek olduğu görülmüştür.

Camsı geçiş sıcaklığındaki artış nanokompozitdeki çapraz bağların yoğunluklarının artmasından ileri gelmektedir. Çapraz bağların artması

polieter poliolün yüzeyinde bulunan OH grupları ile epoksinin yapısında bulunan grupların reaksiyona girmesi sonucunda gerçekleşmektedir.

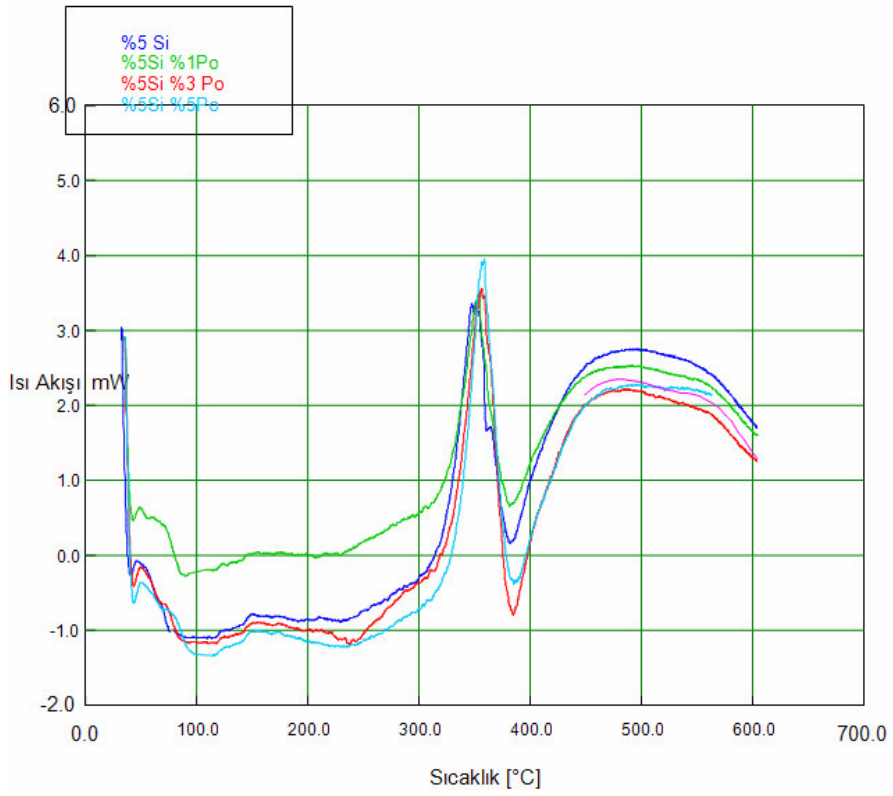
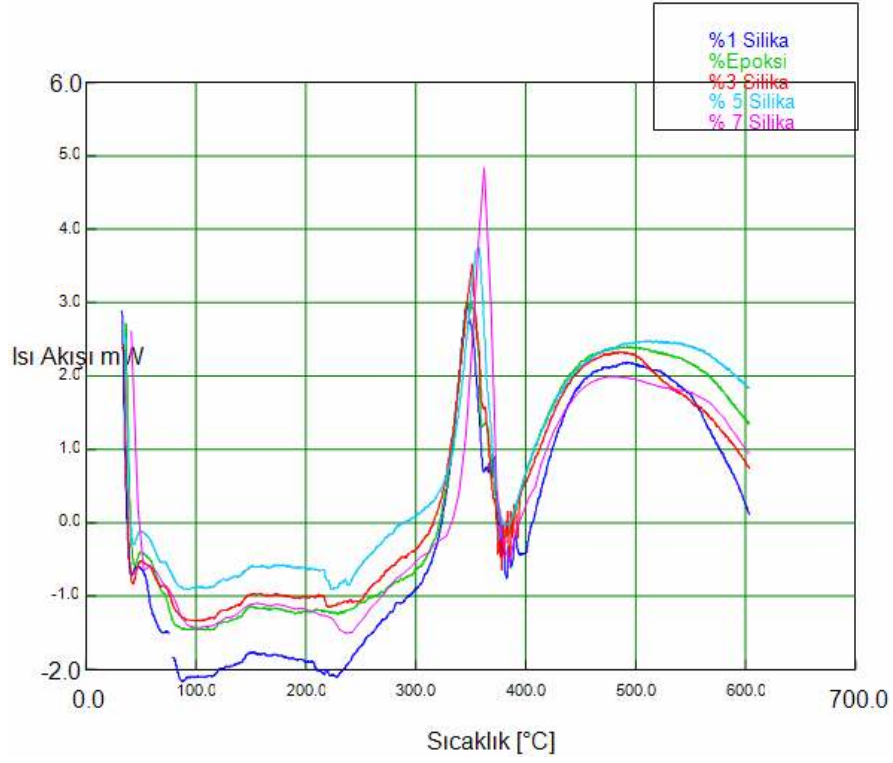
Çizelge 4.8. Farklı oranda polieter poliol ve %5 silikayla hazırlanan malzemelerin camı geçiş sıcaklıkları

%5 Silika \ % Poliol	T _g (°C)
%5Si	76,23
%5Si-%1Po	76,56
%5Si-%3Po	78,73
%5Si-%5Po	82,07

Şekil 4.7. ve Şekil 4.9.'da reçine, silika ve polieter poliol içeren nanokompozit malzemelerin DSC termogramları verilmektedir. Termogramlardan da görüldüğü gibi silika oranının artmasıyla nanokompozit malzemelerin bozunma sıcaklıkları artmıştır. Silika içermeyen malzemenin bozunma sıcaklığı 237,42 °C'den % 7 silika takviyesiyle 351,66 °C'ye yükselmiştir. Silika miktarının artışı malzemelerin yüksek sıcaklığa dayanımını da arttırmıştır. Bu artış polieter poliol içeren malzemelerde de gözlenmiştir.

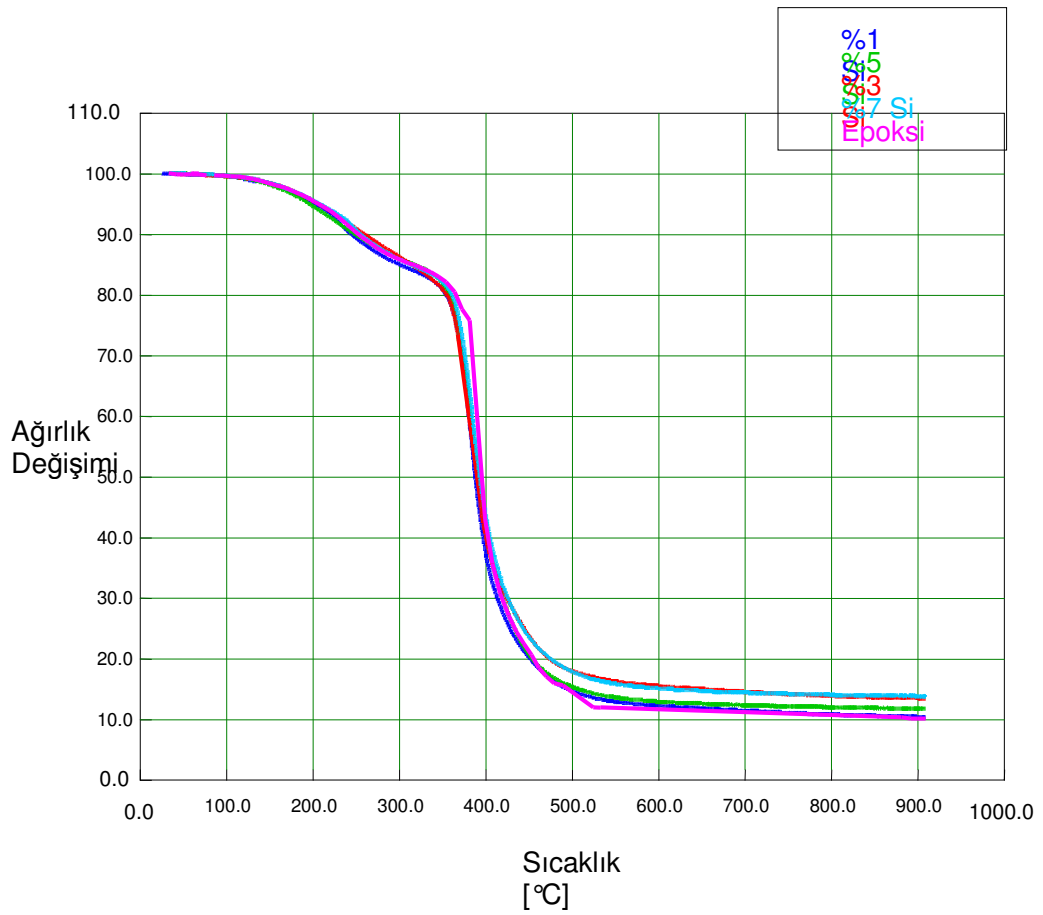
Çizelge 4.9. Silika ve polieter poliol içeren nanokompozit malzemenin DSC termogramlarının sonuçları

	Bozunma Sıcaklığı (°C)	Bozunma Bitiş Sıcaklığı (°C)
%0Si	237,42	370,03
%1Si	342,52 °C	379,60
%3Si	348,01 °C	378,06
%5Si	343,17°C	376,00
%5Si-%1Po	350,24 °C	379,00
%5Si-%3Po	348,21 °C	381,00
%5Si-%5Po	352,24 °C	378,00
%7Si	351,66 °C	376,74

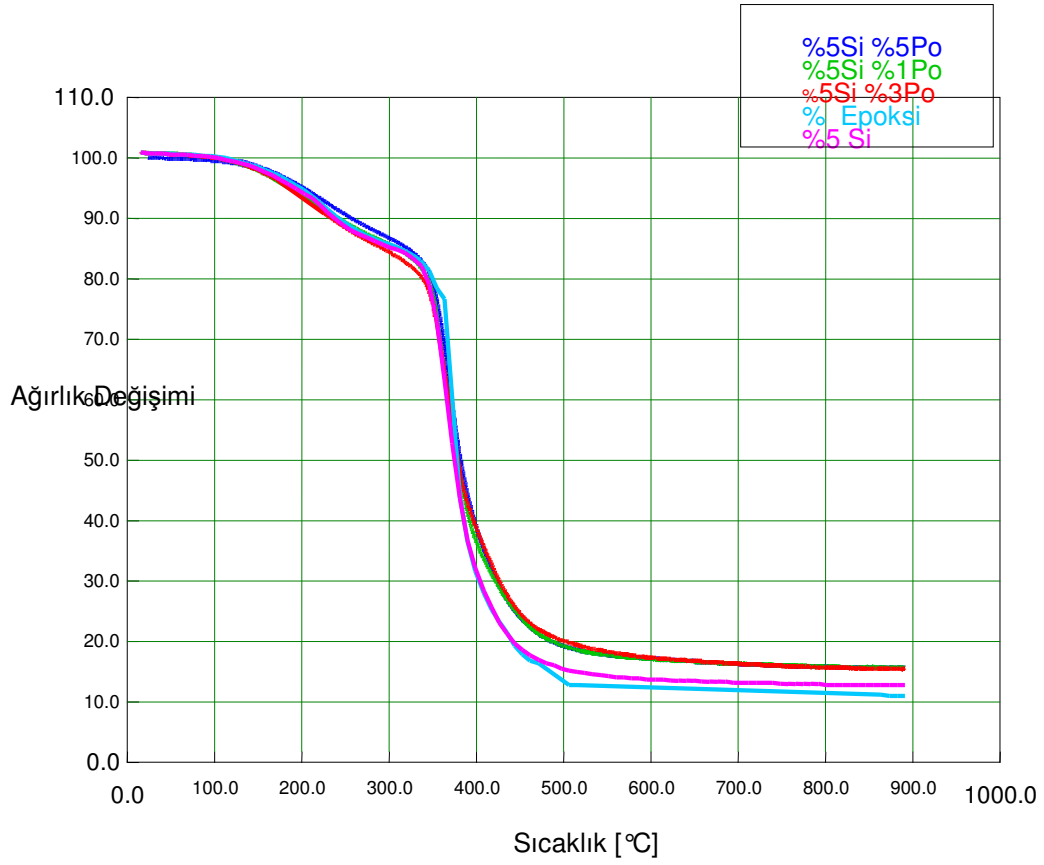


4.2.2. Termogravimetrik analiz

Şekil 4.9'da görüldüğü gibi silika oranı arttıkça malzeme içinde kalan madde miktarı da artmaktadır. Silika içermeyen malzemenin yüzdece ağırlık kaybı 9,98 değerinden, %7 silika içeren malzemenin yüzdece ağırlık kaybı 11,853' değerine yükselmiştir. Şekil 4.10'de ise polieter poliöl oranındaki artışın malzeme içinde kalan madde miktarına çok büyük bir etkisinin olmadığı görülmektedir.



