



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

MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

**ORİJİNAL VE GERİ DÖNÜŞTÜRÜLMÜŞ KARBON FORMU
PARTİKÜLLERİN EPOKSİ KAPLAMANIN TRIBOLOJİK VE
MEKANİK ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE ETKİLERİNİN
İNCELENMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Muhammed Mustafa ZAFER

DANIŞMAN

Prof. Dr. Fazliye KARABÖRK

AKSARAY, 2024

Aksaray Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü'nün 222304712 numaralı Yüksek Lisans öğrencisi **Muhammed Mustafa ZAFER** tarafından hazırlanan “**ORİJİNAL VE GERİ DÖNÜŞTÜRÜLMÜŞ KARBON FORMU PARTİKÜLLERİN EPOKSİ KAPLAMANIN TRİBOLOJİK VE MEKANİK ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE ETKİLERİNİN İNCELENMESİ**” adlı tez çalışması aşağıdaki jüri tarafından OY BİRLİĞİ ile Makine Mühendisliği Anabilim Dalında YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak kabul edilmiştir

Danışman: Prof. Dr. Fazliye KARABÖRK

Aksaray Üniversitesi

Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Yüksek Lisans Tezi olduğunu onaylıyorum.

Üye: Doç. Dr. ŞAKİR YAZMAN

Selçuk Üniversitesi

Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Yüksek Lisans Tezi olduğunu onaylıyorum.

Üye: Dr. Öğr. Üyesi İsmail SARAÇ

Aksaray Üniversitesi

Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Yüksek Lisans Tezi olduğunu onaylıyorum.

Tez Savunma Tarihi: 25/06/2024

Jüri tarafından kabul edilen bu tezin Yüksek Lisans Tezi olması için gerekli şartları yerine getirdiğini onaylıyorum.

Prof. Dr Mehmet Ali HINIS
Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

DOĞRULUK BEYANI

Yüksek lisans tezi olarak sunduğum bu çalışmayı, akademik kurallara ve bilimsel etik, ahlak ve geleneklere aykırı düşecek bir yol ve yardıma başvurmaksızın yazdığımı, yararlandığım eserlerin kaynakçada gösterilenlerden oluştuğunu, çalışmamda kullandığım verilerin orijinalliğini ve her türlü intihalden uzak olduğunu beyan ederim.

Enstitü tarafından belli bir zamana bağlı olmaksızın, tezimle ilgili yaptığım bu beyana aykırı bir durumun saptanması durumunda, ortaya çıkacak tüm ahlaki ve hukuki sonuçlara katlanacağımı bildiririm.

İmza

Muhammed Mustafa ZAFER

TEŞEKKÜR

Tezimin hazırlanmasında emeği geçen herkese en içten teşekkürlerimi sunmak isterim.

Öncelikle, tez danışmanım Sayın Prof. Dr. Fazliye KARABÖRK Hanım'a derin şükranlarımı sunuyorum. Bilgi ve tecrübeleriyle bana rehberlik ederek, her aşamada destekleyici ve son derece anlayışlı tavırlarıyla yanımda olduğu için kendisine minnettarım.

2023-007 nolu tez projesi desteğinden dolayı Aksaray Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü'ne, ayrıca çalışmamın çeşitli aşamalarında yardımlarını ve katkılarını esirgemeyen MYSİLO Tahıl Depolama Sistemleri A.Ş.'ye ve orada bulunan ve bana yardımcı olan çalışma arkadaşlarıma teşekkür ederim. Sağladıkları imkânlar ve gösterdikleri destek, tezimin başarısında önemli bir rol oynadı.

Bu zorlu süreçte en büyük destekçilerim olan sevgili eşime ve kızıma özel teşekkürlerimi iletmek istiyorum. Onların sabrı, sevgisi ve verdiği moral desteği sayesinde bu süreci başarıyla tamamladım. Her an yanımda oldukları için kendimi çok şanslı hissediyorum.

Muhammed Mustafa ZAFER

AKSARAY, 2024

İÇİNDEKİLER

TEŞEKKÜR	iii
İÇİNDEKİLER	iv
ÖZET.....	v
ABSTRACT	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ	ix
SİMGELER VE KISALTMALAR	x
1. GİRİŞ.....	1
2. TEORİK ARAŞTIRMALAR.....	3
2.1 Polimerik kaplamalar	3
2.2 Epoksi Kaplamalar	4
2.3 Karbon esaslı nanopartiküller	7
2.4 Kompozit Kaplamalar	11
2.5 Literatür Özeti	15
2.5.1 Bu çalışmanın literatürdeki yeri	22
3. DENEYSEL ÇALIŞMA.....	24
3.1. Kullanılan malzemeler	24
3.2. Kaplama Öncesinde Yüzey Hazırlığı.....	26
3.3 Kompozit Kaplamanın Hazırlanması ve Uygulanması.....	26
3.4 Karakterizasyon Testleri	30
3.4.1 Termogravimetrik analiz (TGA).....	30
3.4.2 Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi (FTIR) analizi	30
3.4.3 Kaplama kalınlığı ölçümü	31
3.4.4 Kafes çizgi testi	32
3.4.5 Konik bükme testi	35
3.4.6 Aşınma testi.....	35
3.4.7 Nanosertlik testi	36
3.4.8 Tuz testi (Tuzlu Su Sisi Testi).....	37
3.4.9 Taramalı elektron mikroskobu (SEM) analizi.....	39
4. BULGULAR VE TARTIŞMA	40
4.1. Termogravimetrik Analiz (TGA) Sonuçları.....	40
4.2. FTIR Analizi Sonuçları	42
4.3. Kafes Çizgi Testi Sonuçları	42
4.4. Konik Bükme Testi Sonuçları.....	43
4.5. Aşınma Testi Sonuçları	45
4.6. Nanosertlik Testi Sonuçları.....	51
4.7. Tuz Testi Sonuçları	52
4.8. SEM Analizi Sonuçları	54
5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER.....	56
5.1 Sonuçlar.....	56
5.2 Öneriler	58
KAYNAKLAR	60
ÖZGEÇMİŞ.....	67

YÜKSEK LİSANS TEZİ

ORİJİNAL VE GERİ DÖNÜŞTÜRÜLMÜŞ KARBON FORMU PARTİKÜLLERİN EPOKSİ KAPLAMANIN TRIBOLOJİK VE MEKANİK ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE ETKİLERİNİN İNCELENMESİ

Muhammed Mustafa ZAFER

Aksaray Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Makine Mühendisliği Ana Bilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Fazliye KARABÖRK

ÖZET

Bu çalışmada, orijinal ve geri dönüştürülmüş karbon formu nanopartiküllerin epoksi kaplamanın tribolojik ve mekanik özellikleri üzerine etkilerinin incelenmesi amaçlanmıştır. Bu amaçla, epoksi matrise ağırlıkça %1 oranında karbon nanotüp (KNT), grafen nanoplaka (GNP), karbon siyahı (KS) ve atık lastiklerin pirolizle geri kazanımından elde edilen pirolitik karbon siyahı (PKS) katılmıştır. Ayrıca bu nanopartiküller, hibrit olarak da epoksi matrise eklenmiştir. Elde edilen tüm kompozit kaplamaların tribolojik ve mekanik özellikleri çeşitli analizlerle değerlendirilmiştir.

Nanokompozit kaplama malzemelerinin ve kaplamaların özelliklerinin belirlenmesi amacıyla; Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi analizi (FTIR), termogravimetrik analiz (TGA), kafes çizgi testi (cross-cut), konik bükme, nanosertlik ve aşınma testleri uygulanmıştır. Kaplamaların korozyon direncinin belirlenmesi amacıyla tuz testi (tuzlu su sisi testi) yapılmıştır. Ayrıca kaplamaların içindeki partikül dağılımını görmek, aşınma testi sonrasında yüzey analizi yapmak ve sonuçları yorumlamak amacıyla taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri alınıp incelenmiştir. Sonuçlar epoksi matrise katılan karbon esaslı partiküllerin kaplamanın tribolojik ve mekanik performansını geliştirdiğini göstermiştir.

Anahtar Kelimeler: Nanokompozit kaplama, Karbon nanotüp, Grafen, Pirolitik karbon siyahı, Tribolojik özellikler.

Haziran, 2024; 67 sayfa

M.Sc. THESIS

INVESTIGATION OF EFFECTS OF ORIGINAL AND RECYCLED CARBON FORM PARTICLES ON THE TRIBOLOGICAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF EPOXY COATING

Muhammed Mustafa ZAFER

**Aksaray University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Mechanical Engineering**

Supervisor: Assoc. Prof. Dr. Fazliye KARABÖRK

ABSTRACT

This study aims to investigate the effects of original and recycled carbon form nanoparticles on the tribological and mechanical properties of epoxy coatings. For this purpose, carbon nanotubes (CNT), graphene nanoplatelets (GNP), carbon black (CB), and pyrolytic carbon black (PCB) obtained from the pyrolysis of waste tires were added to the epoxy matrix at a weight percentage of 1%. Additionally, these nanoparticles were also added to the epoxy matrix in hybrid form. The tribological and mechanical properties of all the obtained composite coatings were evaluated through various analyses.

To determine the properties of nanocomposite coating materials and coatings, Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), Thermogravimetric Analysis (TGA), cross-cut test, conical bending test, nano-hardness, and wear tests were conducted. To determine the corrosion resistance of the coatings, a salt spray test was performed. Furthermore, to observe the particle distribution within the coatings, perform surface analysis after the wear test, and interpret the results, Scanning Electron Microscope (SEM) images were taken and examined. The results showed that the addition of carbon-based particles to the epoxy matrix improved the tribological and mechanical performance of the coatings.

Keywords: Nanocomposite coating, Carbon nanotube, Graphene, Pyrolytic carbon black, Tribological properties.