Şekil 4.9. Farklı oranlarda silika içeren nanokompozit malzemenin TGA termogramı



Şekil 4.10. % 5 silika ve farklı oranda polieter poliol içeren nanokompozit malzemelerin TGA termogramı

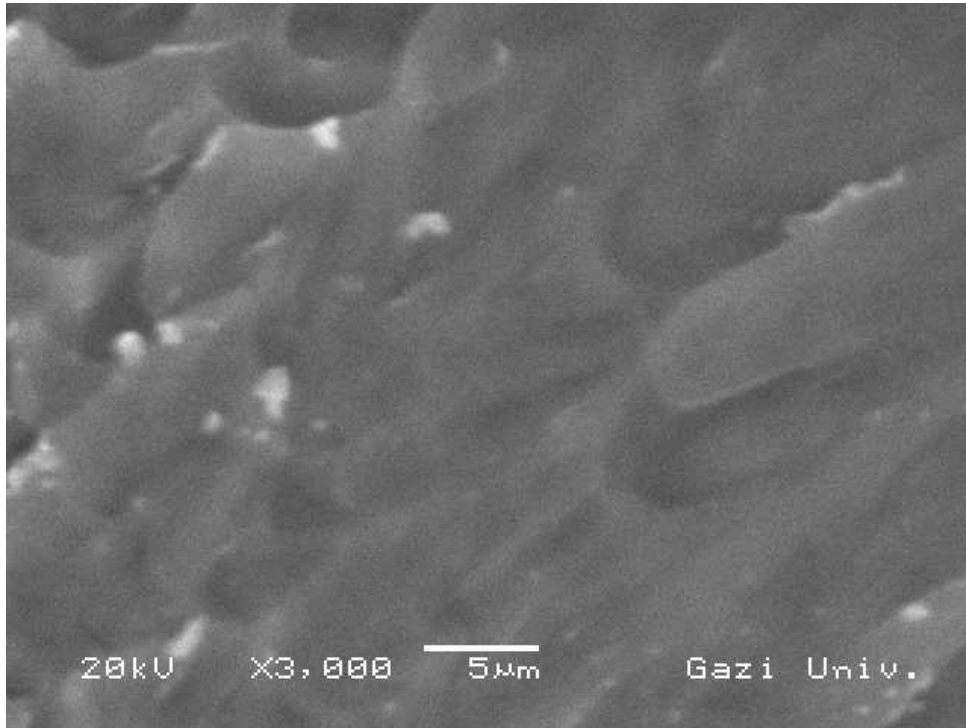
4.3. Yüzey Özellikleri

4.3.1. Taramalı elektron mikroskobu

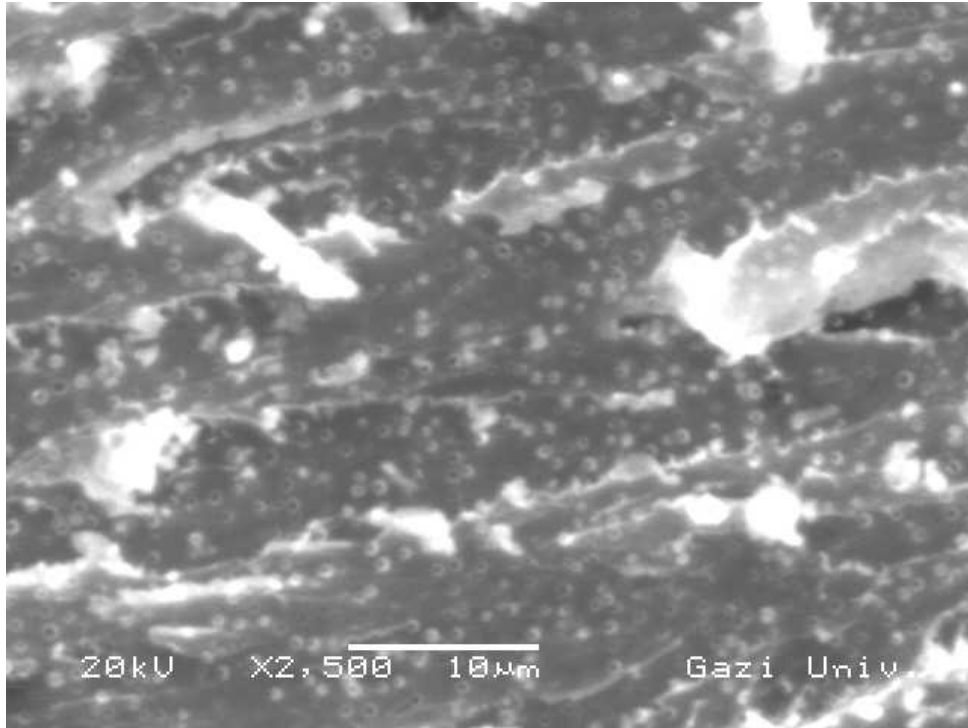
Farklı oranlarda silika ve polieter poliol içeren numunelerin kırılma yüzeylerine taramalı elektron mikroskobu kullanılarak (SEM) bakılmıştır. Silikanın reçine içindeki dağılım ve polieter poliolün yapışmaya etkisini gözleyebilmek için SEM cihazından yararlanılmıştır. Elde edilen taramalı elektron mikroskobu mikrografları Resim 4.1.–Resim 4.8. aralığında gösterilmiştir. Numunelerin mikrografları x2500-x3000 büyütmede alınmıştır.

SEM mikrograflarında silika taneciklerinin nanokompozit içinde uniform bir dağılım sergilediği görülmüştür. Resim 4.1., Resim 4.3., ve Resim 4.5.'de görüldüğü gibi silika konsantrasyonu arttıkça yığılma yüzünden silika tanecik büyüklüğü artmış ve partiküller arası mesafe azalmıştır.

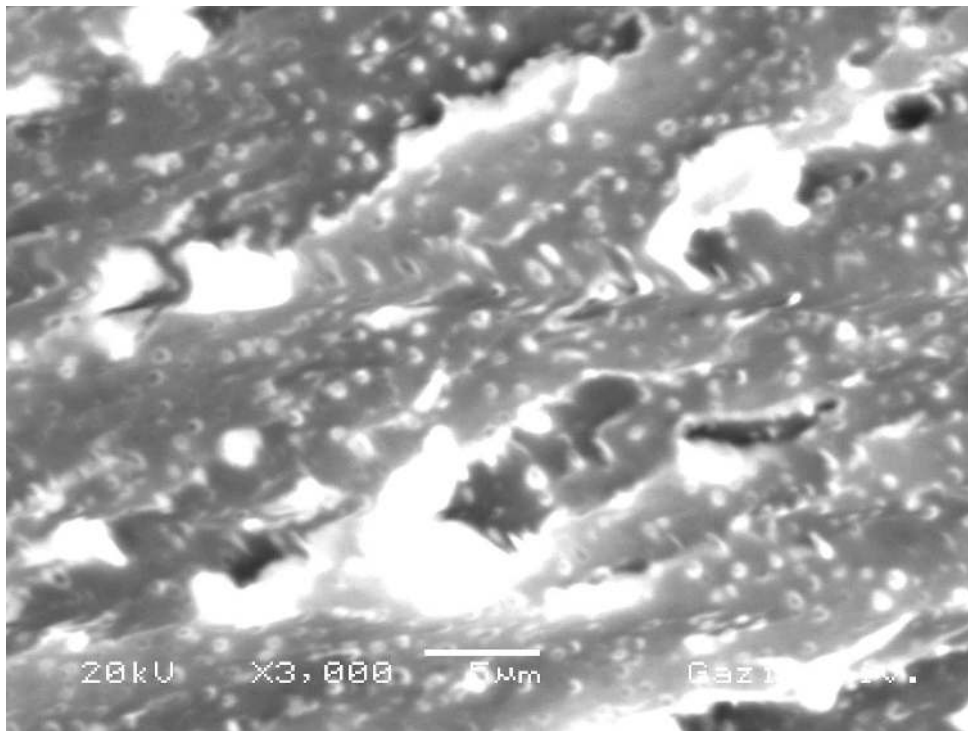
Polieter poliöl ve silikanın birlikte bulunduğu Resim 4.2., Resim 4.4., Resim 4.6., Resim 4.7., ve Resim 4.8. SEM mikrografları incelendiğinde, polieter poliölün silika taneciklerinin etrafını sardığı ve böylece silikanın reçineye daha iyi yapışmasını sağladığı görülmüştür.



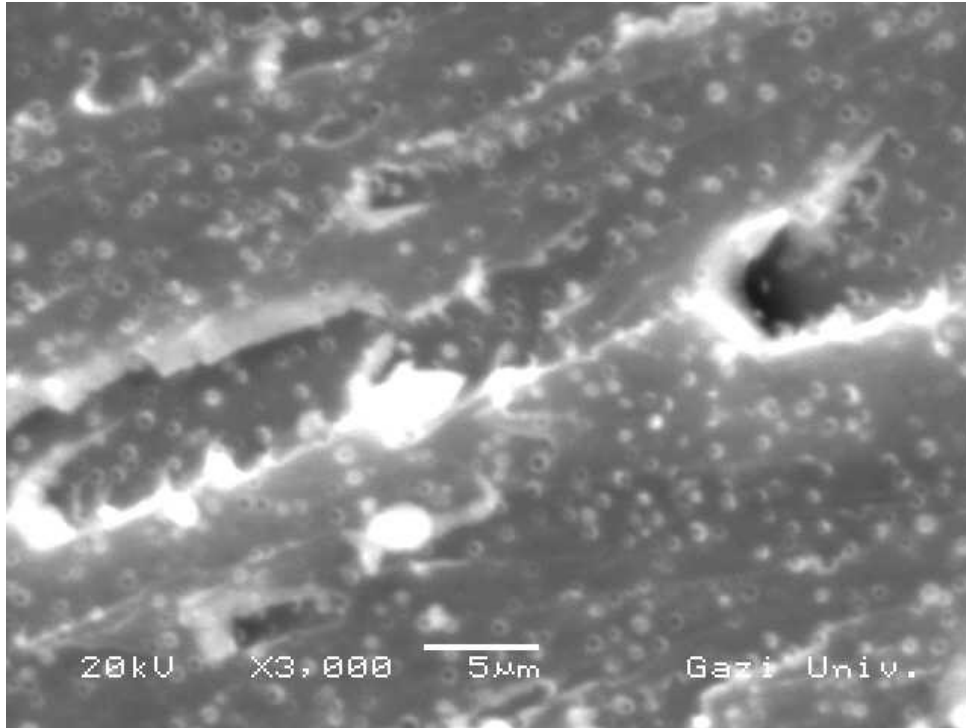
Resim 4.1. %1 silika içeren numunenin kırılma yüzeyinin SEM mikrografı (x3000 büyütmede)



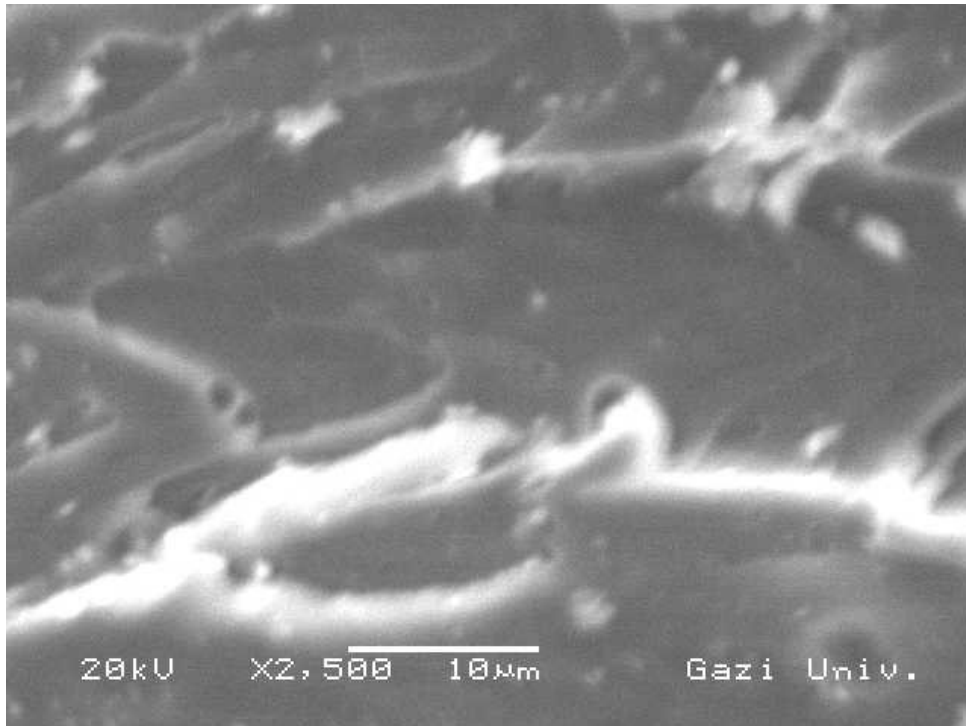
Resim 4.2. %1 silika-%5 poliol içeren numunenin kırılma yüzeyinin SEM mikrografı (x2500 büyütmede)



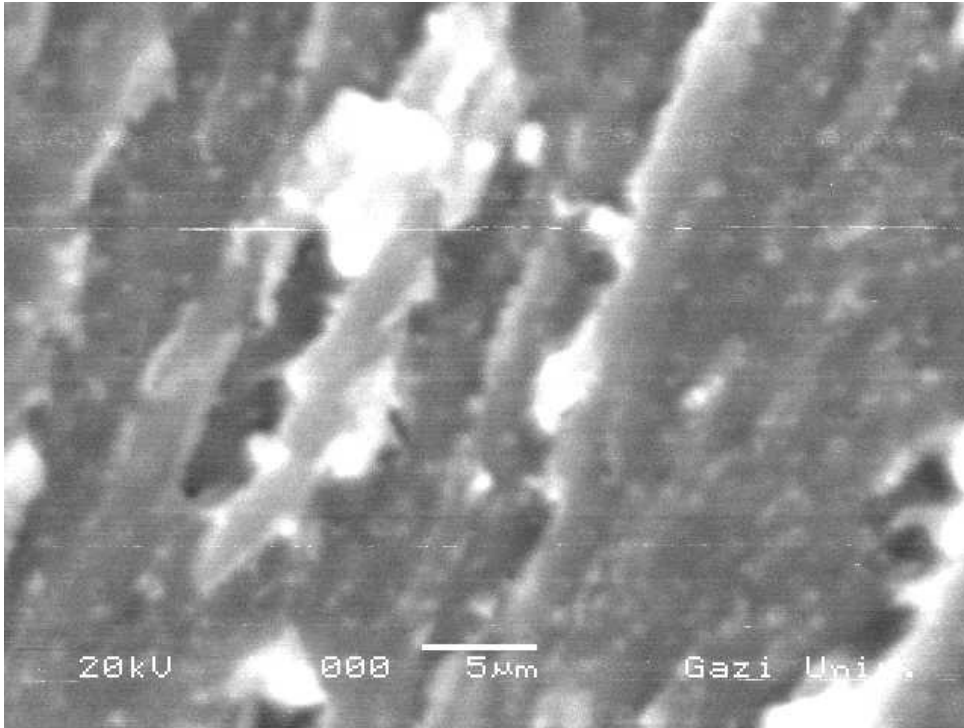
Resim 4.3. %3 silika içeren numunenin kırılma yüzeyinin SEM mikrografı (x3000 büyütmede)