June, 2024; 67 pages

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1. Metal yüzeylere kaplama uygulaması	4
Şekil 2.2. Epoksi reçine	5
Şekil 2.3. (a) Bisfenol A esaslı epoksi reçinenin kimyasal yapısı ve amin sertleştirici ajanı (b)Kürlenmiş epoksi ağ yapısı	5
Şekil 2.4. Farklı formdaki karbon temelli yapılar ve boyutlarına göre sınıflandırılması	8
Şekil 2.5. Tek duvarlı ve çok duvarlı karbon nanotüpler.....	9
Şekil 2.6. Grafen.	10
Şekil 2.7. Epoksi matrise kullanılan güçlendirici malzemelerinin sınıflandırılması .	12
Şekil 2.8. Nanopartikül katılmış reçinenin yapısının şematik gösterimi	13
Şekil 2.9. Saf polimer kaplama ve karbon bazlı nanopartiküller içeren polimer matrisli kompozit kaplamalar için korozyondan korunma davranışının şematik görüntüsü	14
Şekil 2.10. Polimer matrise katılan nanopartiküllerin polimer matrisi güçlendirme ve toklaştırma mekanizmalarının şematik gösterimi	15
Şekil 3.1. Kaplama uygulaması için hazırlanan test plakalarının ölçüleri.	24
Şekil 3.2. Yüzeyi temizlenmemiş (a) ve yüzey temizliği yapılmış (b) test plakaları.	26
Şekil 3.3. Mekanik karıştırıcı MS3040	28
Şekil 3.4. Aplikatör kullanılarak yapılan kaplama uygulaması.	28
Şekil 3.5. Kaplama uygulaması yapılmış numune örnekleri.	29
Şekil 3.6. Numune hazırlama adımları.	29
Şekil 3.7. FTIR analiz cihazı.	31
Şekil 3.8. Kaplama kalınlığının ölçümü ve test cihazı.	32
Şekil 3.9. Bazı örnek cross-cut bıçakları	33
Şekil 3.10. Kullanılan altı bıçaklı kesici aparat.	34
Şekil 3.11. Hazırlanan numunelere kafes çizgi testi uygulanması.	34
Şekil 3.12. Konik bükme uygulanan saf epoksi ve hibrit PKS/KNT numunesi.	35
Şekil 3.13. Aşınma testi uygulaması için hazırlanan numuneler.	36
Şekil 3.14. Nanoindentasyon test cihazı	37
Şekil 3.15. Tuzlu su sisi testi şematik gösterimi.....	38
Şekil 3.16. Tuz testi cihazı.....	38
Şekil 3.17. Tuz testi cihazına çapraz olarak çizilip konulan numune örnekleri.	39
Şekil 3.18. Taramalı elektron mikroskobu.....	39
Şekil 4.1. Saf epoksi ve kompozitlerin TGA eğrileri.....	40
Şekil 4.2. Kaplama numunelerinin % 50 ağırlık kaybı sıcaklık grafiği.....	41
Şekil 4.3. Kaplama numunelerinin 800°C’de kalan malzeme miktarı grafiği.....	41
Şekil 4.4. Kaplamalara ait FTIR spektrumları.	42
Şekil 4.5. Kafes çizgi testi (Cross-cut) uygulanan numuneler.....	43
Şekil 4.6. Konik bükme testi uygulanan numuneler.	45
Şekil 4.7. Yırtılma ve kabarma olan numuneler.	45
Şekil 4.8. Numunelere ait yüzey pürüzlük değerleri.....	46
Şekil 4.9. Numunelere ait ortalama sürtünme katsayısı değerleri.	47
Şekil 4.10. Numunelere ait ortalama sürtünme katsayısı değerleri.	48

Şekil 4.11. Kaplama numunelerine ait sürtünme katsayısı grafikleri ve aşınma yüzeylerinin SEM görüntüleri.....	49
Şekil 4.12. PKS ve hibrit partikül içeren kaplama numunelerine ait sürtünme katsayısı grafikleri ve aşınma yüzeylerinin SEM görüntüleri.....	50
Şekil 4.13. Numunelere ait nanosertlik değerleri.....	51
Şekil 4.14. Numunelere ait modül değerleri.	52
Şekil 4.15. Tuz testi uygulanmış numuneler.....	53
Şekil 4.16. Ayrı ayrı katılan nanopartiküllerle güçlendirilen kompozit malzemelere ve saf epoksi malzemeye ait mikroyapı görüntüleri; a)Saf epoksi, b) EKNT, c) EKS ve d) EGNP kompozit numuneler.....	54
Şekil 4.17. PKS ve PKS ile birlikte (hibrit) katılan nanopartiküllerle güçlendirilen kompozit malzemelere ait kırılma yüzeylerinin mikroyapı görüntüleri; a)EPKS b)EPKS/KNT, c)EPKS/GNP ve d)EPKS/KS.	55



ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 2.1. Kaplama amacıyla yaygın kullanılan bazı termoset reçinelerin özellikleri	4
Çizelge 2.2. Karbon esaslı bazı nanopartiküllerin fiziksel, termal ve mekanik özellikleri	11
Çizelge 3.1. Polires 188 epoksi reçine özellikleri	25
Çizelge 3.2. Cadolite NC-562 sertleştiricinin özellikleri	25
Çizelge 3.3. Kullanılan nanopartiküllerin özellikleri	25
Çizelge 3.4. Hazırlanan kompozit kaplama bileşimleri ve katılan partikül oranları.	27
Çizelge 3.5. Test sonuçlarının sınıflandırılması	34
Çizelge 4.1. Kaplama numunelerinin TGA sonuçları	41
Çizelge 4.2. Kaplamaların Fiziksel Özellikleri	44
Çizelge 4.3. Aşınma testi sonuçları.	46
Çizelge 4.4. Kaplamaların sertlik ve modül değerleri.	51

SİMGELER VE KISALTMALAR

Al₂O₃	Alümina
ASTM	Amerikan Standartları Birliği
BPA	Bisfenol A
BPF	Bisfenol F
CBN	Kübik Bor Nitrür
ÇDKNT	Çok Duvarlı Karbon Nanotüp
EIS	Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi
FTIR	Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi
G	Grafen
GNP	Grafen Nanoplaka
GO	Grafenoksit
HBN	Hegzagonal Bor Nitrür
KNF	Karbon Nano Elyaf
KNT	Karbon Nanotüp
KS	Karbon Siyahı
NbSe₂	Niyobyum diselenit
PE	Polietilen
PES	Polietersülfon
PKS	Pirolitik Karbon Siyahı
PTFE	Teflon
PU	Poliüretan
S	Kükürt
SE	Saf Epoksi
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
SiO₂	Silika
TGA	Termogravimetrik Analiz
TiO₂	Titanyumdioksit
UV	Ultraviyole
ZnO	Çinkooksit

1. GİRİŞ

Metal yüzeylerin kaplanması birçok farklı sektörde ihtiyaç duyulan bir uygulamadır. Uygulanan yüzey kaplamaları metallerin özellikle korozyondan korunmasını sağlaması bakımından son derece önemlidir. Uygun şekilde yapılmış bir kaplama metalik ürünün kullanım ömrünü arttırarak ekonomik katkı sağlaması açısından da kıymetlidir. Metalik yüzeyler bu amaçlarla, metal, seramik ve polimer malzemelerle kaplanabilir. Polimerik kaplamalar, uygulama kolaylığı, düşük uygulama ve bakım maliyeti ve çevresel etkilere karşı dirençleri gibi nedenlerden dolayı en yaygın kullanılan kaplama türüdür. Epoksi, akrilik, polyester gibi termoset reçineler metalik yüzeylerin kaplanmasında en çok kullanılan polimer malzemelerdir.

Epoksi ve diğer termoset reçineler yüzeye uygulandıktan sonra ısı ve/veya bileşimlerinde bulunan sertleştirici ajanlar (kürleme ajanı) sayesinde kürlenerek koruyucu kaplama formunu kazanırlar. Bu reçineler termoset esaslı oldukları için kürlenmeleri sonrasında artan rijitlikleri, kaplama uygulamalarında mekanik zorlamalara karşı delaminasyona ve hasara uğramalarına neden olmaktadır.

Son yıllarda nanoteknoloji ve malzeme konusunda yapılan çalışmalarla geliştirilen nanomalzemeler, medikal uygulamalardan, uzay çalışmalarına kadar pek çok farklı alanda uygulama ve araştırma konusu olmuştur. Kaplama teknolojileri de bu uygulama alanlarından birisidir. Kaplama malzemesi olan polimer reçinenin mikro veya nanoboyutlu takviyelerle güçlendirilip kompozit formuna getirilerek uygulanması ve özelliklerinin incelenmesine yönelik çalışmaların yoğun olarak yapıldığı görülmektedir. Kompozit kaplamaların geliştirilmesi çalışmalarında, polimer matrisin rijitliğinden kaynaklanan olumsuzlukların giderilmesinin yanı sıra, yüzeye daha iyi tutunan, korozyona ve mekanik zorlamalara karşı direnci daha yüksek olan kaplamaların geliştirilmesi amaçlanmaktadır.

Bu çalışmada, epoksi matrisli nanokompozit kaplamaların tribolojik, mekanik ve korozyon önleyici özellikleri incelenmiştir. Kompozit kaplamanın hazırlanmasında, klasik seramik partiküller yerine, orijinal ve geri dönüştürülmüş karbon esaslı nanopartikül takviyeler kullanılmış ve bu katkıların mekanik özelliklere etkileri araştırılmıştır. Çalışmada orijinal karbon esaslı nanopartiküller olarak; karbon nanotüp (KNT), grafen nanoplaka (GNP) ve karbon siyahı (KS) seçilmiş, geri dönüştürülmüş

karbon esaslı partikül olarak da atık lastiklerin pirolizinden elde edilen pirolitik karbon siyahı (PKS) seçilmiştir. Çalışmanın amacı doğrultusunda; her bir nanopartikül türü epoksi matrise belirlenen oranda ayrı ayrı ve hibrit olarak katılarak nanokompozit kaplama malzemeleri hazırlanmış, metal altlık yüzeyine uygulanmış ve elde edilen yeni kompozit kaplamaların mekanik ve korozyon performansının belirlenmesine yönelik deneysel çalışmalar yapılmıştır. Yapılan çalışmalarla kaplamanın performansının iyileştirilmesi hedeflenmiştir.

Bu çalışma beş ana bölümden oluşmaktadır.

Giriş bölümünde, çalışmanın amacı ve içeriği açıklanmıştır.

2. Bölüm’de, polimerik, epoksi ve kompozit kaplamalar ile karbon esaslı nanopartiküller hakkında bilgi verilmiş, ayrıca literatür özeti ve bu çalışmanın literatürdeki yeri de bu bölümde sunulmuştur.
3. Bölüm’de, yapılan deneysel çalışmalar, bu çalışmalarda kullanılan malzemeler ve yöntem açıklanmıştır.
4. Bölüm’de, deneysel çalışmalardan elde edilen bulgular incelenmiştir.
5. Bölümde ise tez çalışmasından çıkarılan sonuçlar özetlenerek sıralanmış, ayrıca yapılacak olan benzer çalışmalara yardımcı olacağı düşünülen önerilere de bu bölümde yer verilmiştir.