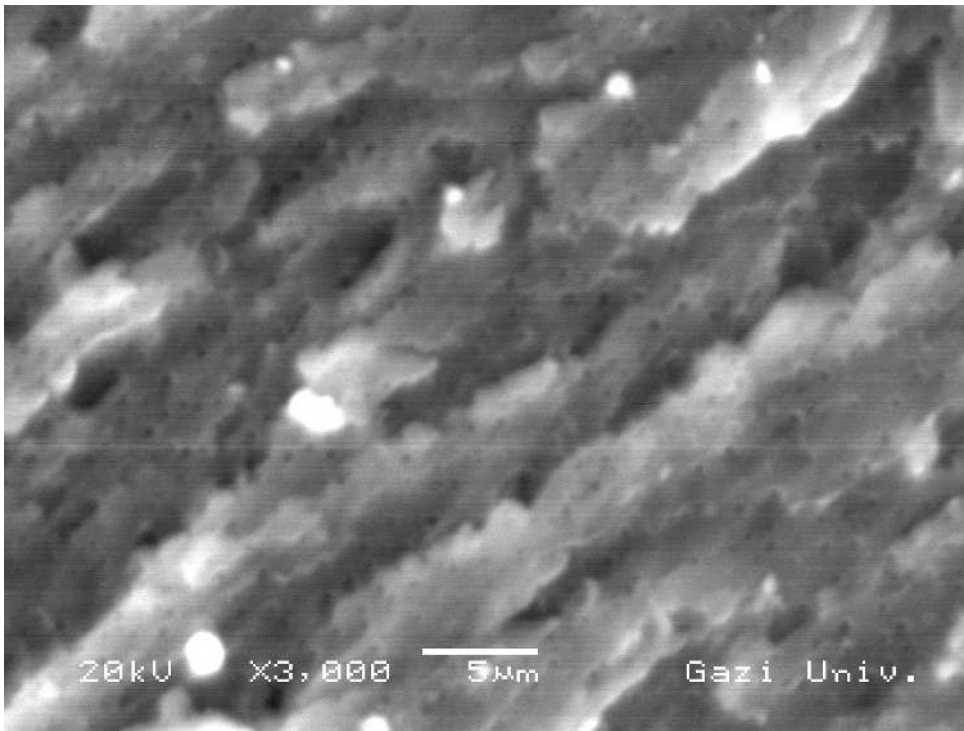
Resim 4.4. %3 silika-%5 poliol içeren numunenin kırılma yüzeyinin SEM mikrografı (x2500 büyütmede)



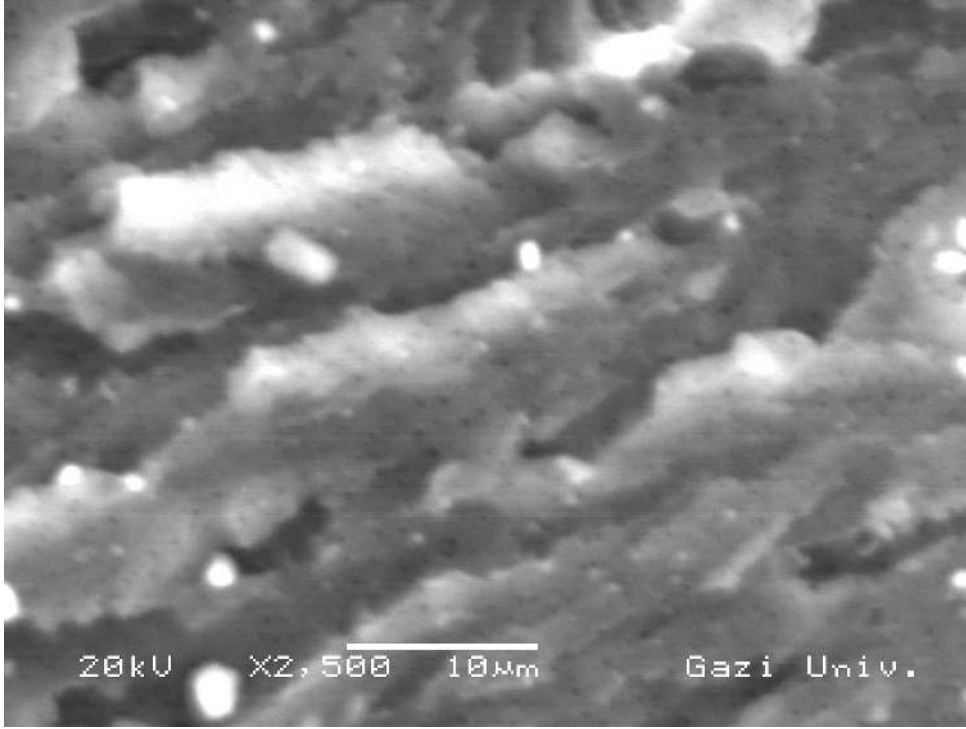
Resim 4.5. %5 silika içeren numunenin kırılma yüzeyinin SEM mikrografı (x3000 büyütmede)



Resim 4.6. %5 silika-%5 poliol içeren numunenin kırılma yüzeyinin SEM mikrografı (x3000 büyütmede)



Resim 4.7. %7 silika-%5 poliol içeren numunenin kırılma yüzeyinin SEM mikrografı (x3000 büyütmede)



Resim 4.8. %7 silika-%5 poliöl içeren numunenin kırılma yüzeyinin SEM mikrografı (x2500 büyütmede)

5. SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu çalışmada epoksi reçine, dolgu malzemesi olarak silika ve modifiye edici olarak da polieter poliolden oluşan nanokompozit malzemeler, polieter poliolün ve silikanın ağırlıkça farklı oranlarda kullanılmasıyla sentezlenmiştir. Elde edilen nanokompozitlerin mekanik özellikleri çekme ve eğilme testleri ile incelenmiştir. Nanokompozitlerin termal özellikleri diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC) ve termogravimetrik analiz (TGA) ile belirlenmiştir. Bu analizlerle malzemelerin camsı geçiş sıcaklığı (T_g), bozunma sıcaklığı, kalan kütle miktarları belirlenmiştir. Malzemelerin yapısal özelliklerini, kırılma yüzeyleri taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelenmiştir.

DSC sonuçları incelendiğinde, malzemede kullanılan silika oranı arttıkça nanokompozit malzemelerin camsı geçiş sıcaklığında artışı görülmüştür. Epoksinin camsı geçiş sıcaklığı 72,25 °C iken %7 silika eklenince camsı geçiş sıcaklığı 77,02 °C'ye yükselmiştir. Malzemeye farklı oranlarda polieter poliol eklendiğinde camsı geçiş sıcaklığındaki artışın sadece silika içeren malzemelerden daha yüksek olduğu görülmüştür. % 5 silika içeren malzemenin camsı geçiş sıcaklığı 76,23 °C'den %5 polieter poliol eklendiğinde T_g değeri 82,07 °C 'ye yükselmiştir.

DSC termogramlarında, silika ve polieter poliol oranının artmasıyla nanokompozit malzemelerin bozunma sıcaklıklarının arttığı görülmüştür. Epoksi / sertleştirici sisteminin bozunma sıcaklığı 237,42 °C'den %7 silika takviyesiyle 351,66 °C'ye yükselmiştir.

TGA termogramında, silika oranı arttıkça malzeme içinde kalan madde miktarı arttığı görülmüştür. Silika içermeyen malzemenin yüzde ağırlık kaybı 9,98, %7 silika içeren malzemenin yüzde ağırlık kaybı 11,853'e yükselmiştir. Ayrıca polieter poliol oranındaki artışın malzeme içinde kalan madde miktarına çok büyük bir etkisinin olmadığı saptanmıştır.

SEM mikrograflarında, silika taneciklerinin nanokompozit malzeme içinde homojen olarak dağıldığı görülmüştür. Silika ve polieter poliol konsantrasyonu artıkça silika taneciklerin yığın halinde bulunduğu gözlenmiştir. Ayrıca polieter poliolün silika ve reçine arasında iyi bir yapışma sağlamıştır.

Hazırlanan nanokompozit malzemelerin mekanik özelliklerini incelemek amacıyla üç noktadan eğilme testi ve çekme testi yapılmış, farklı silika ve poliol oranlarının etkisi incelenmiştir. Silika oranı arttıkça eğilme dayanımı ve eğilme uzaması değerleri azalmış, eğilme modül değeri ise silika oranı arttıkça artmıştır. Çekme dayanımı ve çekme uzaması artan silika oranıyla azalmakta, çekme modül değeri düşük oranlarda azalış göstermektedir. Artan polieter poliol oranıyla malzemenin hem eğilme uzaması değeri hemde çekme uzaması değeri artmaktadır. Hazırlanan malzemelerin eğilme modül değerleri young's modül değerlerinden daha yüksektir.

Bu çalışmada kullanılan epoksi reçinesinin viskozitesi çok yüksek olduğu için takviye malzemesi yüksek oranlarda kullanılamamıştır. Daha düşük viskoziteli bir reçine ile daha yüksek oranlarda yükleme yapıldığı takdirde malzemenin mekanik ve termal özelliklerindeki değişim daha iyi gözlenebilir. Ayrıca basınç altında kalıplama yöntemiyle kompozit malzeme hazırlanmasının malzemenin mekanik özelliklerini daha da geliştireceği ve deneysel hataları en az seviyeye indireceği öngörülmüştür.

KAYNAKLAR

1. Kornmann, X. , "Synthesis and Characterization of Thermoset Clay Nanocomposites", **Lulea University of Technology**, Sweden, Dübendorf, Switzerland, 23-58 (2000).
2. Ulcay Y. Akyol M, Gemci R., "Polimer Esaslı Lif Takviyeli Kompozit Malzemelerin Arabirim Mukvemeti Üzerine Farklı Kür Metodlarının Etkisinin İncelenmesi", **Uludağ Üniversitesi Mühendislik-Mimarlık Fakültesi**, Bursa, 7 (1):4-13 (2002).
3. Swartz, M., M., "Composite Materials", **Prentice Hall PTR**, New Jersey, 1-15: 170-171 (1997).
4. Şahin Y., "Kompozit Malzemeler Giriş", **Gazi Kitabevi**, Ankara, 13-17, 25-32 (2000).
5. Haris, B., "Engineering Composite Materials", **The Institute of Metals**, London, 1-15: 84-91 (1986).
6. İnternet: Kompozit Elkitabı. [\(http://designophy.wiliw.com/sayi02/elkitabı/kompozit.php\)](http://designophy.wiliw.com/sayi02/elkitabı/kompozit.php).(2001)
7. Kornmann, X., "Polimer Layered Silcate Nanocomposites", **EMP**, Dübendorf, Switzerland, 44-56 (2001).
8. Lindberg H., Kornmann X. and Berglund L.A., "Synthesis of Epoxy-Clay Nanocomposites: Influence of The Nature of The Clay on Structure", **Polymer.**, 42: 1303-1310 (2001).
9. Chin I., Thurn-Albrecht T., Kim H., Russell T.P. and Wang J. "On Exfoliation of Montmorillonite in Epoxy", **Polymer.**, 42: 5947-5952 (2001).
10. Zanetti M., Lomakin S. and Camino G., "Polymer-Layerd Silicate Nanocomposites", **Macromolecular Materials and Engineering.**, 27: 1-9 (2000).
11. Sislo, M. R., , Rigid Epoxy Clay Thermoset Nanocomposites, *Yüksek Lisans Tezi*, **Michigan State University**, Michigan, 15-32 (2001).
12. Alexandre M. And Dubois P., "Polymer-Layerd Silicate Nanocomposites, Preparation, Properties and Uses of a New Class of Materials", **Materials Science and Engineering.**, 28: 1-63 (2000).
13. Kornmann X., "Synthesis and Characterization of Termoset-Clay Nanocomposites", **Lulea University of Technology.**, Lulea, Sweden, 4-11,27-38 (2000).

14. Vaia R., Jandt K., Kramer E and Giannelis E., "Kinetics of Melt Intercalation", **Macromolecules.**, 28: 8080-8085 (1995).
15. "Polymeric Materials Encyclopedia", **CRC Press Inc.**, USA, 3-7 (1996).
16. Kaw A., "Mechanics of Composite Materials", **CRC Pres Inc.**, USA 4-17 (1997).
17. Saçak M., "Polimer Teknolojisi", **Gazi Kitabevi**, Ankara, 38-52, 292-294, (2005).
18. Velde B., "Introduction to Clay Minerals, Chemistry, Origins, Uses and Environmental Significance", 1th Edition , **Chapman & Hall Inc.**, London, Great Britain, 10-15 (1992).
19. Lubin G., "Handbook of Composites" , **Van Nostrand Reinhold Company**, USA, 120-123, 130-137 (1982).
20. Lee H. and Neville K., "Handbook of Epoxy Resin", **McGraw-Hill Inc.**, USA, 7-17, 28-39 (1967).
21. Kirk Othmer, "Encyclopedia of Chemical Technology ", 4th Edition, **John Wiley & Sons.**, USA, 9 (1994).
22. Hoffman U., Endell K. And Wilm D., "Kristallstruktur and Quellung Von Montmorillonite", **Zeitschrift Fuer Kristallographie.**, 86: 34-38 (1933).
23. Vaia R., Teukolsky R. K. and Giannelis E., "Interlayer Structure and Molecular Environment of Alkylammonium Layered Silicates", **Chemistry of Materials.**, 6: 1017-1022 (1994).
24. Münir T, "Polimerlerin Kompozitlerde Kullanımı", Yüksek Lisans Tezi, **Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü**, İstanbul, 98-99 (1995).
25. American Society for Testing and Materials, "D790M-92 Standart Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials", 1993 Annual Book of ASTM Standards Vol 08.01 Plastics (1), **ASTM International**, Philadelphia, 284-292 (1993).
26. Seymour R. K. "Reinforced Plastics: Properties and Applications", **Mills Editorial & Production Services**, 6-9 (1993).
27. American Society for Testing and Materials, "D638M-91a Standart Test Method for Tensile Properties of Plastics", 1993 Annual Book of ASTM

Standarts Vol 08.01 Plastics (1), **ASTM International**, Philadelphia, 174-182 (1993).

28. Skoog, D.A., Holler, F.J., Nieman, T.A., "Principles of Instrumental Analysis 5th ed.", **Saunders College Publishing**, London, 798-808, 546-553 (1998).
29. Callister W., "Materials Science and Engineering, an Introduction, 4th Edition" **John Wiley & Sons**, USA, 56-62 (1997).
30. Incarnato, L., Scarfato, P., Scatteia, L., Acierno, D., "Rheological Behavior of New Melt Compounded Copolyamide Nanocomposites", **Polymer.**, 45: 3487-3496 (2004).
31. Lan T., Pinavaia T., "Clay-Reinforced Epoxy Nanocomposites", **Chemical Materials.**, 6: 2216-2219 (1994).
32. Chen J. S., et al., "Study Of The Interlayer Expansion Mechanism and Thermal Mechanical Properties of Surface-Initiated Epoxy Nanocomposites", **Polymer.**, 43: 4895-4904 (2002).
33. Rodlert, M., Plummer, C., "Hyperbranched Polymer/Montmorillonite Clay Nanocomposites", **Polymer.**, 45: 949-960 (2003).
34. Ganguli, S., Dean, D., Jordan, K., Price, G., Vaia, R., "Mechanical Properties of Intercalated Cyanate Ester-Layered Silicate Nanocomposites", **Polymer.**, 44: 1315-1319 (2002).
35. Tolle, T., B., Anderson, D., P., "Morphology Development In Layered Silicate Thermoset Nanocomposites", **Composites Science and Technology.**, 62: 1033-1041 (2002).
36. Abdalla, M., O., Dean, D., Campbell, S., "Viscoelastic and Mechanical Properties of Thermoset PMR-Type Polyimide-Clay Nanocomposites", **Polymer.**, 43: 5887-5893 (2002).
37. Kornmann, X., Lindberg, H., Berglund, L., A., "Synthesis of Epoxy-Clay Nanocomposites: Influence of The Nature of The Clay on Structure", **Polymer.**, 42: 4493-4502 (2000).
38. Richard, J., Spontak, U., Pattel, P., "Thermoplastic Elastomers: Fundamentals and Applications", **Current Opinion In Colloid & Interface Science.**, 5: 334-341 (2000).
39. Gloaguen, J. M., Lefebvre, J. M., "Plastic Deformation Behaviour of Thermoplastic/Clay Nanocomposites", **Polymer.**, 42: 5841-5847 (2000).