2. TEORİK ARAŞTIRMALAR

2.1 Polimerik kaplamalar

Kaplamalar, yüzeylerin korunması, estetik iyileştirme ve işlevsellik sağlama amacıyla uygulanan ince tabakalardır (Bensalah vd., 2014). Genellikle kaplamalar, substrat adı verilen ana malzemenin yüzeyine uygulanır ve onu çevresel etkilere karşı korur. Kaplamalar, birçok farklı endüstride yaygın olarak kullanılır. Özellikle otomotiv, gemi inşaatı, metal işleme, yapı malzemeleri ve elektronik endüstrilerinde kullanımı son derece yaygındır. Kaplamalar, yüzeyleri çevresel etkilere karşı korur, bu da malzemelerin ömrünü uzatır ve bakım maliyetlerini azaltır (Pourhashem vd., 2020). Yüzeylere estetik bir görünüm kazandırabilir ve renk seçenekleri ile tasarım esnekliği sağlar. Doğru uygulandığında, kaplamaların yüzeylerinin temizlemesi ve bakımı kolaydır, bu da işletme maliyetlerini düşürür.

Polimerler, metal yüzeylerin kaplanmasında yaygın olarak kullanılan malzemelerin başında gelir. Kaplamanın dayanımını, yüzeye yapışma özelliklerini ve kimyasal direncini kullanan polimer türü belirler. Kaplamalarda kullanılan polimerler kullanım alanları göz önüne alınarak seçilir. Doğru polimer seçimi, kaplamanın performansını artırır ve istenilen özellikleri sağlar. Kaplama endüstrisinde yaygın olarak kullanılan çeşitli polimerlerin özellikleri aşağıda kısaca açıklanmış ve Çizelge 2.1’de ayrıca verilmiştir.

Epoksi Reçineler: Epoksi reçineler, yüksek mukavemet, kimyasal direnç ve yapışma özellikleri nedeniyle kaplama uygulamalarında en yaygın kullanılan polimerlerden biridir. Özellikle metal yüzeylerde korozyon önleyici kaplama olarak ve ayrıca zemin kaplamalarında kullanılır.

Akrilik ve Poliüretanlar: Akrilik ve poliüretan kaplamalar dayanıklılığı, renk stabilitesi ve parlaklık sağlaması nedeniyle otomotiv endüstrisinde ve birçok farklı kaplama uygulamalarında tercih edilir.

Vinil Ester Reçineler: Vinil ester reçineler, özellikle kimyasal dayanıklılık gerektiren uygulamalarda kullanılır. Petrokimya endüstrisi, su arıtma tesisleri ve gemi yapımı gibi alanlarda koruyucu kaplamalar için tercih edilir.

Çizelge 2.1. Kaplama amacıyla yaygın kullanılan bazı termoset reçinelerin özellikleri (Baig vd., 2021)

Özellikler	Polyester	Vinilester	Epoksi
Özgöl ağırlık	1,2	1,2	1,25
Çekme veya basma dayanımı (MPa)	55	75	75
Young modülü (MPa)	3350	3350	3100
Düzlemsel kayma modülü (MPa)	1350	1400	1500
Kesme dayanımı (MPa)	Yaklaşık 50	Yaklaşık 65	Yaklaşık 80
Genleşme katsayısı ($10^{-6} K^{-1}$)	50-120	50-75	45-65
Kürleme büzülmesi (%)	5-12	5-10	1-5



Şekil 2.1. Metal yüzeylere kaplama uygulaması (URL-1).

2.2 Epoksi Kaplamalar

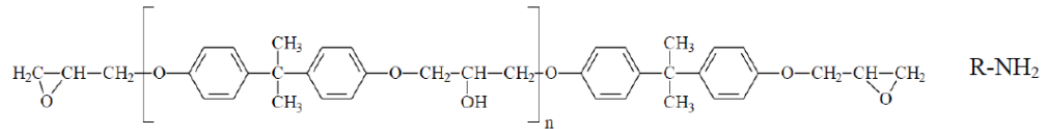
Farklı polimer malzemeler kaplama uygulamalarında kullanılıyor olmalarına rağmen epoksi reçineler sahip oldukları özelliklerinden dolayı diğer polimer kaplama malzemeleri arasında öne çıkmaktadır (Tiwari, 2012). Epoksi reçineler, termal kararlılık, tribolojik davranış ve kimyasal direnç gibi özellikleriyle ısısert plastik grubunda yer alırlar (Jiang vd., 2013).

Epoksi reçineler farklı özelliklere sahip; aromatik, alifatik ve sikloalifatik olmak üzere üç gruba ayrılır (Paksoy, 2008). Bu gruplar arasındaki farklar, bileşenlerin yapısından kaynaklanır ve farklı uygulama gereksinimlerine yönelik çeşitli kaplama çözümleri sunar. Her bir epoksi reçine türü, belirli endüstriyel veya ticari uygulamalarda tercih edilir ve performans özelliklerine göre seçilir (Şekil 2.2).

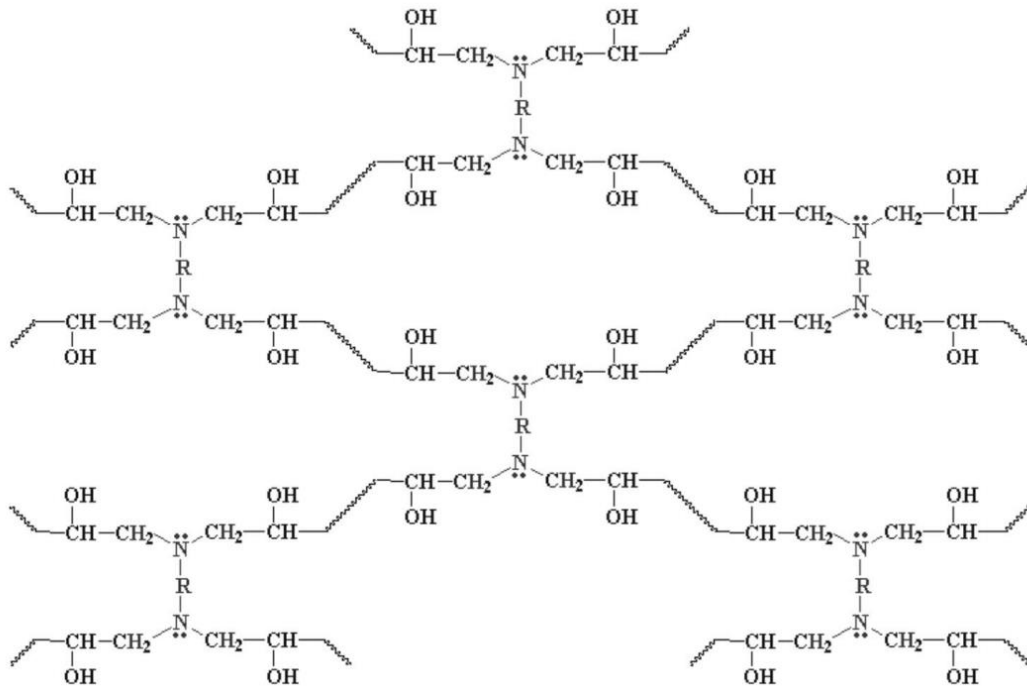


Şekil 2.2. Epoksi reçine(URL-2).

Aromatik epoksi reçineler, yapılarında aromatik halkalara sahip olan epoksi reçinelerdir. Bu tür reçineler Bisfenol A (BPA) veya Bisfenol F (BPF) gibi bileşenlerden türetilir. Bisfenol A esaslı epoksi reçinenin kimyasal yapısı Şekil 2.3(a)'da görülmektedir. Aromatik epoksi reçineler, genellikle yüksek termal ve kimyasal dirence sahiptir. Bu reçineler, özellikle yüksek performanslı endüstriyel kaplama uygulamalarında tercih edilir.



(a)



(b)

Şekil 2.3. (a) Bisfenol A esaslı epoksi reçinenin kimyasal yapısı ve amin sertleştirici ajanı (b)Kürlenmiş epoksi ağ yapısı (Ramezanzadeh vd., 2010).

Alifatik epoksi reçineler, yapılarında alifatik gruplara sahip olan epoksi reçinelerdir. Bu tür reçineler, tipik olarak alifatik poliaminler veya diğer alifatik sertleştiricilerle kombine edilir. Alifatik epoksi reçineler, yüksek hava, su ve kimyasal dirence sahip olma eğilimindedir. Ayrıca, alifatik epoksi reçineler genellikle daha düşük sararma eğilimindedir, bu da dış mekan uygulamaları için uygundur.

Sikloalifatik epoksi reçineler, yapılarında sikloalifatik halkalara sahip olan epoksi reçinelerdir. Bu tür reçineler, genellikle farklı sikloalifatik bileşenlerin kullanımıyla elde edilir. Sikloalifatik epoksi reçineler, yüksek mekanik dayanıklılığa ve kimyasal dirence sahiptir. Bu reçinelerin düşük viskoziteleri ve iyi işlenebilirlik özellikleri vardır, bu özellik uygulama esnekliği sağlar.

Epoksi kaplama sistemleri epoksi reçine ve sertleştirici olmak üzere iki bileşenden oluşur. Sertleştirici olarak; amin/poliamin ve poliamid olmak üzere iki tür kimyasal kullanılır. Poliaminler, kimyasal ve çözücülere karşı daha dayanıklıyken, poliamidler suya karşı daha dayanıklıdır (Paksoy, 2008). Farklı sertleştiricilerin kullanımı, epoksi sistemlerin özelliklerini belirlemede önemli bir rol oynar. Bu nedenle, farklı epoksi reçine tipleriyle birlikte birçok sertleştirici tipi bulunmaktadır. Şekil 2.3'te Bisfenol A esaslı epoksi reçinenin sertleştirici ajanı ve kürlenmiş ağ yapısı görülmektedir.

Epoksi kaplamalar, polimer kaplamalar içinde öne çıkan birçok özelliğe sahiptir, bunlardan bazıları aşağıda verilmiştir (Şahmetlioğlu, 2000).

Yüksek Dayanıklılık: Epoksi kaplamalar, diğer polimer kaplamalara kıyasla daha yüksek bir dayanıklılık sunar. Kimyasal, mekanik ve termal gerilmelere karşı dirençlidirler, bu da uzun ömürlü ve dayanıklı bir kaplama uygulaması sağlar.

Kimyasal Direnç: Epoksi kaplamalar, birçok kimyasal maddeye karşı direnç gösterir. Asitler, alkoller, yağlar ve çözücüler gibi kimyasallara karşı dayanıklı olmaları, endüstriyel ortamlarda ve kimyasal işlemlerde yaygın olarak tercih edilmelerini sağlar.

Yüzey Mükemmelliği: Epoksi kaplamalar, düzgün ve homojen bir yüzey oluştururlar. Bu, estetik açıdan hoş bir görünüm sağlar ve kolay temizlik imkânı sunar.

Çabuk Sertleşme Süresi: Epoksi kaplamalar, uygulandıktan sonra hızla sertleşirler. Bu özellikleri, hızlı işleme ve üretim süreçlerine olanak tanır.