40. Li, J. X., Wu, J., Chan, C. M., "Thermoplastic Nanocomposites", ***Polymer.***, 41: 6935-6937 (2000).
41. Sur, G.S., Sun, H.L., Lyu, S.G., Mark, J.E., "Synthesis, Structure, Mechanical Properties and Thermal Stability of Some Polysulfone/Organoclay Nanocomposites", ***Polymer.***, 42: 9783-9792 (2001).
42. Tien, Y. I., Wei, K. H., "Hydrogen Bonding and Mechanical Properties in Segmented Montmorillonite/Polyurethane Nanocomposites of Different Hard Segment Ratios", ***Polymer.***, 42: 3213-3221 (2000).
43. Kelly P., Akelah A., Qutubuddin S. and Moet A., "Reduction of Residual Stress in Montmorillonite/Epoxy Compounds", ***Journal Of Materials Science.***, 29: 2274-2280 (1994).
44. Zerda A. and Lesser J.A., "Intercalated Clay Nanocomposites: Morphology, Mechanics and Behavior", ***Materials Research Society Symposium Proceedings***, 661: KK 7.2.1-KK7.2.6 (2001).
45. Harani H., Fellahi S. and Bakar M., "Toughening of Epoxy Resin Using Hydroxyl-Terminated Polyesters", ***Journal of Applied Polymer Science.***, 71: 29-38 (1999).
46. American Society for Testing and Materials, "Annual Book of ASTM Standards", 1993 Annual Book of ASTM Standards, ***ASTM International***, Philadelphia, 300-322 (1993).

EKLER

EK-1 Mekanik karakterizasyon sonuçları (Çekme testi)

Çizelge 1.1. E numunelerinin çekme testi sonuçları

Numune	Maks. kuvvet, kN	Maks. yer deęiş., mm	Maks. gerilme, MPa	Maks. uzama, %	Enerji J	Modül MPa
E - 4	1,410	4,037	55,959	16,148	3,516	3,465
E - 1	1,477	3,516	55,942	14,064	2,840	3,978
E - 5	1,748	3,018	55,476	12,072	2,308	4,595
E - 4	1,395	3,308	55,370	13,232	2,506	4,185
E - 1	1,341	3,126	55,202	12,504	1,993	4,415
ortalamalar	1,474	3,401	55,590	13,604	2,633	4,128
s. sapmalar	0,16	0,40	0,34	1,61	0,58	0,43

Çizelge 1.2. %1 silika içeren numunelerinin çekme testi sonuçları

Numune	Maks. kuvvet, kN	Maks. yer deęiş., mm	Maks. gerilme, MPa	Maks. uzama, %	Enerji J	Modül MPa
%1 - 4	1672,34	3,5370	59,3030	14,1480	4,0576	4,1916
%1 - 3	1657,97	3,5680	58,7932	14,2720	3,5832	4,1195
%1 - 2	1569,53	3,4540	54,4976	13,8160	3,5674	3,9445
%1 - 10	1529,06	3,2660	54,2221	13,0640	3,2045	4,1505
ortalamalar	1607,23	3,4563	56,7040	13,8250	3,6032	4,1015
sapmalar	69,15	0,1357	2,7171	0,5426	0,3498	0,1088

EK-1 (Devam) Mekanik karakterizasyon sonuçları (Çekme testi)

Çizelge 1.3. %1-%1 poliol silika içeren numunelerinin çekme testi sonuçları

Numune	Maks. kuvvet, kN	Maks. yer değış., mm	Maks. gerilme, MPa	Maks. uzama, %	Enerji J	Modül MPa
%1Si%1Po - 3	1343,590	3,7140	53,9596	14,8560	3,1459	3,6322
%1Si%1Po - 1	1350,310	4,1200	53,5838	16,4800	4,2239	3,2514
%1Si%1Po - 4	1408,910	4,1650	52,1817	16,6600	3,4709	3,1322
%1Si%1Po - 2	1405,160	4,2350	52,0428	16,9400	3,4272	3,0722
ortalamalar	1376,993	4,0585	52,9420	16,2340	3,5670	3,2720
sapmalar	34,8321	0,2345	0,9719	0,9380	0,4610	0,2514

Çizelge 1.4. %1-%3 poliol silika içeren numunelerinin çekme testi sonuçları

Numune	Maks. kuvvet, kN	Maks. yer değış., mm	Maks. gerilme, MPa	Maks. uzama, %	Enerji J	Modül MPa
%1Si%3Po - 5	1234,690	2,7660	49,5858	11,0640	1,9588	4,4817
%1Si%3Po - 1	1181,250	3,3710	49,2188	13,4840	2,4659	3,6502
%1Si%3Po - 2	1164,530	3,5680	49,1363	14,2720	2,1111	3,4428
%1Si%3Po - 4	1143,130	3,0580	47,6302	12,2320	1,8569	3,8939
ortalamalar	1180,900	3,1908	48,8928	12,7630	2,0982	3,8672
sapmalar	39,1068	0,3525	0,8641	1,4101	0,2665	0,4493

EK-1 (Devam) Mekanik karakterizasyon sonuçları (Çekme testi)

Çizelge 1.5. %1-%5 poliol silika içeren numunelerinin çekme testi sonuçları

Numune	Maks. kuvvet, kN	Maks. yer değiş., mm	Maks. gerilme, MPa	Maks. uzama, %	Enerji J	Modül MPa
%1Si%5Po - 3	1220,630	4,1720	47,8676	16,6880	2,9138	2,8684
%1Si%5Po - 1	1213,280	4,3030	47,5797	17,2120	2,8171	2,7643
%1Si%5Po - 2	1240,940	3,3490	47,5455	13,3960	2,2972	3,5492
%1Si%5Po - 5	1390,000	2,8290	47,2789	11,3160	1,9143	4,1781
%1Si%5Po - 6	1180,160	2,6430	44,7029	10,5720	1,4010	4,2284
ortalamalar	1249,002	3,4592	46,9949	13,8368	2,2687	3,5177
sapmalar	81,8011	0,7576	1,2981	3,0302	0,6317	0,6949

Çizelge 1.6. %3 silika içeren numunelerinin çekme testi sonuçları

Numune	Maks. kuvvet, kN	Maks. yer değiş., mm	Maks. gerilme, MPa	Maks. uzama, %	Enerji J	Modül MPa
%3 - 8	1649,220	5,2035	56,0959	20,8140	4,9169	2,6951
%3 - 2	1558,750	4,0680	53,0187	16,2720	2,8609	3,2583
%3 - 6	1660,160	3,7240	52,2062	14,8960	2,7225	3,5047
%3 - 10	1349,380	3,7970	51,1127	15,1880	2,4016	3,3653
%3 - 5	1408,130	3,0990	51,0190	12,3960	1,8768	4,1158
%3 - 7	1303,590	4,3490	50,5269	17,3960	3,2265	2,9045
%3 - 9	1223,440	2,6230	46,3423	10,4920	1,2177	4,4169
ortalamalar	1450,381	3,8376	51,4745	15,3506	2,7461	3,4658
sapmalar	173,3610	0,8382	2,9398	3,3529	1,1667	0,6179

EK-1 (Devam) Mekanik karakterizasyon sonuçları (Çekme testi)

Çizelge 1.7. %3 silika-%1 poliol içeren numunelerinin çekme testi sonuçları

Numune	Maks. kuvvet, kN	Maks. yer değiş., mm	Maks. gerilme, MPa	Maks. uzama, %	Enerji J	Modül MPa
%3Si-%1Po - 1	1323,750	4,0580	55,1563	16,2320	3,4342	3,3980
%3Si-%1Po - 2	1385,630	3,6300	50,2038	14,5200	2,7802	3,4576
%3Si-%1Po - 4	1316,720	3,2560	46,6922	13,0240	1,7962	3,5851
%3Si-%1Po - 6	1132,660	2,7140	41,9502	10,8560	1,3618	3,8642
ortalamalar	1289,690	3,4145	48,5006	13,6580	2,3431	3,5762
sapmalar	109,1690	0,5705	5,5790	2,2819	0,9387	0,2073

Çizelge 1.8. %3 silika-%3 poliol içeren numunelerinin çekme testi sonuçları

Numune	Maks. kuvvet, kN	Maks. yer değiş., mm	Maks. gerilme, MPa	Maks. uzama, %	Enerji J	Modül MPa
%3Si-%3Po - 3	1346,720	4,2140	49,3304	16,8560	3,3593	2,9266
%3Si-%3Po - 2	1317,340	7,6540	47,2166	30,6160	4,1853	1,5422
%3Si-%3Po - 11	1237,340	3,9560	46,8691	15,8240	2,6726	2,9619
%3Si-%3Po - 8	1289,220	3,8280	46,7108	15,3120	3,1849	3,0506
%3Si-%3Po - 9	1199,840	3,9750	45,4486	15,9000	2,4574	2,8584
%3Si-%3Po - 7	1270,310	3,4740	45,0465	13,8960	3,7751	3,2417
%3Si-%3Po - 4	1115,780	3,5160	44,8105	14,0640	1,8090	3,1862
%3Si-%3Po - 6	1191,880	4,0050	43,6584	16,0200	2,9855	2,7252
ortalamalar	1246,054	4,3278	46,1364	17,3110	3,0536	2,8116
sapmalar	75,3893	1,3670	1,7645	5,4681	0,7527	0,5397

EK-1 (Devam) Mekanik karakterizasyon sonuçları (Çekme testi)

Çizelge 1.9. %3 silika-%5 poliol içeren numunelerinin çekme testi sonuçları

Numune	Maks. kuvvet, kN	Maks. yer değiş., mm	Maks. gerilme, MPa	Maks. uzama, %	Enerji J	Modül MPa
%3Si-%5Po - 2	1299,060	4,8490	48,1134	19,3960	2,9623	2,4806
%3Si-%5Po - 1	1334,380	4,4180	47,8271	17,6720	3,1312	2,7064
%3Si-%5Po - 3	994,5310	2,6830	34,1763	10,7320	1,0256	3,1845
ortalamalar	1209,324	3,9833	43,3723	15,9333	2,3731	2,7905
sapmalar	186,8523	1,1466	7,9652	4,5862	1,1699	0,3594

Çizelge 1.10. %5 silika içeren numunelerinin çekme testi sonuçları

Numune	Maks. kuvvet, kN	Maks. yer değiş., mm	Maks. gerilme, MPa	Maks. uzama, %	Enerji J	Modül MPa
%5 - 1	1490,160	3,8230	56,4453	15,2920	2,7021	3,6912
%5 - 8	1479,530	3,0890	48,3507	12,3560	2,1851	3,9131
%5 - 7	1281,720	2,4950	44,0453	9,9800	1,3965	4,4134
%5 - 6	1123,130	2,7350	42,5426	10,9400	1,2832	3,8887
%5 - 5	1022,340	2,3080	35,4980	9,2320	0,9141	3,8451
%5 - 9	1253,910	2,9350	44,4648	11,7400	1,6588	3,7875
%5 - 10	1045,000	2,5470	37,4552	10,1880	1,1169	3,6764
ortalamalar	1242,256	2,8474	44,1146	11,3897	1,6081	3,8879
sapmalar	191,8821	0,5059	6,9664	2,0238	0,6332	0,2490

Çizelge 1.11. %5 silika-%1 poliol içeren numunelerinin çekme testi sonuçları

Numune	Maks. kuvvet, kN	Maks. yer değiş., mm	Maks. gerilme, MPa	Maks. uzama, %	Enerji J	Modül MPa
%5Si-%1Po - 3	1341,090	3,8180	49,6701	15,2720	2,8277	3,2524
%5Si-%1Po - 5	1443,910	3,4120	46,7284	13,6480	2,2501	3,4238
%5Si-%1Po - 4	1295,160	3,0990	42,3254	12,3960	1,7356	3,4144
ortalamalar	1360,053	3,4430	46,2413	13,7720	2,2711	3,3635
sapmalar	76,1666	0,3605	3,6965	1,4420	0,5463	0,0964

EK-1 (Devam) Mekanik karakterizasyon sonuçları (Çekme testi)

Çizelge 1.12. %5 silika-%3 poliol içeren numunelerinin çekme testi sonuçları

Numune	Maks. kuvvet, kN	Maks. yer değiş., mm	Maks. gerilme, MPa	Maks. uzama, %	Enerji J	Modül MPa
%5Si-%3Po - 5	1462,190	4,3415	47,7839	17,3660	3,7361	2,7516
%5Si-%3Po - 6	1329,380	3,5575	47,6479	14,2300	2,4450	3,3484
%5Si-%3Po - 3	1315,940	3,8290	46,6645	15,3160	2,7493	3,0468
%5Si-%3Po - 4	1252,660	3,1310	45,3861	12,5240	1,6617	3,6239
%5Si-%3Po - 2	1307,030	4,2240	45,3830	16,8960	2,8846	2,6860
ortalamalar	1333,440	3,8166	46,5731	15,2664	2,6954	3,0913
sapmalar	77,6566	0,4947	1,1678	1,9787	0,7505	0,3973

Çizelge 1.13. %5 silika-%5 poliol içeren numunelerinin çekme testi sonuçları

Numune	Maks. kuvvet, kN	Maks. yer değiş., mm	Maks. gerilme, MPa	Maks. uzama, %	Enerji J	Modül MPa
%5Si-%5Po - 6	1379,530	2,9220	45,0827	11,6880	2,1424	3,8572
%5Si-%5Po - 10	1290,780	3,1650	44,8188	12,6600	1,9937	3,5402
%5Si-%5Po - 4	1249,530	3,4430	43,8432	13,7720	2,1699	3,1835
%5Si-%5Po - 2	1309,690	3,0790	43,6563	12,3160	1,7769	3,5447
%5Si-%5Po - 1	1186,250	3,0160	42,0656	12,0640	1,7515	3,4869

EK-1 (Devam) Mekanik karakterizasyon sonuçları (Çekme testi)

Çizelge 1.14. %7 silika içeren numunelerinin çekme testi sonuçları

Numune	Maks. kuvvet, kN	Maks. yer değiş., mm	Maks. gerilme, MPa	Maks. uzama, %	Enerji J	Modül MPa
%7 - 4	1196,880	2,4770	42,8987	9,9080	1,3527	4,3297
%7 - 1	1338,910	2,7870	38,4743	11,1480	1,7785	3,4512
%7 - 5	1242,340	2,7040	37,3076	10,8160	1,4822	3,4493
%7 - 3	1061,410	2,1520	36,8544	8,6080	0,9710	4,2814
ortalamalar	1209,885	2,5300	38,8838	10,1200	1,3961	3,8779
sapmalar	115,3469	0,2840	2,7622	1,1361	0,3348	0,4942

Çizelge 1.15. %7 silika-%1 poliol içeren numunelerinin çekme testi sonuçları

Numune	Maks. kuvvet, kN	Maks. yer değiş., mm	Maks. gerilme, MPa	Maks. uzama, %	Enerji J	Modül MPa
%7Si%1Po - 1	926,0940	2,5480	28,0634	10,1920	0,9436	2,7535
%7Si%1Po - 5	885,9380	2,3840	27,0929	9,5360	0,7935	2,8411
%7Si%1Po - 2	827,6560	2,4010	26,7850	9,6040	0,7403	2,7889
%7Si%1Po - 3	803,1250	2,4670	26,7708	9,8680	0,7187	2,7129
ortalamalar	860,7033	2,4500	27,1780	9,8000	0,7990	2,7741
sapmalar	55,7378	0,0745	0,6087	0,2980	0,1014	0,0544

EK-1 (Devam) Mekanik karakterizasyon sonuçları (Çekme testi)

Çizelge 1.16. %7 silika-%3 poliol içeren numunelerinin çekme testi sonuçları

Numune	Maks. kuvvet, kN	Maks. yer değiş., mm	Maks. gerilme, MPa	Maks. uzama, %	Enerji J	Modül MPa
%7Si- %3Po - 3	899,2190	2,4750	26,7625	9,9000	0,8066	2,7033
%7Si- %3Po - 5	826,0940	2,2970	26,7344	9,1880	0,6747	2,9097
%7Si- %3Po - 2	825,1560	2,3080	25,9483	9,2320	0,6407	2,8107
%7Si- %3Po - 4	682,5000	2,1100	22,5248	8,4400	0,4949	2,6688
%7Si- %3Po - 1	598,7500	1,9220	20,7899	7,6880	0,3666	2,7042
ortalamalar	766,3438	2,2224	24,5520	8,8896	0,5967	2,7593
sapmalar	122,2725	0,2119	2,7323	0,8475	0,1699	0,0995

Çizelge 1.17. %7 silika-%5 poliol içeren numunelerinin çekme testi sonuçları

Numune	Maks. kuvvet, kN	Maks. yer değiş., mm	Maks. gerilme, MPa	Maks. uzama, %	Enerji J	Modül MPa
%7Si- %5Po - 1	922,188	2,7870	30,1368	11,1480	1,1141	2,7033
%7Si- %5Po - 3	976,406	3,2980	29,5881	13,1920	1,4406	2,2429
%7Si- %5Po - 2	1002,340	3,1330	29,3083	12,5320	1,4854	2,3387
%7Si- %5Po - 4	798,906	2,0990	22,3783	8,3960	0,6437	2,6654
%7Si- %5Po - 5	689,063	1,8700	20,1480	7,4800	0,4443	2,6936
ortalamalar	877,781	2,6374	26,3119	10,5496	1,0256	2,5288
sapmalar	131,386	0,6291	4,6853	2,5165	0,4678	0,2203

EK-2 Mekanik karakterizasyon sonuçları (Eğilme testi)

Çizelge 2.1.E numunelerinin eğilme testi sonuçları

Numune	Maks. kuvvet, kN	Maks. yer deęiş., mm	Maks. gerilme, MPa	Maks. uzama, %	Enerji J	Modül MPa
E - 7	0,249	3,361	66,292	2,954	0,445	22,441
E - 8	0,109	6,546	65,531	3,836	0,433	17,085
E - 1	0,108	8,777	64,781	5,143	0,774	12,597
E - 2	0,107	8,377	64,313	4,908	0,823	13,103
E - 9	0,106	8,364	63,656	4,901	0,711	12,989
ortalamalar	0,136	7,085	64,915	4,348	0,637	15,643
s. sapmalar	0,06	2,25	1,03	0,93	0,19	4,22

Çizelge 2.2. %1 silika içeren numunelerinin eğilme testi sonuçları

Numune	Maks. kuvvet, kN	Maks. yer deęiş., mm	Maks. gerilme, MPa	Maks. uzama, %	Enerji J	Modül MPa
%1-5	332,0310	2,9710	124,512	4,4565	0,6996	27,939
%1-4	326,0940	2,6240	122,285	3,9360	0,5135	31,068
%1-3	303,5940	2,2960	113,848	3,4440	0,4008	33,057
%1-2	283,5940	3,2110	106,348	4,8165	1,1635	22,079
%1-1	279,5310	2,9200	104,824	4,3800	0,5155	23,932
%1-7	270,3130	3,1550	101,367	4,7325	0,7507	21,419
%1-8	267,6560	3,1020	100,371	4,6530	0,5745	21,571
ortalamalar	294,6876	2,8970	111,310	4,5812	0,6597	22,251
sapmalar	26,2610	0,3289	8,8480	0,2633	0,2517	1,16

EK-2 (Devam) Mekanik karakterizasyon sonuçları (Eğilme testi)

Çizelge 2.3. %1-%1 poliol silika içeren numunelerinin eğilme testi sonuçları

Numune	Maks. kuvvet, kN	Maks. yer değiş., mm	Maks. gerilme, MPa	Maks. uzama, %	Enerji J	Modül MPa
%1Si%1Po - 1	344,2190	3,6010	93,4954	6,3468	1,0432	14,731
%1Si%1Po - 4	337,3440	3,3440	91,6280	5,8938	1,1338	15,546
%1Si%1Po - 5	365,0000	3,4980	89,3786	6,4932	1,0254	13,765
%1Si%1Po - 2	264,2190	3,3230	87,7682	5,2960	0,5673	16,572
Ortalamalar	327,6955	3,4415	90,5676	6,0074	0,9424	15,153
Sapmalar	43,9204	0,1319	2,5131	0,5385	0,2546	1,1936

Çizelge 2.4. %1-%3 poliol silika içeren numunelerinin eğilme testi sonuçları

Numune	Maks. kuvvet, kN	Maks. yer değiş., mm	Maks. gerilme, MPa	Maks. uzama, %	Enerji J	Modül MPa
%1Si%3Po - 1	308,7500	3,9835	87,5473	6,8715	0,5297	12,741
%1Si%3Po - 4	315,4690	3,4020	85,6864	5,9960	1,1356	14,290
%1Si%3Po - 2	327,3440	3,4355	83,4972	6,2483	0,5929	13,363
ortalamalar	317,1877	3,6070	85,5770	6,3720	0,7528	13,464
sapmalar	9,4154	0,3265	2,0273	0,4507	0,3331	0,780

EK-2 (Devam) Mekanik karakterizasyon sonuçları (Eğilme testi)

Çizelge 2.5. %1-%5 poliol silika içeren numunelerinin eğilme testi sonuçları

Numune	Maks. kuvvet, kN	Maks. yer deęiş., mm	Maks. gerilme, MPa	Maks. uzama, %	Enerji J	Modül MPa
%1Si%5Po - 5	300,7810	3,8390	87,1724	6,5503	1,0913	13,308
%1Si%5Po - 1	285,7810	3,7150	86,5895	6,1994	1,4917	13,967
%1Si%5Po - 2	358,9060	4,1140	86,1375	7,7138	1,6087	11,166
%1Si%5Po - 4	275,3130	3,6520	85,3241	6,0258	0,6758	14,159
ortalamalar	305,1953	3,8300	86,3059	6,6223	1,2169	13,150
sapmalar	37,3014	0,2047	0,7796	0,7596	0,4233	1,371

Çizelge 2.6. %3 silika içeren numunelerinin çekme testi sonuçları

Numune	Maks. kuvvet, kN	Maks. yer deęiş., mm	Maks. gerilme, MPa	Maks. uzama, %	Enerji J	Modül MPa
%3-8	302,969	2,8905	113,6130	4,3358	0,6696	26,203
%3-4	298,594	3,0450	111,9730	4,5675	0,7900	24,515
%3-7	298,125	3,1680	111,7970	4,7520	1,0205	23,526
%3-2	293,438	2,6735	110,0390	4,0103	0,8758	27,439
%3-6	269,688	3,1255	101,1330	4,6883	0,6904	21,571
ortalamalar	292,569	2,9805	109,7110	4,4708	0,8092	25,421
sapmalar	13,225	0,2017	4,9594	0,3025	0,1441	1,288

EK-2 (Devam) Mekanik karakterizasyon sonuçları (Eğilme testi)

Çizelge 2.7. %3 silika-%1 poliol içeren numunelerinin eğilme testi sonuçları

Numune	Maks. kuvvet, kN	Maks. yer değiş., mm	Maks. gerilme, MPa	Maks. uzama, %	Enerji J	Modül MPa
%3Si%1Po - 4	281,7190	3,5940	91,4176	5,7953	0,9259	15,774
%3Si%1Po - 6	326,0940	3,4055	86,7175	6,0661	1,3351	14,295
%3Si%1Po - 5	267,1880	3,3540	86,7023	5,4083	0,8657	16,031
%3Si%1Po - 1	345,7810	3,1210	86,4093	5,7348	1,4318	15,067
ortalamalar	305,1955	3,3686	87,8117	5,7511	1,1396	15,292
sapmalar	36,8766	0,1947	2,4081	0,2701	0,2854	0,779

Çizelge 2.8. %3 silika-%3 poliol içeren numunelerinin eğilme testi sonuçları

Numune	Maks. kuvvet, kN	Maks. yer değiş., mm	Maks. gerilme, MPa	Maks. uzama, %	Enerji J	Modül MPa
%3Si%3Po - 7	280,6250	3,8020	86,9706	6,2733	0,8762	13,863
%3Si%3Po - 5	347,1880	3,8875	86,7607	7,1433	1,0149	12,145
%3Si%3Po - 9	347,1880	3,3600	86,7607	6,1740	0,7887	14,052
%3Si%3Po - 6	325,3130	3,6010	86,5097	6,4143	0,9468	13,487
%3Si%3Po - 3	261,7190	3,4990	81,1112	5,7734	0,8926	14,049
ortalamalar	312,4066	3,6299	85,6226	6,3556	0,9038	13,519
sapmalar	39,2599	0,2161	2,5272	0,5007	0,0841	0,801

EK-2 (Devam) Mekanik karakterizasyon sonuçları (Eğilme testi)

Çizelge 2.9. %3 silika-%5 poliol içeren numunelerinin eğilme testi sonuçları

Numune	Maks. kuvvet, kN	Maks. yer değiş., mm	Maks. gerilme, MPa	Maks. uzama, %	Enerji J	Modül MPa
%3Si%5Po - 5	256,4060	3,3075	87,2130	5,2093	0,5414	16,741
%3Si%5Po - 3	328,5940	3,8020	85,5713	6,8436	1,1250	12,503
%3Si%5Po - 1	257,9690	2,6060	81,7975	4,2510	0,3930	19,241
%3Si%5Po - 2	323,5940	2,8020	79,2394	5,2012	0,5590	15,234
%3Si%5Po - 4	228,7500	2,5020	77,8061	3,9407	0,3249	19,744
ortalamalar	279,0626	3,0039	82,3255	5,0892	0,5887	16,693
sapmalar	44,5141	0,5432	4,0203	1,1321	0,3157	2,978

Çizelge 2.10. %5 silika içeren numunelerinin eğilme testi sonuçları

Numune	Maks. kuvvet, kN	Maks. yer değiş., mm	Maks. gerilme, MPa	Maks. uzama, %	Enerji J	Modül MPa
%5-1	309,844	2,3180	116,1910	3,4770	0,4780	33,4170
%5-3	309,063	3,0250	115,8980	4,5375	0,6562	25,5423
%5-5	302,813	3,6295	113,5550	5,4443	0,9532	20,8578
%5-6	294,688	2,7110	110,5080	4,0665	0,5432	27,1752
ortalamalar	304,102	2,9209	114,0380	4,3813	0,6576	26,7581
sapmalar	7,0206	0,5539	2,6324	0,8309	0,2103	5,1900

EK-2 (Devam) Mekanik karakterizasyon sonuçları (Eğilme testi)

Çizelge 2.11. %5 silika-%1 poliol içeren numunelerinin eğilme testi sonuçları

Numune	Maks. kuvvet, kN	Maks. yer değiş., mm	Maks. gerilme, MPa	Maks. uzama, %	Enerji J	Modül MPa
%5Si%1Po - 5	379,5310	3,3740	85,8587	6,5160	1,0501	13,176
%5Si%1Po - 3	382,8130	3,5060	80,2472	7,0339	0,9458	11,408
%5Si%1Po - 4	349,2190	3,3860	79,0013	6,5392	0,9722	12,081
%5Si%1Po - 2	356,8750	3,2150	76,2282	6,3898	1,0277	11,929
ortalamalar	367,1095	3,3703	80,3339	6,6197	0,9989	12,149
sapmalar	16,5902	0,1194	4,0482	0,2838	0,0482	0,743

Çizelge 2.12. %5 silika-%3 poliol içeren numunelerinin eğilme testi sonuçları

Numune	Maks. kuvvet, kN	Maks. yer değiş., mm	Maks. gerilme, MPa	Maks. uzama, %	Enerji J	Modül MPa
%5Si%3Po - 2	333,5940	3,4375	83,3637	6,3164	0,7967	13,198
%5Si%3Po - 1	368,9060	3,4390	81,8579	6,7061	0,9682	12,206
%5Si%3Po - 7	360,3130	2,8520	81,5110	5,5079	0,6852	14,798
%5Si%3Po - 9	228,2810	3,3270	81,4805	5,1153	0,5114	15,928
%5Si%3Po - 3	350,9380	2,5770	77,8708	5,0252	0,5673	15,496
ortalamalar	328,4064	3,1265	81,2168	5,7342	0,7057	14,325
sapmalar	57,4846	0,3911	2,0231	0,7451	0,1834	1,575

EK-2 (Devam) Mekanik karakterizasyon sonuçları (Eğilme testi)

Çizelge 2.13. %5 silika-%5 poliol içeren numunelerinin eğilme testi sonuçları

Numune	Maks. kuvvet, kN	Maks. yer değiş., mm	Maks. gerilme, MPa	Maks. uzama, %	Enerji J	Modül MPa
%5Si%5Po - 9	354,5310	3,6450	81,7835	6,9711	0,9944	11,731
%5Si%5Po - 5	346,2500	3,0520	81,4626	5,7797	0,6770	14,094
%5Si%5Po - 6	321,7190	3,0570	80,3962	5,6172	0,5727	14,312
%5Si%5Po - 8	250,7810	3,3480	74,3055	5,6498	0,5421	13,152
%5Si%5Po - 3	289,8440	3,1880	70,9749	5,9177	0,5802	11,993
ortalamalar	312,6250	3,2580	77,7845	5,9871	0,6733	13,056
sapmalar	42,7584	0,2478	4,8687	0,5627	0,1865	1,177