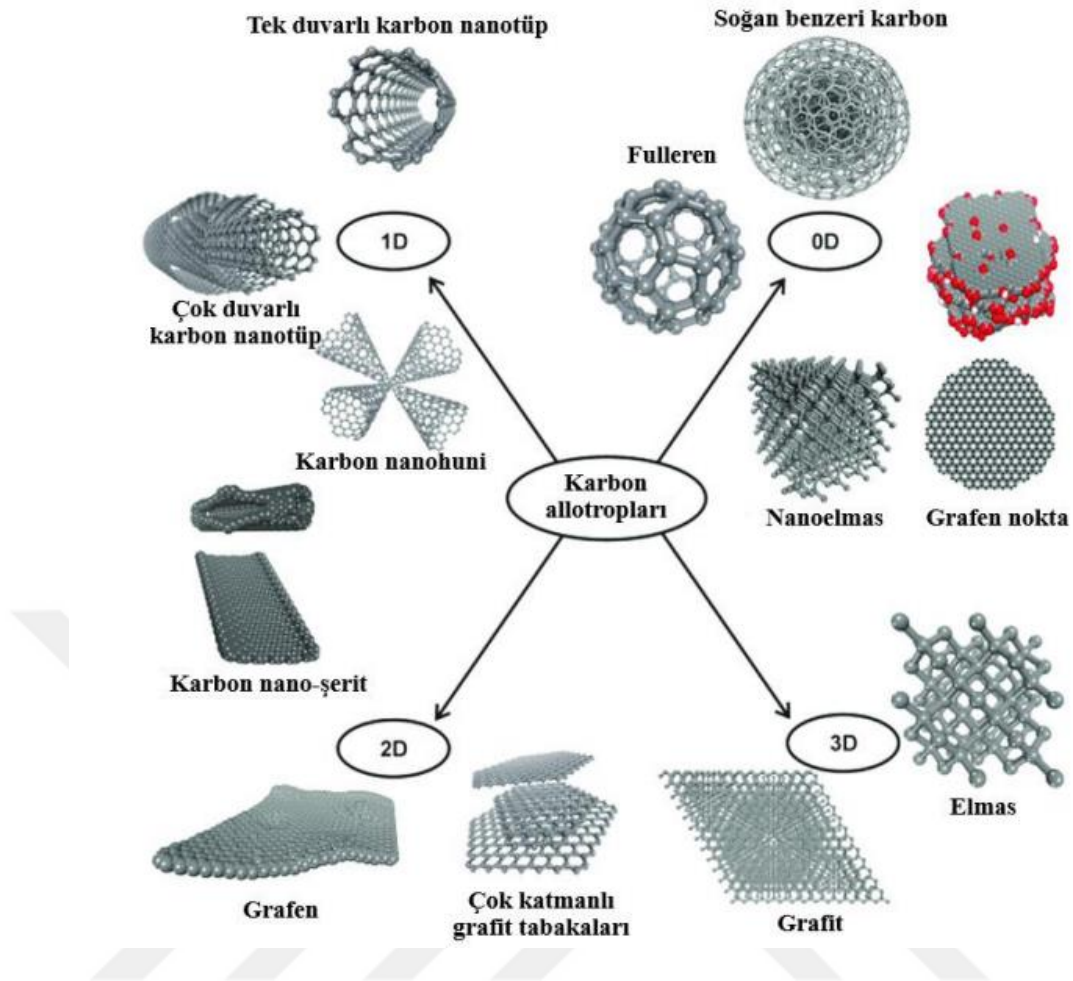
Su Geçirmezlik: Epoksi kaplamalar, suya karşı yüksek bir dirence sahiptirler. Bu özellikleri, zemin kaplamalarında ve suya maruz kalan alanlarda tercih edilmelerini sağlar.

Çeşitli Uygulama Seçenekleri: Epoksi kaplamalar, farklı yüzeylerde ve endüstriyel uygulamalarda geniş bir kullanım yelpazesine sahiptir. Zemin kaplamalarından metal yüzeylerin korunmasına kadar birçok alanda kullanılabilirler.

Epoksi reçinelerin geniş kullanım alanlarına rağmen, yüksek çapraz bağ yapısından dolayı düşük darbe dayanımı, kırılma tokluğu ve yetersiz tribolojik özellikleri gibi bazı zayıf yönleri de vardır (Beig vd., 2021; Jiang vd., 2013; Haeri vd., 2017). Epoksi reçinelerin kaplama uygulamalarında ortaya çıkan zayıf yönlerinin iyileştirilmesi için yeni yaklaşımların geliştirilmesi önemlidir. Bu konuda çok sayıda çalışma yapıldığı görülmektedir. Bu kapsamda yapılan en önemli çalışmalar, epoksi reçinenin partiküllerle güçlendirilmesi yönünde olmuştur (Beig vd., 2021). Bu çalışmalarda, epoksi reçinenin kürlenme sonrası oluşan olumsuz özelliklerinin iyileştirilmesinin yanında özellikle, korozyon direnci yüksek, maliyeti çok yüksek olmayan yeni jenerasyon nanokompozit kaplamaların geliştirilmesi amaçlanmıştır (Pourhassem vd., 2020; Richards vd., 2018; Wei vd., 2013; Wu vd., 2018; Yao vd., 2018; Zhan vd., 2018).

2.3 Karbon esaslı nanopartiküller

Karbon esaslı nanopartiküller, karbon atomlarından oluşan nano boyuttaki yapılar veya partiküllerdir. Bu karbon esaslı nanopartiküller sahip oldukları elektriksel, termal ve mekanik özellikleri sayesinde birçok alanda geniş bir kullanım potansiyeline sahiptir. Bunlar, nanoteknoloji, malzeme bilimi, elektronik, enerji depolama ve biyomedikal alanlarında aktif olarak araştırılan ve geliştirilen materyallerdir. Karbon, doğada çeşitli bileşikler halinde bulunabilir ve bu çeşitlilik, karbon atomlarının kendi aralarında ve diğer elementlerle birleşebilme yeteneğinden kaynaklanmaktadır. Bu özellik, karbon bazlı nano yapıların oluşmasını sağlar. Bazı karbon formları ve sınıflandırmaları Şekil 2.4'te verilmiştir.

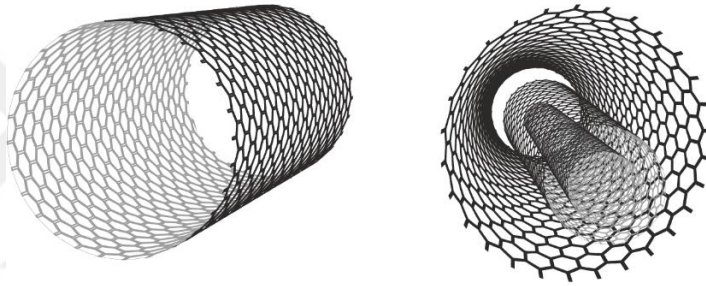


Şekil 2.4. Farklı formdaki karbon temelli yapılar ve boyutlarına göre sınıflandırılması (Georgakilas, 2015)

Karbon allotroplarındaki "0D", "1D", "2D" ve "3D" gibi simgeler, karbonun farklı boyutlarda yapısal formlarını tanımlamak için kullanılır. "0D" terimi, sıfır boyutlu yapıları ifade eder. Bu terim genellikle noktasal veya tekil yapıları belirtmek için kullanılır. Örneğin, fullerenler sıfır boyutlu yapılar olarak kabul edilir, çünkü bu yapılar küresel veya top şeklinde ve sadece bir boyutları vardır. "1D" terimi, tek boyutlu yapıları ifade eder. Bu terim, yapıların uzunluğunu ifade eder, ancak genişliği veya kalınlığı sınırlıdır. Örneğin, karbon nanotüpler (KNT) tek boyutlu yapılar olarak kabul edilirler. Çünkü uzunlukları vardır, ancak genişlikleri çok küçük boyuttadır. "2D" terimi, iki boyutlu yapıları ifade eder. Bu terim, yapıların uzunluğunu ve genişliğini ifade eder, ancak kalınlığı sınırlıdır. Örneğin, grafen iki boyutlu bir yapı olarak kabul edilir, çünkü karbon atomları düzlemsel bir yapıda tek bir atom kalınlığında düzenlenir. "3D" terimi, üç boyutlu yapıları ifade eder. Bu terim, yapıların uzunluğunu, genişliğini ve kalınlığını içerir. Örneğin, elmaslar ve grafitler üç boyutlu

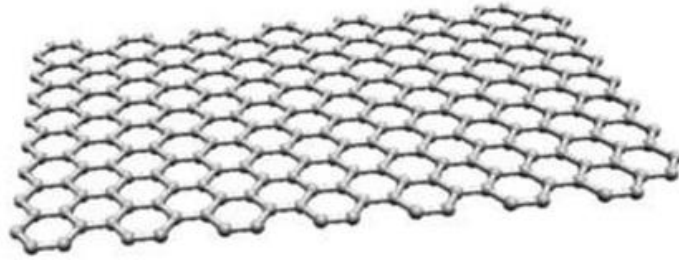
yapılar olarak kabul edilir, çünkü bu yapılar uzayda hacme yayılan üç boyutlu ağlara sahiptir.

Karbon Nanotüpler (KNT): Tek duvarlı karbon nanotüpler (TDKNT') veya çok duvarlı karbon nanotüpler (ÇDKNT) silindirik yapıya sahiptirler (Şekil 2.5). Karbon nanotüpler, karbon atomlarının oluşturdukları benzersiz yapıları sayesinde çok yüksek mukavemete sahiptirler. Bunun yanında, KNT'ler mükemmel termal ve elektriksel iletkenlikleri gösterirler. Esnek yapıları sayesinde birçok farklı formda kullanılabilirler. Ayrıca, nanotüplerin büyük yüzey alanı, kimyasal reaktiviteyi artırır ve yüzey uygulamalarında önemli avantajlar sağlar. Zayıf Van der Waals kuvvetleri ile tutulan yan yana katmanlar, sürtünmeyi azaltarak olağanüstü kayma yeteneği sağlar (Le vd., 2012). Bu özellikleri sayesinde KNT'ler elektronik, malzeme güçlendirme, nanotıp ve enerji depolama gibi birçok alanda kullanılmaktadırlar.



Şekil 2.5. Tek duvarlı ve çok duvarlı karbon nanotüpler (URL-3).