Çizelge 2.14. %7 silika içeren numunelerinin eğilme testi sonuçları

Numune	Maks. kuvvet, kN	Maks. yer değiş., mm	Maks. gerilme, MPa	Maks. uzama, %	Enerji J	Modül MPa
%7-1	305,3130	2,5710	114,4920	3,8565	0,5144	29,688
%7-5	292,0310	3,1240	109,5120	4,6860	0,7269	23,370
%7-2	278,7500	3,0800	104,5310	4,6200	0,6855	22,625
%7-3	265,6250	2,7610	99,6094	4,1415	0,5249	24,051
%7-4	250,3130	1,9090	93,8672	2,8635	0,2731	32,780
ortalamalar	278,4064	2,6890	104,4023	4,0335	0,5450	26,503
sapmalar	21,5773	0,4923	8,0915	0,7385	0,1789	4,483

EK-2 (Devam) Mekanik karakterizasyon sonuçları (Eğilme testi)

Çizelge 2.15. %7 silika-%1 poliol içeren numunelerinin eğilme testi sonuçları

Numune	Maks. kuvvet, kN	Maks. yer değiş., mm	Maks. gerilme, MPa	Maks. uzama, %	Enerji J	Modül MPa
%7Si%1Po - 2	276,8750	2,8730	56,9702	5,8178	0,5006	9,792
%7Si%1Po - 4	289,0630	2,4270	55,3053	5,0967	0,4286	10,851
%7Si%1Po - 3	270,6250	2,1770	54,6671	4,4492	0,3592	12,286
%7Si%1Po - 1	256,0940	1,8060	52,6942	3,6572	0,2588	14,408
ortalamalar	273,1643	2,3208	54,9092	4,7552	0,3868	11,834
sapmalar	13,7159	0,4479	1,7672	0,9211	0,1030	1,997

Çizelge 2.16. %7 silika-%3 poliol içeren numunelerinin eğilme testi sonuçları

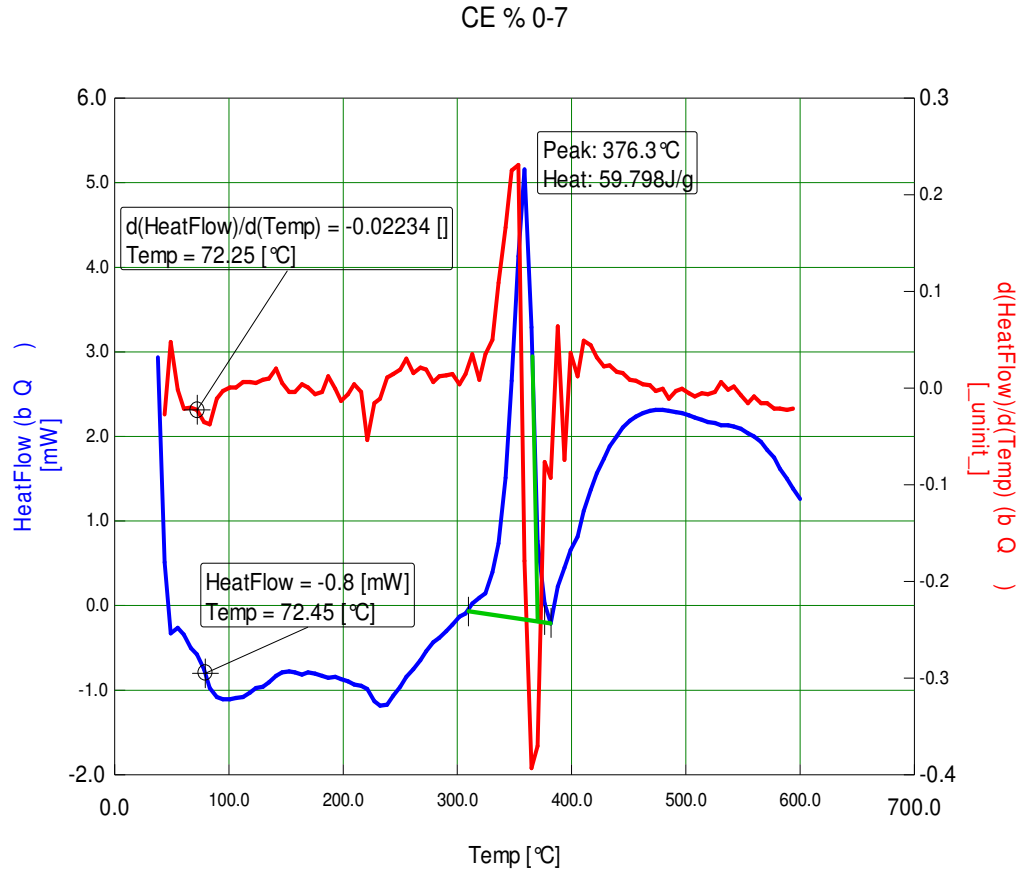
Numune	Maks. kuvvet, kN	Maks. yer değiş., mm	Maks. gerilme, MPa	Maks. uzama, %	Enerji J	Modül MPa
%7Si%3Po - 4	225,6250	3,7430	54,1500	7,0181	0,5755	7,715
%7Si%3Po - 5	225,6250	3,4390	53,0830	6,5126	0,5491	8,150
%7Si%3Po - 3	197,1880	2,8640	51,3509	5,1552	0,3758	9,961
ortalamalar	216,1460	3,3487	52,8613	6,2286	0,5001	8,609
sapmalar	16,4181	0,4464	1,4127	0,9634	0,1085	1,190

EK-2 (Devam) Mekanik karakterizasyon sonuçları (Eğilme testi)

Çizelge 2.17. %7 silika-%5 poliol içeren numunelerinin eğilme testi sonuçları

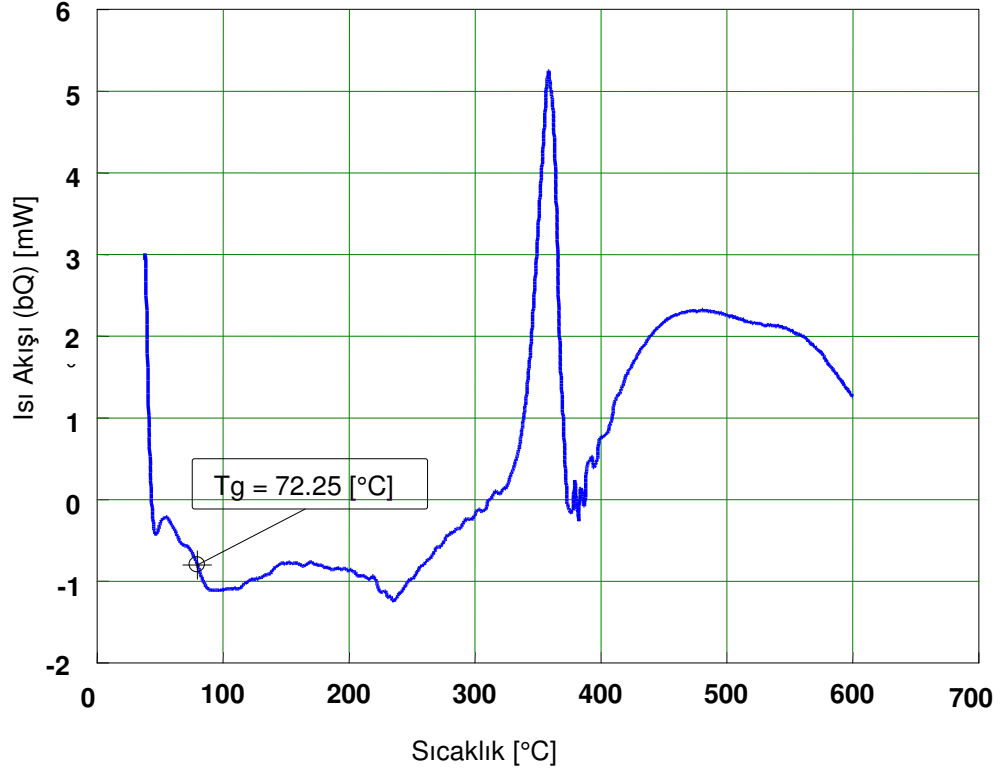
Numune	Maks. kuvvet, kN	Maks. yer değiş., mm	Maks. gerilme, MPa	Maks. uzama, %	Enerji J	Modül MPa
%7Si%5Po - 1	254,6870	3,4545	53,3889	6,9306	0,4798	7,7034
%7Si%5Po - 4	234,5310	2,8820	52,0410	5,6199	0,4771	9,2601
%7Si%5Po - 2	224,0630	3,0560	46,1034	6,1884	0,3521	7,4500
%7Si%5Po - 5	206,7190	2,9230	41,7579	5,9739	0,4069	6,9901
%7Si%5Po - 3	188,7500	2,0270	41,0884	3,9907	0,1447	10,2961
ortalamalar	221,7500	2,8685	46,8759	5,7407	0,3721	8,3399
sapmalar	25,3401	0,5220	5,6873	1,0895	0,1378	1,3868

EK-3 Diferansiyel taramalı kalorimetri

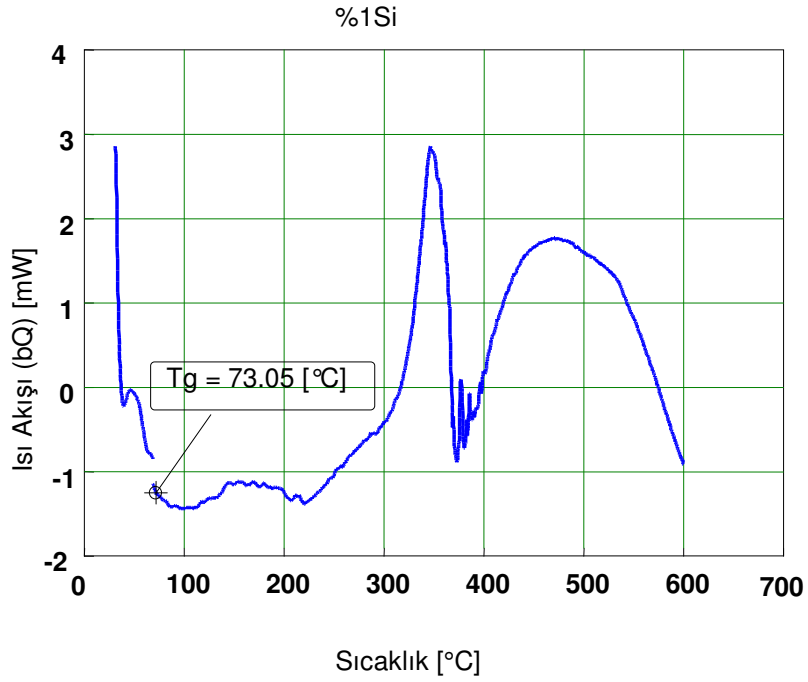


Şekil 3.1. epoksi / sertleştirici sisteminin DSC termogramı

EK-3 (Devam) Diferansiyel taramalı kalorimetri

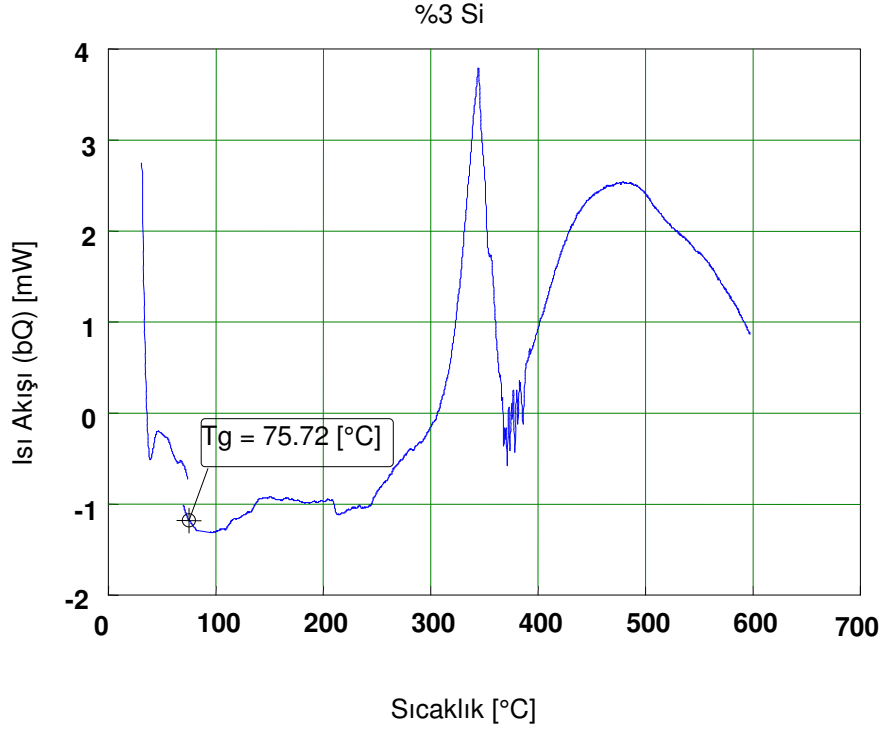


Şekil 3.2. Saf epoksi numunesinin DSC termogramı

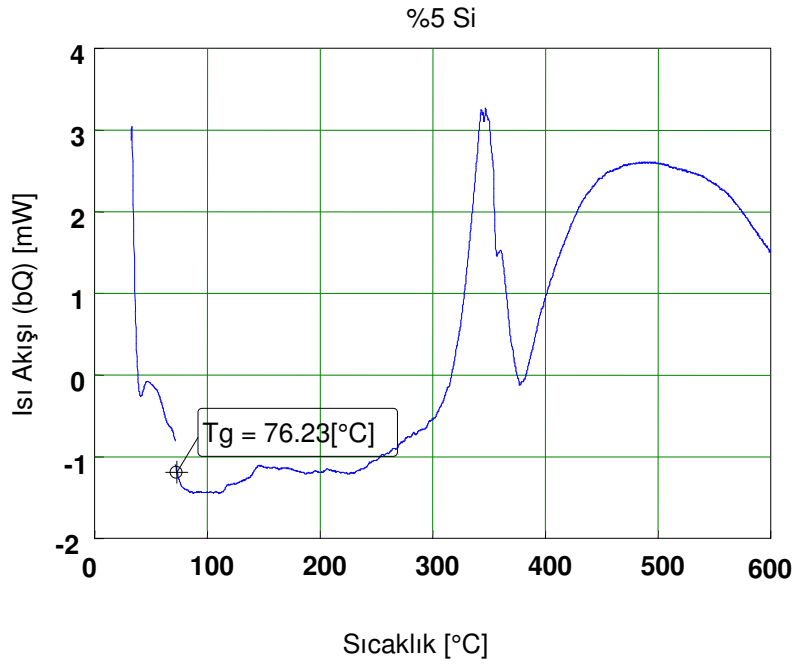


Şekil 3.3. %1 silika içeren numunenin DSC termogramı

EK-3 (Devam) Diferansiyel taramalı kalorimetri

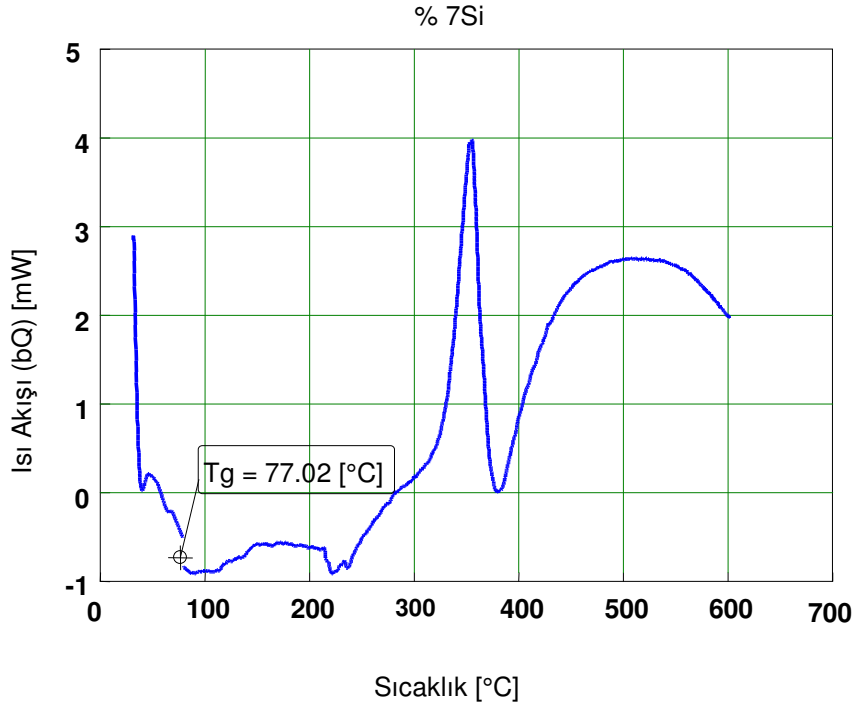


Şekil 3.4. %3 silika içeren numunenin DSC termogramı

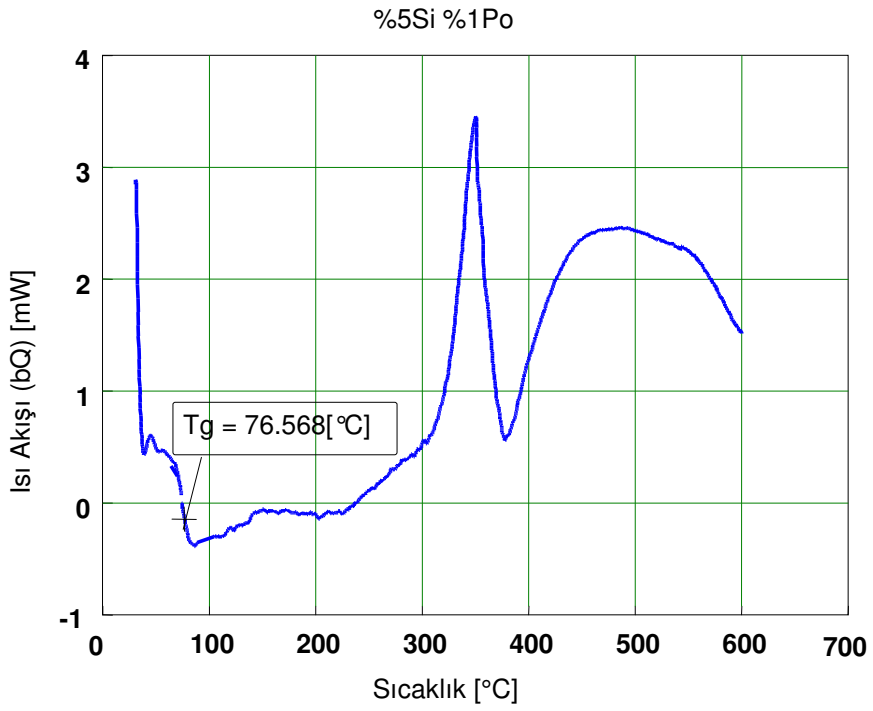


Şekil 3.5. %5 silika içeren numunenin DSC termogramı

EK-3 (Devam) Diferansiyel taramalı kalorimetri

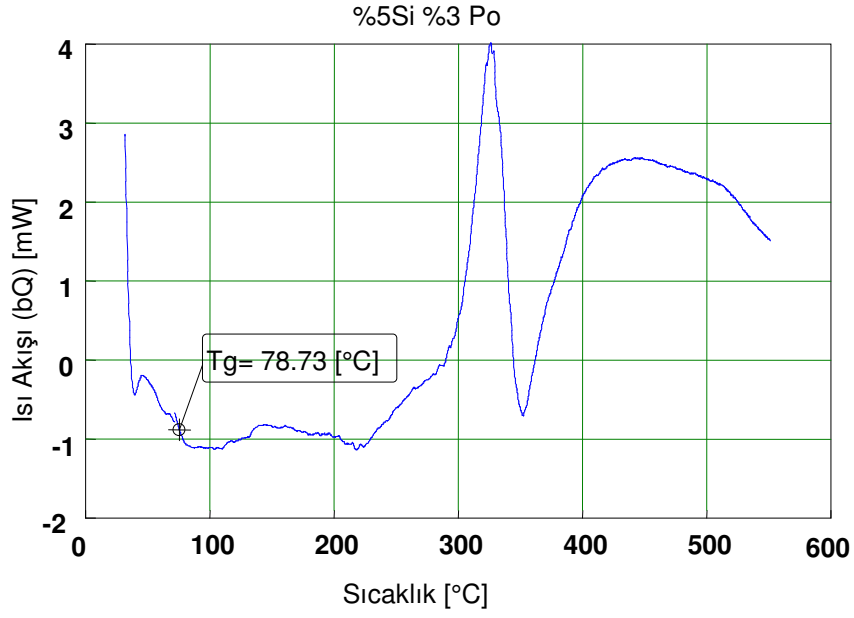


Şekil 3.6. %7 silika içeren numunenin DSC termogramı

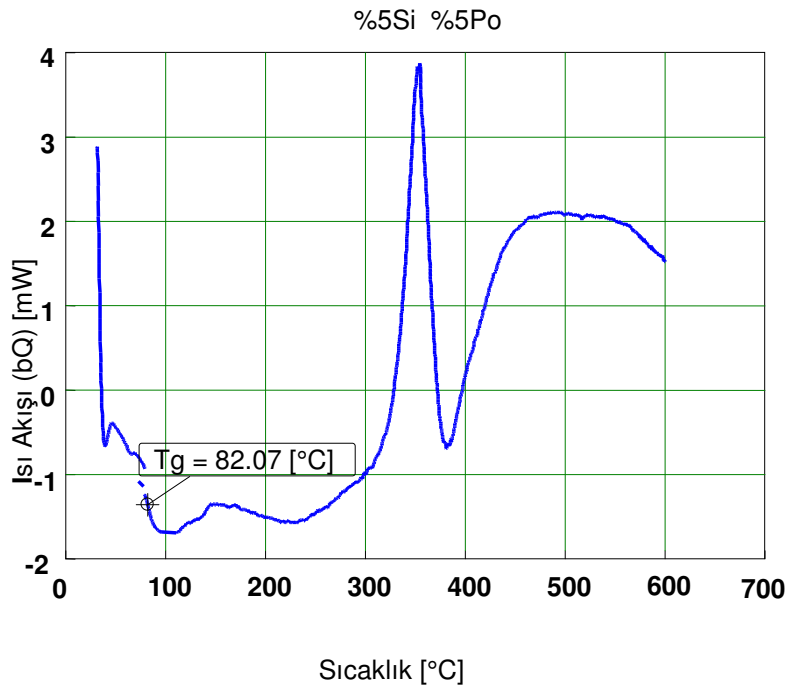


Şekil 3.7. %5 silika - %1 poliol içeren numunenin DSC termogramı

EK-3 (Devam) Diferansiyel taramalı kalorimetri



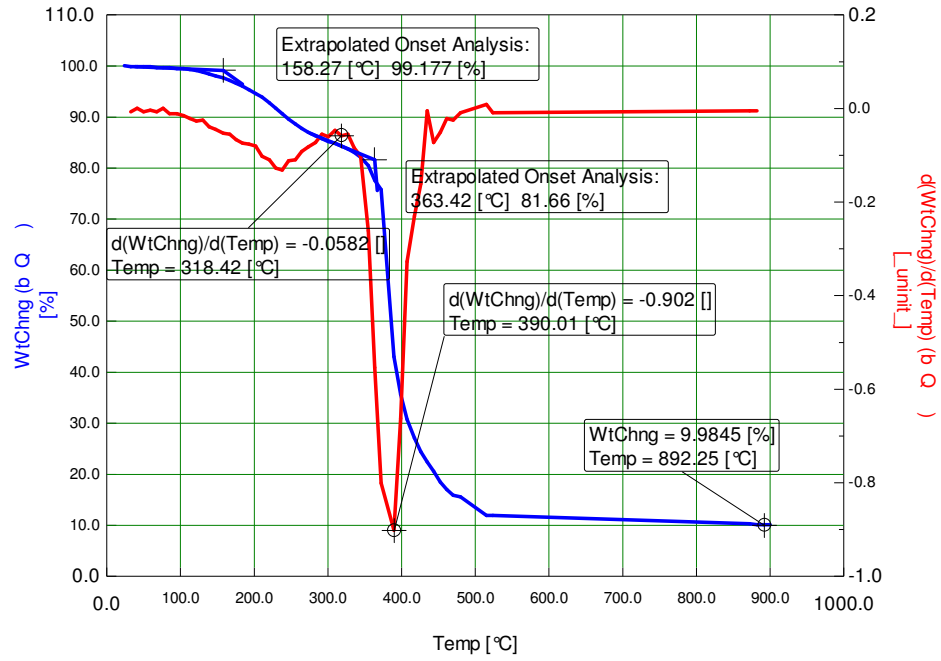
Şekil 3.8. %5 silika - %3 poliol içeren numunenin DSC termogramı