Grafen: Grafen, karbon atomlarının düzlemsel olarak düzenlenmiş altıgen yapıda bir araya gelmesiyle oluşan, tek atom kalınlığında bir karbon formudur (Şekil 2.6). Grafen, çok ince bir yapıya sahiptir ve bilinen en ince malzeme olarak tanımlanır. Çok yüksek mukavemete ve esnekliğe sahiptir. Bu özelliği sayesinde birçok uygulama için ideal konuma gelmektedir. Mekanik dayanıklılığı oldukça yüksektir ve 1 TPa elastik modülüne sahiptir (Lee C vd., 2008). Olağanüstü yüksek termal iletkenliği mevcut olup, oda sıcaklığında yaklaşık 5000 W/m.K değerine ulaşır (Geim, 2009). Elektriksel özellikleri oldukça iyidir ve nanoelektronik cihazlar için potansiyel bir malzeme olarak görülür (Novoselov, 2005). Optik olarak ilginç özelliklere sahiptir, tek atom kalınlığında olmasına rağmen beyaz ışığın % 2-3'ünü büyük miktarda absorbe edebilir. Grafen, polimerik malzemelerin termal, mekanik ve bariyer özelliklerini güçlendirmek için kullanılabilecek eşsiz bir adaydır (Stankovich S. vd., 2006; Mortazavi B. vd., 2013).



Şekil 2.6. Grafen.

Fullerenler: Fullerenler karbonun dört ana allotropundan biridir ve top şeklinde düzenli moleküllerdir. İçlerinde boşluklar bulunur, bu da farklı atomları veya molekülleri yakalamak için potansiyel bir alan sağlar. Elektronik ve optoelektronik uygulamalarda kullanılmışlardır, özellikle güneş enerjisi ve biyomedikal alanda potansiyel uygulamalara sahiptirler. Fullerenler, özellikle içlerindeki boşluklar nedeniyle kimyasal olarak oldukça reaktiftirler. Bu, çeşitli endüstriyel ve bilimsel uygulamalar için potansiyel sağlar. Fullerenlerin yüzeyleri, Van der Waals kuvvetleri ile bir arada tutulan düzenli katmanlar nedeniyle mükemmel bir kayganlık meydana getirir. Bu, triboloji ve malzeme bilimi gibi alanlarda kullanımlarını artırır. Fullerenlerin büyük yüzey alanı, kimyasal reaktiviteyi de artırır ve katalitik, biyomedikal ve malzeme bilimi gibi birçok alanda kullanımlarını destekler.

Karbon Nanoelyaf (KNF'ler): Karbon nanoelyaflar, karbon nanotüplerin daha büyük ölçekli bir formudur. Düzgün veya düzensiz yapılar olabilirler. Yüksek mukavemet, hafiflik ve iletkenlik gibi özelliklere sahiptirler. Malzeme güçlendirme, elektronik ve enerji depolama gibi alanlarda kullanılırlar. Karbon nano elyaf, yüksek modül, büyük özgül yüzey alanları ve mükemmel sürtünme ve aşınma performansına sahiptir (Chen vd., 2018).

Bu karbon esaslı nanopartikül türleri, nanoteknoloji ve malzeme bilimi alanlarında birçok farklı uygulama için önemli potansiyele sahiptirler. Yukarıda verilen özellikler, karbon esaslı nanopartiküllerin çeşitli uygulamalarda tercih edilmelerini sağlayan önemli parametrelerdir. Bazı karbon esaslı nanopartiküllerin fiziksel, termal ve mekanik özellikleri Çizelge 2.2’de verilmiştir.

Çizelge 2.2. Karbon esaslı bazı nanopartiküllerin fiziksel, termal ve mekanik özellikleri (Pourhasem ve ark 2020).

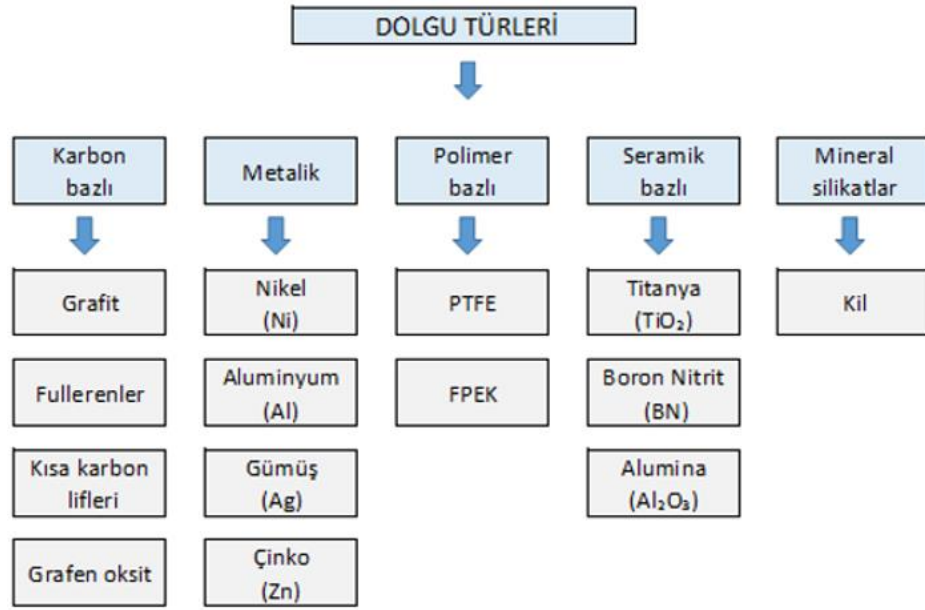
	Çap (mm)	BET Yüzey alanı (m ² /g)	Yoğunluk (g/cm ³)	Termal iletkenlik (w/m K)	Çekme dayanımı (GPa)
TDKNT	0.4-2	1315	1.86-1.94	80-9500	13-52
ÇDKNT	3-30	50-850	1.58-1.90	300-10000	11-63
Fulleren C60	0.5-1.2	1.1-176	1.65	0.4	10-12
Grafen	-	2630	2.2	2000-4000, 5300	-
KS	3-100	15-1000	1.7-1.9	0.2-0.3	20-50

2.4 Kompozit Kaplamalar

Metal yüzeylerin kaplanması çok yaygın bir uygulamadır ve bu kaplamalar çoğunlukla polimer malzemeler kullanılarak yapılmaktadır. Ancak önceki bölümlerde de ifade edildiği gibi polimer kaplama malzemesinin türüne, kurlenme davranışına ve kaplamanın maruz kaldığı etkilere bağlı olarak kaplama performansı zayıflamaktadır. Son yıllarda malzeme teknolojisindeki gelişmeler, özellikle kompozit malzemelerin ön plana çıkmasını sağlamıştır. Diğer pek çok alanda olduğu gibi kompozitler, kaplama uygulamalarına da girmeye başlamıştır. Polimer kaplamaların performansını arttırmak amacıyla polimer esaslı kompozit kaplamalar üzerinde çalışmalar yoğunlaşmıştır.

Epoksi reçine gibi polimer kaplama malzemeleri mikro veya nano takviyeler ile güçlendirilerek, özelliklerinin geliştirilmesine yönelik çok sayıda çalışma yapıldığı görülmektedir (Ng vd, 1999; Naganuma vd.,2002; Rong vd., 2001; Zhang vd., 2021; Yushan vd., 2023; Bouibeda ve Rachida, 2019; Jena ve Philip, 2022).

Nanoteknolojideki gelişmeler, nanomalzemelerin de gelişmesine ve çeşitlenmesine neden olmuştur. Nanokompozit kaplama bileşimlerinde kullanılan karbon, polimer, metal ve seramik esaslı partiküllerden bazıları Şekil 2.7’de görülmektedir (Baig vd., 2021). Nanopartiküllerle güçlendirilen polimer kaplamaların, metal yüzeye yapışma, çizilme direnci, korozyon direnci gibi özelliklerinde iyileşme sağladığı yapılan çalışmalarda rapor edilmiştir (Parimalam vd., 2019; Ghanbari vd., 2015; Ramezanzadeh vd., 2011; Wang vd., 2019).

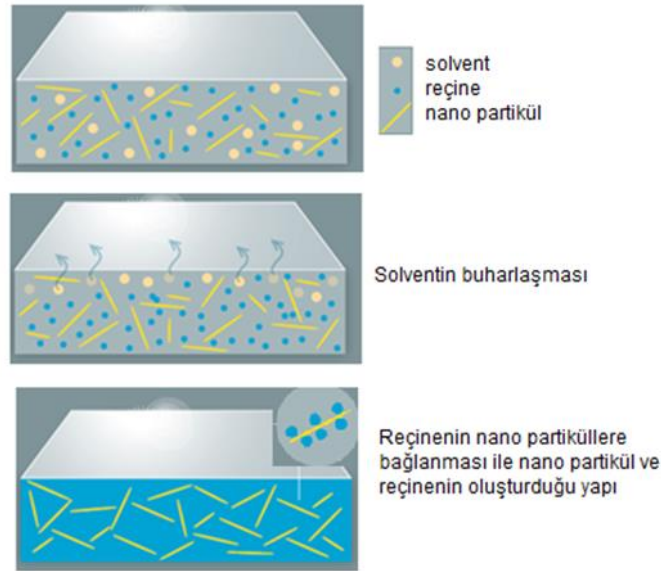


Şekil 2.7. Epoksi matrise kullanılan güçlendirici malzemelerinin sınıflandırılması (Baig vd., 2021).

Nanokompozit kaplama bileşimlerinde en yaygın kullanılan nanopartiküller arasında; TiO₂, ZnO, Al₂O₃, SiC, SiO₂ gibi inorganik partiküller ile Zn gibi metalik partiküller ve karbon esaslı nanopartiküller olduğu yapılan çalışmalarda görülmektedir (Ghanbari ve Attar, 2015). Nanokompozit kaplamaların özellikleri; katılan partikülün türü, boyutu, miktarı, partiküllerin birbiriyle ve polimer matrisle olan uyumu gibi çeşitli faktörlere bağlıdır (Perera 2004; Kotnarowska vd., 2014). Al₂O₃, yüksek sertlik, kimyasal inertlik ve yüksek sıcaklık dayanımı gibi özellikleri sayesinde kompozit kaplamalarda yüzeylerin aşınma, korozyon ve termal şoklara karşı korunmasını sağlamak için kullanılır (Jiang vd., 2013; Dhoke vd., 2013). SiC, çok amaçlı bir nanopartiküldür ve farklı uygulamalar için nanokompozit kaplamaların üretiminde kullanılabilir. Diğer nanopartiküller arasında yüksek sertliği, hidrofilik yüzey yapısı ve uygun fiyatı ile öne çıkmakta; çizilme ve aşınma direnci yüksek, şeffaf ve maliyeti düşük kaplamaların elde edilmesini sağlamaktadır (Ghanbari ve Attar, 2015). TiO₂, yüksek ışık yansıtma özelliği, yüksek sıcaklık dayanımı ve kimyasal inertlik gibi özelliklere sahiptir. Bu özellikler, titanyum dioksitin kompozit kaplamalarda optik özelliklerin iyileştirilmesi ve yüzeylerin korunması için kullanılmasını sağlar (Wang vd., 2015; Lewis vd., 2012). Ayrıca, metalik çinko ve ZnO partiküller nanokompozit kaplamalara çoğunlukla korozyon direncini geliştirmek amacıyla katılır (Ramezanzadeh ve Attar, 2011).