Şekil 3.9. %5 silika - %5 poliol içeren numunenin DSC termogramı

EK-4 Termoravimetrik analiz

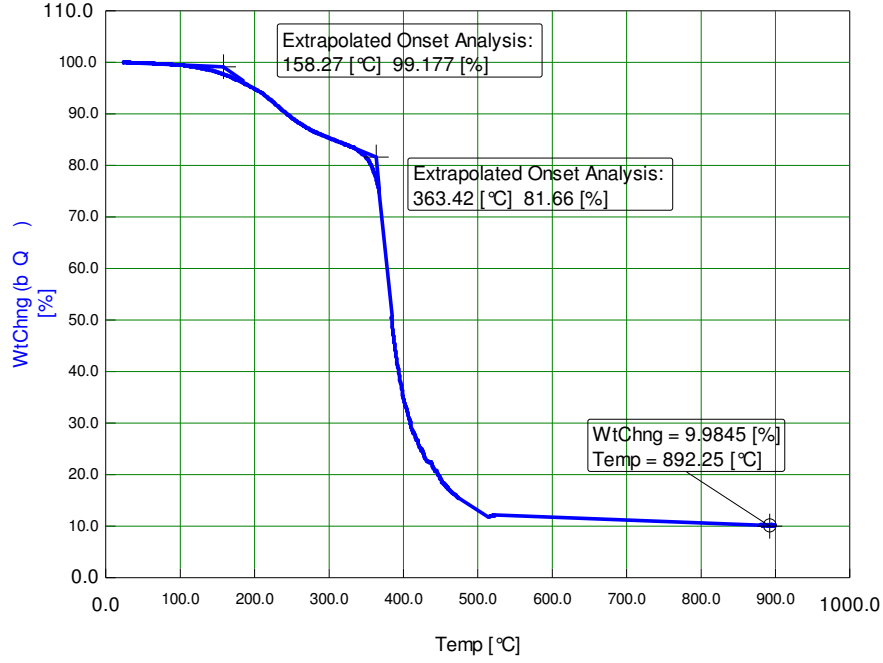
CE % 0-7



Şekil 4.1. Epoksi / sertleştirici sisteminin TGA termogramı

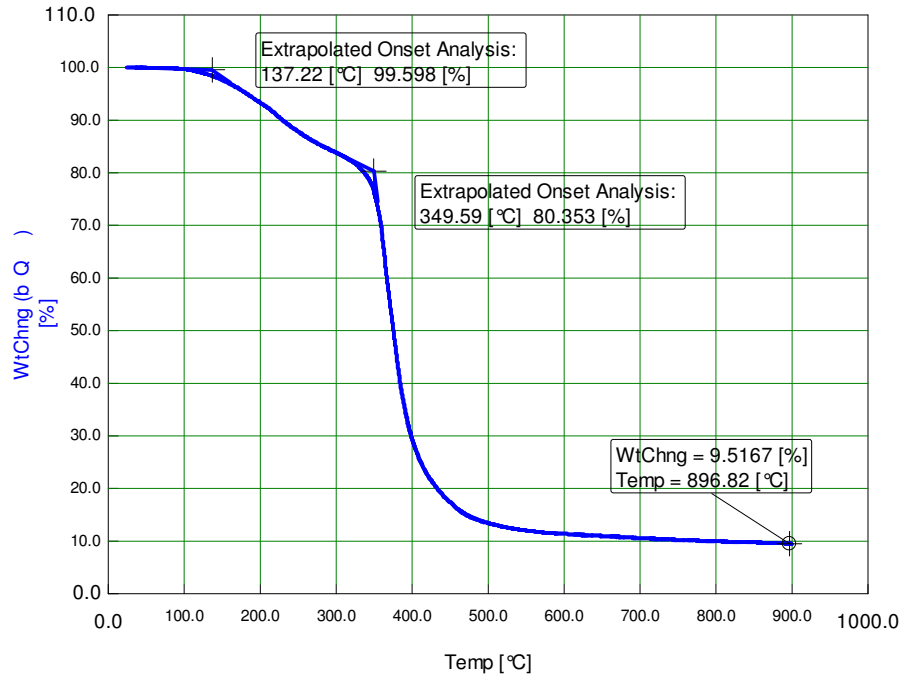
EK-4 (Devam) Termoravimetrik analiz

CE % 0-7



Şekil 4.2. Epoksi / sertleştirici sisteminin TGA termogramı

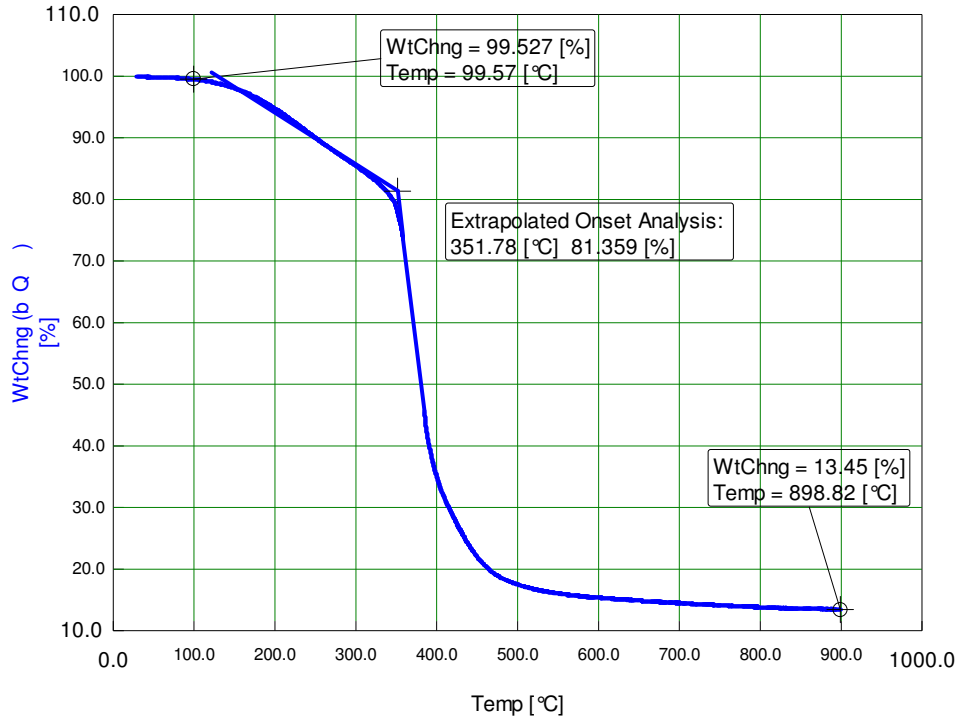
NUMUNE 1 %1-2 Si



Şekil 4.3. %1 silika içeren numunenin TGA termogramı

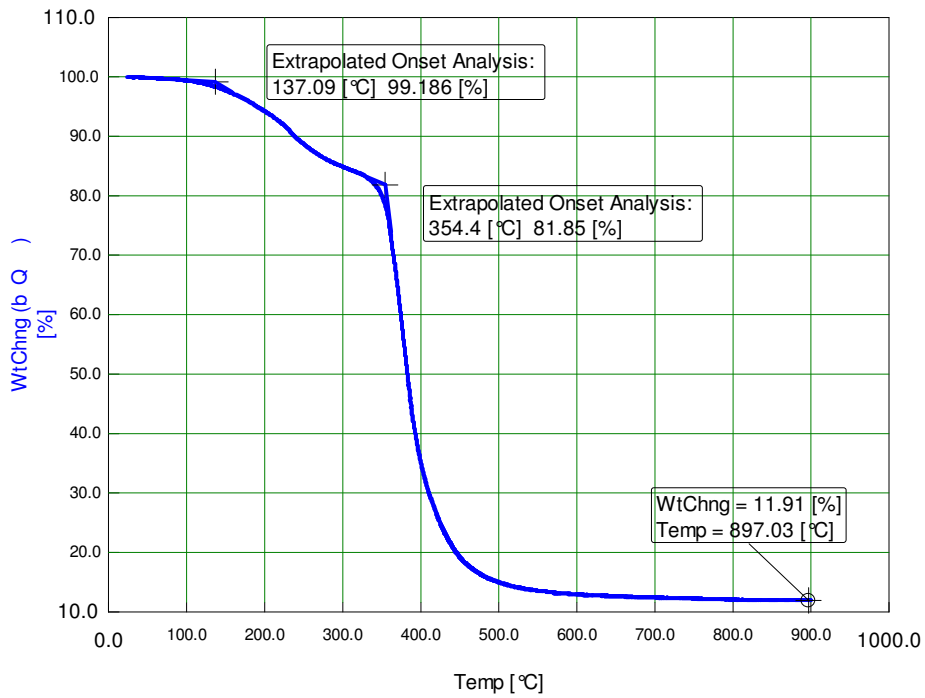
EK-4 (Devam) Termoravimetrik analiz

NUMUNE 2 %3-4 Si



Şekil 4.4. %3 silika içeren numunenin TGA termogramı

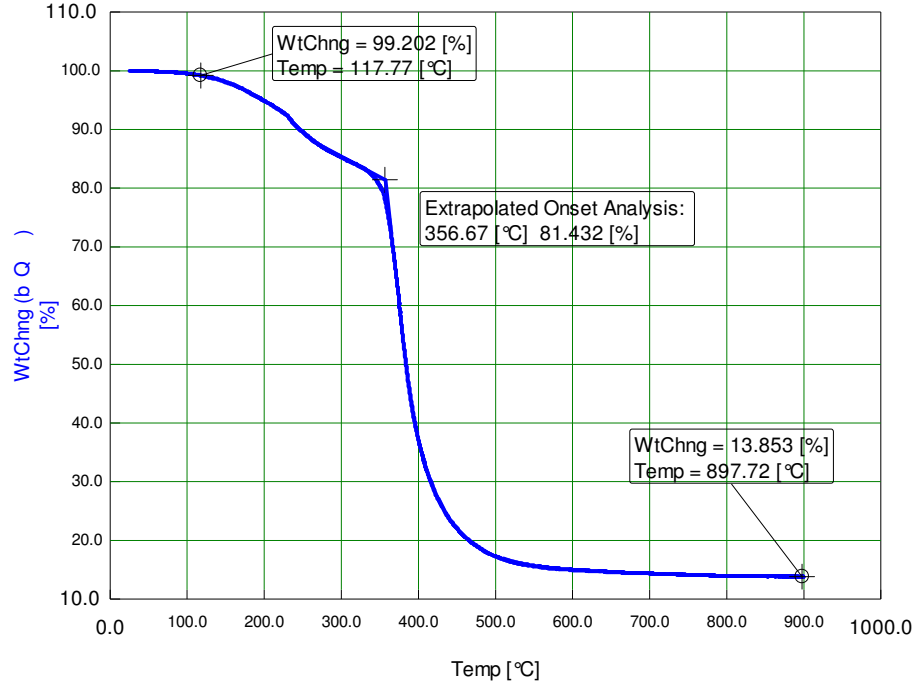
NUMUNE 3 %5-3 Si



Şekil 4.5. %5 silika içeren numunenin TGA termogramı

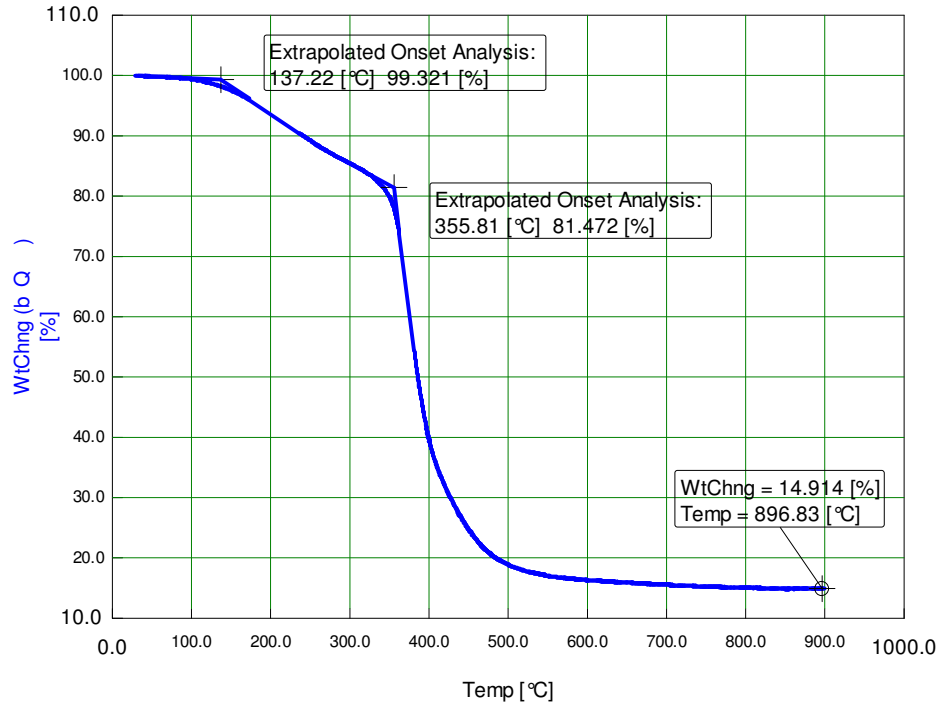
EK-4 (Devam) Termoravimetrik analiz

NUMUNE 4 %7-1 Si



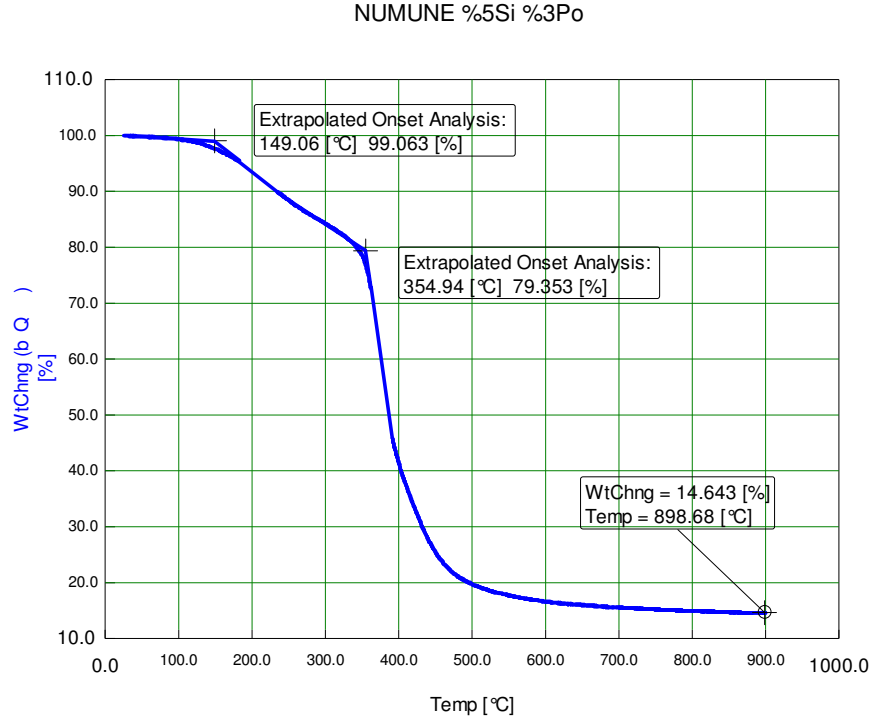
Şekil 4.6. %7 silika içeren numunenin TGA termogramı

NUMUNE %5Si %1Po

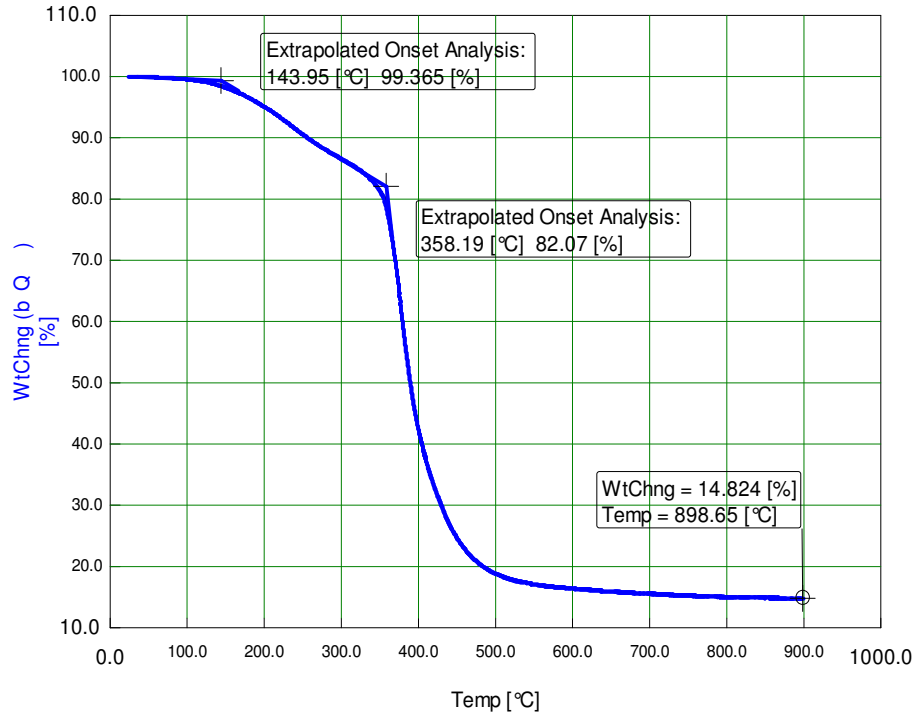


Şekil 4.7. %5 silika - %1 poliol içeren numunenin TGA termogramı

EK-4 (Devam) Termoravimetrik analiz



Şekil 4.8. %5 silika - %3 poliol içeren numunenin TGA termogramı
%5Si %5Po



Şekil 4.9. %5 silika - %5 poliol içeren numunenin TGA termogramı

ÖZGEÇMİŞ**Kişisel Bilgiler**

Soyadı, adı : BAĞCI, İdil
Uyruğu : T.C.
Doğum tarihi ve yeri : 06.04.1979 Ankara
Medeni hali : Bekar
Telefon : 0 (312) 4962538
e-mail : idilbagci@hotmail.com

Eğitim**Derece****Eğitim Birimi****Mezuniyet tarihi**

Yüksek lisans

Gazi Üniversitesi /
Kimya Mühendisliği Bölümü

Lisans

Gazi Üniversitesi /
Kimya Mühendisliği Bölümü

2003

Lise

Bursa Kız Lisesi

1997

İş Deneyimi**Yıl****Yer****Görev**

2005-

Stenkim San ve Tic Ltd. Şti.

AR-GE Müh.

Yabancı Dil

İngilizce

Hobiler

Sinema, tiyatro, latin dansları, tenis oynamak.