Diğer taraftan, inorganik ve metalik nanopartiküller yanında, önceki bölümde açıklanan, karbon nanotüp ve grafen gibi çeşitli karbon formları da polimer kompozitlerin özelliklerini geliştirmek için kullanılan diğer nanopartiküllerdir. Bu kapsamda yapılan çalışmalarda, çevre dostu, hafif, korozyonu önleyici ve daha uzun ömürlü nanokompozit kaplamaların geliştirilmesinin amaçlandığı görülmektedir (Pourhashem vd., 2020). Bu tez çalışmasında da nanokompozit malzeme hazırlanırken epoksi matrise orijinal ve geri dönüşümle kazanılmış karbon esaslı nanopartiküller katılmıştır. Deneysel çalışmalardan elde edilen sonuçlar ilerleyen bölümlerde sunulmuştur.

Kullanılan nanopartiküller kadar önemli olan bir diğer faktör ise nanopartiküllerin matris içinde homojen olarak dağılımının sağlanmasıdır. Yapılan çalışmalarda nanopartiküllerin yüzey alanları ve yüzey enerjileri nedeniyle topaklanma eğiliminde olduklarını göstermektedir (Rong vd., 2001; Avella vd., 2001; Wetzel vd., 2003). Ultrasonik karıştırma ve nanopartikül miktarının mümkün olduğunca düşük tutulması matris içinde daha homojen bir dağılım için yapılabilecek uygulamalardır (Ramezanzadeh vd., 2011; Boumaza vd., 2016; Baig vd., 2021).

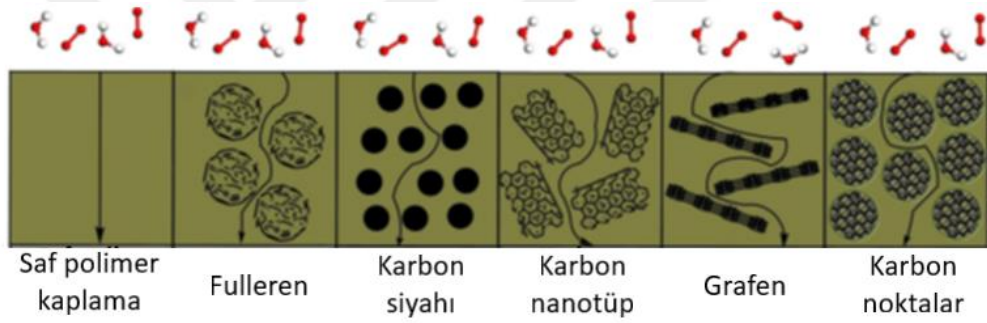


Şekil 2.8. Nanopartikül katılmış reçinenin yapısının şematik gösterimi (Wassink, 2007).

Nanopartikül katılmış polimer matrisin kimyasal yapısı şematik olarak Şekil 2.8’de verilmiştir. Nanopartikül, reçine içinde dağıldığında boşlukları doldurabilir, çatlak

köprüsü ve çatlak sapmasına neden olarak kaplamanın bütünlüğünü ve dayanıklılığını artırır. Nanopartiküller aynı zamanda, kürleşme sırasında reçinenin ayrışmasını önleyerek daha homojen bir kaplama sağlarlar. Nanopartiküller, daha çok molekül arasında bağlantı köprüsü gibi hareket ederler ve reçinenin kürleşmesi sırasında bölgesel büzülmelerin sonucunda oluşan küçük kusurları kapatırlar. Ayrıca reçineye nanopartikül katılması korozyon direncini artırır ve kabarcıklanma veya delaminasyonu(çatlak ve tabaka ayrılması) azaltır (Shi vd., 2009).

Kaplamaların performansı, polimer matrise katılan partiküllerin korozif elektrolitlerin difüzyon yolunu kesmesi (zikzaklama) ve poroziteyi azaltmasıyla artırılabilir (Shi vd., 2009). Şekil 2.9’da polimer matrise katılan farklı formlardaki karbon esaslı nanopartiküllerin bu difüzyon yolunu uzatarak, kaplamanın korozyon direncine nasıl katkı sağladığı şematik olarak görülmektedir.

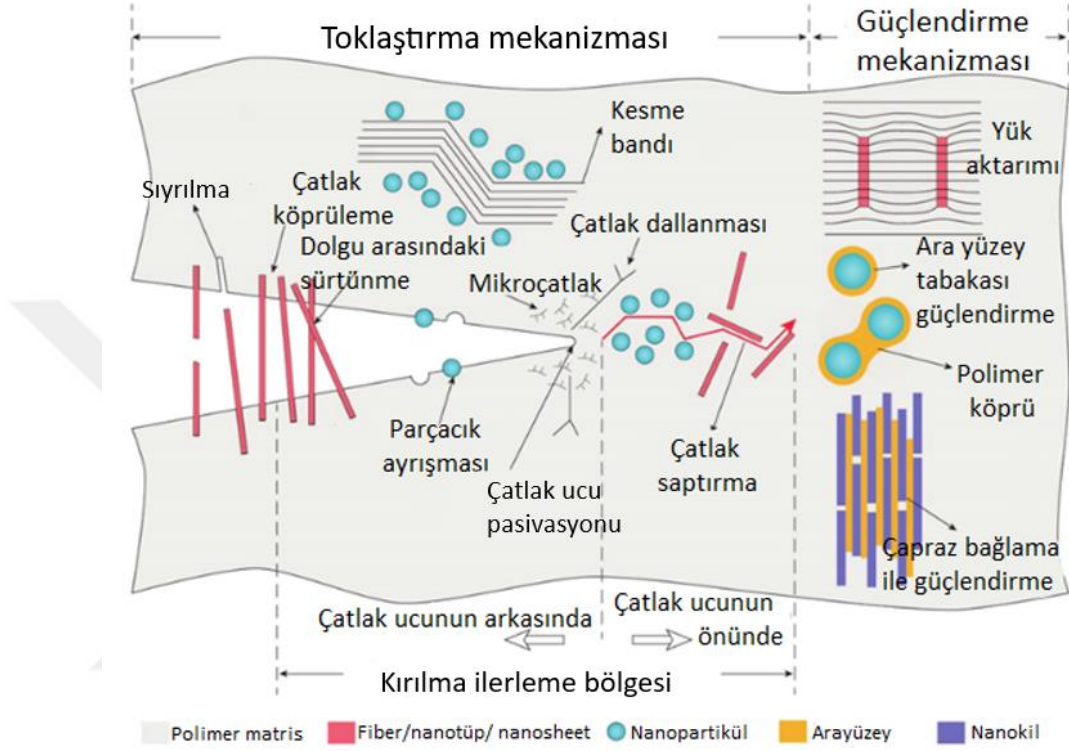


Şekil 2.9. Saf polimer kaplama ve karbon bazlı nanopartiküller içeren polimer matrisli kompozit kaplamalar için korozyondan korunma davranışının şematik görüntüsü (Pourhashem ve ark 2020).

Ayrıca Şekil 2.10’da polimer matrise katılan farklı yapılarıdaki partiküllerin kompozit malzemenin tokluğunu ve mukavemetini; çatlak köprüleme, çatlak dallandırma, yük transferi gibi mekanizmalarla nasıl arttırdığı şematik olarak görülmektedir.

Son yıllarda yapılan kompozit kaplama çalışmalarında nanopartiküllerin hibrit olarak da polimer matrise katıldığı görülmektedir (Yushan vd., 2023; Zhao vd., 2019; Ruiz-Hitzky vd., 2016; Ma vd., 2016; Bouibed ve Rachida, 2019). Kaplama bileşimine katılacak hibrit nanopartiküller belirlenirken, farklı kimyasal bileşime veya farklı yapısal özelliklere sahip olan partiküller seçilerek kaplamanın özelliklerine olumlu etki yapmaları amaçlanmalıdır. Kaplamaya katılan farklı nanopartikül

kombinasyonlarının, kaplamanın çeşitli özelliklerinin aynı anda iyileşmesine katkı sağladığı çalışmalarda ifade edilmiştir. Örneğin, hibrit nanopartikül ile güçlendirilen kaplama malzemesinin hem mekanik dayanıklılığı hem de kimyasal direnci arttırılabildiği yapılan çalışmalar ile gözlenmiştir. (Jen vd., 2020; Chen vd., 2018; Wenzhen Qin vd., 2020).



Şekil 2.10. Polimer matrise katılan nanopartiküllerin polimer matrisi güçlendirme ve toklaştırma mekanizmalarının şematik gösterimi (Ren ve ark 2020).

2.5 Literatür Özeti

Epoksi reçineler, boya endüstrisinde çeşitli formülasyonlara olanak tanıyarak önemli bir yer edinmiştir. Bu reçinelerin kaplama olarak kullanımı üzerine yapılan araştırmalar, reçinenin kimyasal bileşiminin değiştirilmesi, sertleştirici türlerinin etkisi, uygulama yöntemleri ve farklı yüzeylerdeki performansı üzerine odaklanmıştır. Son yıllarda ise epoksi kaplamaların özelliklerini nanopartikül katkılarının etkisi üzerine yapılan çalışmalar artmıştır. Bu çalışmalar, nanopartikül katkısının kaplamanın mekanik, termal ve korozyon özelliklerine olan etkisini, farklı nanopartikül

türlerinin ve oranlarının etkisini ve nanopartiküllerin tek başına veya hibrit olarak eklenmesinin kaplama performansına etkilerini araştırmaktadır.

Güçlendirici katkı maddelerinin eklenmesiyle elde edilen epoksi kompozitlerin mekanik ve tribolojik özelliklerinin geliştirilmesi, modern malzeme bilimi ve endüstriyel uygulamalar açısından büyük önem taşımaktadır. Bu çalışmaların ortak noktalarından birisi, karbon nanotüp, grafen ve diğer nanomalzemelerin polimer matrislerine eklenmesinin, kompozit malzemelerin mekanik dayanımını artırdığı ve tribolojik performansını iyileştirdiği yönündedir.

Zhang vd. (2015), yaptıkları çalışmada, grafen ilavesiyle (ağ. % 0,1; 0,4 ve 0,7) hazırlanan kaplamanın termal, mekanik ve korozyon özelliklerini incelemişlerdir. Araştırma sonuçlarına göre, % 0,7 oranında nanopartikül ilavesi yapılan numunelerde elastisite modülünde % 213'lük bir artış ve termal kararlılıkta (% 20 ağırlık kaybı sıcaklığı için) 73 °C'lık bir artış gözlemlenmiştir. Ayrıca, saf epoksi kaplamada 1,3 mm/yıl olarak gözlenen korozyon hızının, kompozit kaplamada, 0,3 mm/yıl'a düştüğü belirlenmiştir. Araştırmacılar, bu durumun epoksinin, matris içerisinde iyi dağılmış grafen tabakalarının fiziksel yapısından ve bariyer etkisinden kaynaklandığını öne sürmüşler, bu bulgular ile grafen ilavesinin kaplamanın mekanik dayanıklılığını artırmasının yanı sıra, korozyon direncini de artırdığını raporlamışlardır.

Chen vd. (2017) gerçekleştirdikleri çalışmada, epoksi matrise ağırlıkça % 0,5 ve % 1 oranlarında grafen ekleyerek korozyon ve aşınma özelliklerini incelemişlerdir. Bu çalışma kapsamında, saf epoksi kaplamaya kıyasla korozyondan koruma performansının önemli ölçüde arttığını ve grafen eklenmesinin sürtünme katsayısını azaltarak kuru koşullar altında kompozitlerin aşınma direncinde kayda değer bir gelişme sağladığını belirtmişlerdir. Bu bulgular, grafen ilavesinin kaplama malzemelerinin hem korozyon direncini artırma hem de aşınma direncini iyileştirme potansiyeline sahip olduğunu göstermektedir.

Pourhashem vd. (2017) çalışmalarında, epoksi matrise ağırlıkça % 0,05; 0,1; 0,3 ve 0,5 oranlarında grafenoksit (GO) ekleyerek çelik altlık üzerine kaplama yapmışlardır. Yapılan kaplamanın korozyon direncini elektrokimyasal testlerle ve yüzeye yapışma durumunu pull-off metoduyla analiz etmişlerdir. Yapılan analizler sonucunda, yüzeye tutunmada herhangi bir olumsuzluk olmadığını belirtmişlerdir. Ayrıca, korozyon

özelliklerin en iyi sonucu % 0,1 oranında GO katılan numunelerin verdiğini gözlemlemişlerdir. Ancak, GO miktarının artmasıyla topaklanmaların meydana geldiğini ve özelliklerin olumsuz etkilendiğini ifade etmişlerdir. Bu bulgular, grafenoksit ilavesinin kaplamanın korozyon direncini artırma potansiyeline işaret etmektedir, ancak miktarının dikkatli bir şekilde kontrol edilmesi gerektiğini vurgulamaktadır.

Kumar vd. (2017) tarafından yapılan bir araştırmada, grafen, grafit ve çeşitli yağlayıcılar içeren epoksi kompozit kaplamaların tribolojik özelliklerini incelemişlerdir. Testler, 10 N normal yük ve 0,63 m/s doğrusal kayma hızında gerçekleştirilmiştir. Elde edilen sonuçlar, grafen ve yağlayıcı içeren epoksi kompozit kaplamanın, en yüksek aşınma ömrüne sahip olduğunu ortaya koymuştur.

Cabrales vd. (2019) yaptıkları çalışmada, çelik yüzeyine GO içeren polyester reçine kaplayarak tribolojik davranışını araştırmışlardır. Çalışmada polyester reçineye, 100, 200 ve 300 mg/kg olmak üzere üç farklı oranda GO katmışlar ve çeşitli testlerle kaplama performansını analiz etmişlerdir. Elde edilen sonuçlar, polyester reçineye dahil edilen GO miktarının artmasıyla birlikte aşınma direncinin arttığını ortaya koymuştur. Çalışmada, GO'nun kendi kendini yağlama özelliklerinin kaplamaların aşınma direncini artırma üzerindeki olumlu etkisi vurgulanmıştır.

Aviles vd. (2020) tarafından yürütülen bir araştırmada, yumuşak çelik AISI 1015 alt tabaka üzerine epoksi reçine ile kaplanmış yüzeylerin tribolojik performansı incelenmiştir. Bu çalışmada, hem tek katmanlı hem de çift katmanlı kaplamalar hazırlanmıştır. Araştırmanın sonuçlarına göre, iyonik sıvı ve ağ. % 0,1 grafen içeren kaplamalar, saf epoksi kaplamaya kıyasla sürtünme katsayısını % 60 azaltmış ve aşınmayı önlemiştir. Özellikle iyonik sıvı ile uygulanan çift katmanlı kaplama, aşınmayı büyük ölçüde azaltarak sürtünme katsayısını % 70 oranında düşürmüştür. Bu bulgular, iyonik sıvı ve grafen ilavelerinin kaplama malzemesinin tribolojik performansını belirgin bir şekilde artırabileceğini ve aşınmayı önleyebileceğini göstermektedir.

Yu vd. (2018), epoksi matrisi ağ. % 0-1 aralığında fonksiyonelleştirilmiş CBN (Kübik Bor Nitrür) ve HBN (Hegzagonal Bor Nitrür) nano-dolgu maddeleri ile güçlendirerek çalışmalarını yapmışlardır. Dolgu maddelerinin silan bağlayıcı ile kimyasal

modifikasyonu, epoksi reçinesinde daha iyi dağılım sağlamıştır. Fonksiyonelleştirilmiş CBN ve HBN nano-dolgu maddelerinin (ağ. % 0–0,5) oranının artmasıyla aşınma ve sürtünmede azalma kaydedildiği ve uygun değere % 0,5 oranında ulaşıldığı rapor edilmiştir. Dolgu maddesi içeriğinin ağırlıkça % 0,5 'in üzerine çıkarılması, nanopartiküllerin topaklanmasıyla sürtünme ve aşınmanın artmasına neden olmuştur. Fonksiyonelleştirilmiş CBN ile güçlendirilmiş kompozit kaplama, CBN'nin daha yüksek sertliği nedeniyle en yüksek aşınma direncini sergilemiştir.

Chen vd. (2016), yaptıkları çalışmada niyobyum diselenit (NbSe_2) nano partiküllerini katı bir yağlayıcı olarak kullanarak epoksi nanokompozit kaplamaların üretiminde kullanmışlardır. Tribolojik performansı incelemek için aşınma testleri yapmışlardır. Dolgu maddesi içeriğinin ağ. % 0-20 artışı ile sürtünme katsayısında %80 oranında bir azalma sağlayan bir transfer tabakasının oluştuğu gözlenmiştir. Benzer şekilde, %10 dolgu maddesi içeriğinde aşınma hızında %70 oranında bir azalma rapor edilmiştir. Daha yüksek dolgu konsantrasyonunda hafif bir sürtünme ve aşınma artışı, NbSe_2 nano partiküllerin aglomerasyonuna atfedilmiştir. Sürtünme katsayısı, 10 N ila 30 N arasındaki normal yük artışı ile azalırken, aşınma hızının arttığı görülmüştür. Bu, NbSe_2 /epoksi nanokompozit kaplamanın yüksek yük uygulamaları için uygun olmadığını göstermektedir.

Liu vd. (2016), yaptıkları çalışmada çelik yüzeyleri, % 0,5 ve % 1 oranlarında grafen ile güçlendirerek reçine ile kaplamışlar ve hazırlanan numuneler üzerinde yapılan testler sonucunda saf epoksi kaplamaya göre her iki oranda korozyon dayanımını arttırdığı, ancak % 0,5 oranında grafen katılan kaplamanın daha iyi sonuç verdiği aktarılmıştır.

Dong vd. (2006) yaptıkları çalışmada, farklı oranlarda karbon içeren çok duvarlı karbon nanotüp ilaveli nanokompozitlerin sürtünme katsayısı üzerindeki etkilerini araştırmışlardır. Bu çalışmada, polietilen matris malzemesine % 1, % 2 ve % 5 oranlarında ÇDKNT ilavesi yapılmış ve nanokompozitlerin sürtünme katsayısı değerleri incelenmiştir. Deneylerin sonuçlarına göre, nano katkı miktarının artmasıyla birlikte, nanokompozitlerin sürtünme katsayısının azaldığı gözlemlenmiştir. Bu azalmanın, matris malzemesine ilave edilen ÇDKNT katkısıyla yeni bir mikroyapının oluşmasından kaynaklandığı ve PE/ÇDKNT ara yüzeyinde yeni ve güçlü bağların

oluştugu belirlenmiştir. Dong ve ekibinin çalışması, PE matrisli nanokompozitlerin sürtünme davranışını anlamak için kapsamlı bir şekilde yapılmıştır. Çalışma, nano katkıların nanokompozit malzemelerin tribolojik özelliklerine olan etkilerini detaylı bir şekilde inceleyerek, yeni mikroyapı oluşumu ve ara yüzey etkileşimleri gibi önemli faktörleri vurgulamıştır.

Jeon vd. (2013), ÇDKNT'leri epoksi matrise ekleyerek bir kaplama oluşturmuşlar ve bu kaplamanın korozyon direncini incelemişlerdir. Araştırmada, yüzey analizi, yapışma testi, elektrokimyasal empedans spektroskopisi (EIS) analizi ve higrotermal periyodik testler gibi çeşitli testler yapılarak sonuçlara ulaşılmıştır. Elde edilen bulgulara göre, epoksiye ÇDKNT eklenmesinin kaplamanın yapışma mukavemetini artırdığı, saf epoksinin hidrofilik özelliğinin ÇDKNT eklenmesiyle hidrofobik hale geldiği gözlemlenmiştir. Bu durum, ÇDKNT içeriğinin % olarak artmasıyla birlikte kaplamanın yapışma mukavemetinin arttığını ve takviyeli epoksi kaplamada saf epoksiye göre su difüzyonu ve absorpsiyonunun daha düşük olduğunu göstermiştir. Tüm bu faktörlerin birleşimiyle birlikte, ÇDKNT takviyeli epoksi kaplamanın korozyon direncinin arttığı belirlenmiştir.

Monetta vd. (2019), metalik yüzeylerdeki epoksi/grafen kaplamaların fotooksidatif ve korozyon direncinin artırılması üzerine bir çalışma yürütmüşlerdir. Araştırma sonuçlarına göre, kaplamaya eklenen grafen nanoparçacıklarının miktarının artmasıyla birlikte antikorozyf özelliklerin geliştiği vurgulanmıştır.

Mauricio Terrones vd. (2010) yürüttükleri çalışmada, grafen oksit ile takviye edilmiş epoksi kaplamaların mekanik dayanıklılığı ile tribolojik özelliklerini incelemişlerdir. Grafen oksit takviyesinin kaplamanın yüzey sertliğini artırdığı, tribolojik performansı iyileştirdiği ve aşınma direncini artırdığı rapor edilmiştir.

Rodney Ruoff vd. (2008) yaptığı çalışmalarında, grafen ile takviye edilmiş epoksi kompozitlerin mekanik ve tribolojik özelliklerini incelemişlerdir. Grafen takviyesinin ağırlıkça % olarak artmasının, kaplamanın mekanik dayanıklılığını artırdığını ve tribolojik performansını iyileştirdiğini raporlamışlardır.

Kausar (2018) çalışmasında, Polietersülfon (PES) bazlı ve grafen takviyeli polimer nanokompozit elde etmeyi ve çelik yüzey üzerinde korozyon koruyucu özelliklerini

araştırmayı amaçlamıştır. Yürütülen çalışmada polimer matris olarak kullanılacak PES mPEG10K-Propionaldehit kimyasalı ile modifiye edilmiştir. İletken polimerlerin korozyon önleme potansiyelinden yararlanmak amacıyla amonyum persülfat kullanılarak yerinde polimerizasyon yöntemi ile poli (3-Floro-p-anisidin) (PFANI) sentezlenmiştir. Modifiye edilmiş PES (mod-PES) ve PFANI karışımı elde etmek amacıyla uygun koşullarda (110°C, 6h) bir araya getirilmiştir. Çalışmada takviye malzemesi olarak kullanılacak olan grafen ise grafen oksidin hidrazin hidrat ile indirgenmesi sonucunda elde edilmiştir. PFANI/mod-PES/G nanokompozitler çözelti karıştırma yöntemi ile hazırlanmıştır. Nanokompozitlerin yapısal ve morfolojik analizleri FTIR, XRD ve SEM ile ısı kararlılığı ise TGA ile karakterize edilmiştir. Ayrıca nanokompozitlerin elektriksel iletkenlik ölçümleri yapılmıştır. Çelik yüzey üzerine PFANI/mod-PES/G nanokompozit kaplamalar daldırma kaplama yöntemi ile kaplanmış ve korozyon önleme performansları % 3,5 NaCl çözeltisi içerisinde ağırlık kaybı yöntemi ve EIS ölçümleri ile incelenmiştir. PFANI/mod-PES yapısına kütlece % 5 grafen eklenmesi ile termal özelliklerde ve elektriksel iletkenlik değerinde maksimum iyileşme saptanmıştır. Hazırlanan nanokompozit kaplamaların korozyon koruma performansları karşılaştırıldığında %5 grafen takviyesi ile korozyon koruyucu özelliklerde % 15,6 oranında iyileşme sağlandığı raporlanmıştır.

Akademik literatürde, tek bir nanopartikül türünün veya farklı nanopartiküllerin ayrı ayrı kaplamaya katılmasının etkilerini inceleyen birçok çalışmanın bulunduğu görülmektedir. Son yıllarda ise, farklı nanopartiküllerin birlikte (hibrit) katılması durumunda kaplama özelliklerinin nasıl etkileneceği konusunda yapılan yeni araştırmalar önem kazanmaktadır. Bu yeni çalışmalardan birkaçı aşağıda sıralanmıştır.

Esra Özcan (2019) tarafından yapılan bir çalışmada, grafen nanopartikülleri ağırlık % 1 ve % 0,1 oranlarında ayrı ayrı ve hibrit epoksi matrisine güçlendirici olarak eklenmiştir. Yapılan deneysel inceleme sonuçlarına göre, grafen nanopartiküllerin epoksi matrise eklenmesinin kaplamaların esnekliğini ve darbe direncini nanopartikül katılmamış epoksiye göre sırasıyla % 8,3 ve % 157,1 oranında artırdığı gözlemlenmiştir. SiO₂-GNP nanohibrit ilavesi, mikro sertliği % 53,8 oranında artırmış ve çizilme direncinin bir ölçüsü olan penetrasyon derinliği değerini ise % 29,7 azaltmıştır.

Ma vd. (2016) yaptıkları çalışmada, nanosilika ve grafen kombinasyonunu farklı oranlarda kullanarak elde ettikleri kompozit kaplamanın korozyon özelliklerini araştırmışlardır. Elektrokimyasal analizlerle sonucunda, SiO₂-GO hibrit nanopartiküllerin % 1,5 oranında katılması durumunda en iyi performansın elde edildiğini göstermişlerdir.

Zhao vd. (2019), GO'nin epoksi reçinesindeki dağılımını iyileştirmek için, yüzeyini etilendiamin ile indirgeyerek modifiye etmişlerdir. Saf epoksi kaplamaya kıyasla, ağırlık % 1 modifiye edilmiş ve indirgenmiş GO ve ağırlık % 10 PTFE'nin kaplamaya eklenmesi ile sürtünme katsayısının ve aşınma hızının sırasıyla % 70,6 ve % 20,9 azalmasına neden olduğunu bildirmişlerdir.

Bouibeda ve Rachida (2019), epoksi kaplama içine aynı oranlarda GO, silika ve GO-SiO₂ hibrit nanopartikül ekleyerek çelik yüzey üzerine uygulanan kaplamanın korozyon özelliklerini araştırmışlardır. Bu amaçla yapılan EIS testinden elde edilen sonuçlar, epoksi polimer içine GO-SiO₂ hibrit nanopartiküllerin eklenmesinin malzemenin korozyon direncini artırdığını göstermiştir.

Yu vd. (2015) çalışmalarında, epoksi matris içerisine GO ve nanoalümina partiküllerini hibrit olarak ekleyerek kaplama uygulaması yapmışlardır. % 2 oranında yapılan katkının korozyon özellikleri iyileştirdiğini göstermişlerdir. Bu iyileşmenin nedenleri arasında, epoksi reçineye katılan partiküllerin fiziksel bir bariyer oluşturması, aynı zamanda katılan nanopartiküllerin mikro gözenekleri tıkayarak bariyer özelliklerine katkı sağlaması gösterilmiştir. Bariyer özelliklerindeki artışa, epoksi reçine içinde homojen olarak dağılmış GO partiküllerinin yapısal özelliklerinin katkısı olduğu vurgulanmıştır.

Bu çalışmalar, nanoteknolojinin gelecekteki kaplama malzemelerinin tasarımı ve üretiminde önemli bir rol oynayabileceğini işaret etmektedir. Yapılan çalışmalar, karbon ve grafen gibi nanomalzemelerin, polimer matrislerin mekanik, tribolojik ve korozyon direnci gibi özelliklerini geliştirmek için potansiyel olarak etkili katkı maddeleri olduğunu göstermektedir. Özellikle, grafenin kendi kendini yağlama özelliği ve kaplama malzemelerinin direncini artırma potansiyeli önemlidir. Ayrıca araştırmaların, epoksi ve diğer polimerik kaplama sistemlerindeki kullanımı,

endüstriyel uygulamalarda daha dayanıklı ve uzun ömürlü kaplama malzemelerinin geliştirilmesine öncülük etmesi beklenmektedir.

2.5.1 Bu çalışmanın literatürdeki yeri

Karbon esaslı malzemeler ile seramik esaslı malzemeler ve hibrit nanopartiküller katılarak yapılan literatür çalışmaları, genellikle kaplamaların korozyon performansını araştırmaya yöneliktir. Ancak, kaplamanın mekanik zorlanmalar karşısındaki davranışıyla ilgili yapılan çalışmalar sınırlıdır. Metal yüzeylere uygulanan kaplamanın sadece korozyondan koruma amacıyla yapıldığı düşüncesi, tek başına yeterli bir yaklaşım değildir. Korozyonu önlemenin yanı sıra, kaplamanın mekanik zorlanmalara karşı direnci de göz önünde bulundurulmalıdır. Bu bağlamda, kaplamanın soyulma, çizilme, yırtılma gibi olumsuz etkilere karşı dayanıklılığı önem arz etmektedir. Böylelikle, metal yüzeylerin hem çevresel faktörlerden korunması hem de mekanik özellikler açısından avantaj sağlaması hedeflenmektedir.

Bu düşünceden hareketle, bu tez çalışmasında özellikle tribolojik ve mekanik özellikler üzerinde durulmuş ve bu konudaki çalışmalara katkı verilmesi amaçlanmıştır.

Literatürde, nanokompozit kaplamalarla ilgili olarak farklı nanopartiküllerin özellikle de seramik nanopartiküllerin kullanıldığı çok sayıda çalışma vardır. Bu tez çalışmasında, son yıllarda yeni formları geliştirilen karbon esaslı nanopartiküllerin kullanılması özellikle tercih edilmiştir. Bu sayede, geliştirilen bu nano malzemelerin kullanım alanlarına yeni bir yaklaşım getirilmesi amaçlanmıştır. Ayrıca kullanılan karbon esaslı nanopartiküller, özellikle farklı formlarda (GNP plaka formunda, KNT tüp formunda, KS ve PKS küresel formda) seçilmiştir. Böylece kaplamanın mekanik, tribolojik ve korozyon özellikleri üzerine etkilerinin karşılaştırılması amaçlanmıştır. Epoksiye katılan nanopartiküllerden birisi olan PKS atık lastiklerin piroliz süreci ile ayrıştırılması sonucunda elde edilen bir geri dönüşüm ürünüdür. PKS gibi atıktan dönüştürülen bir malzemenin kullanımı, atık değerlendirmeye katkı sunmanın yanında farklı atıkların bu tür kompozit malzeme uygulamalarında kullanımıyla ilgili yeni fikirler verecektir.

Bu tez çalışması deneysel bir çalışma olup, çeşitli matris malzemeleri ve çeşitli nanopartiküllerin kullanımıyla ilgili yeni tezler, projeler ve araştırmalar için zemin hazırlamayı amaçlamaktadır. Ayrıca, PKS gibi atıklardan elde edilen geri dönüşüm ürünlerinin kullanımı, atık yönetimi ve geri dönüşüm konularında yeni yaklaşımların geliştirilmesine katkıda bulunacaktır.

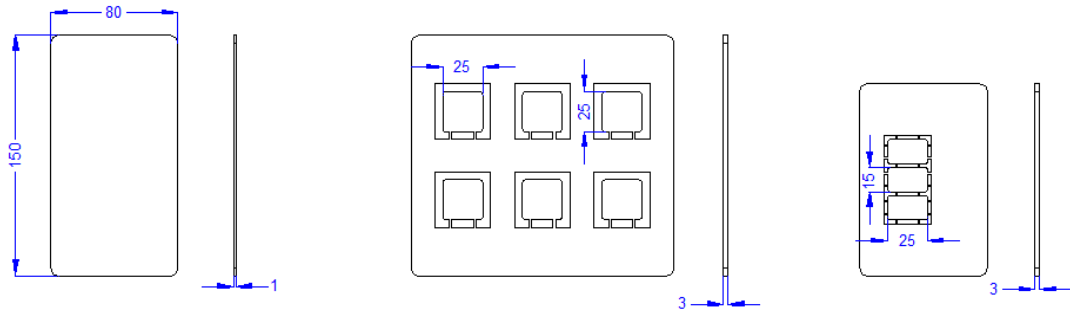


3. DENEYSEL ÇALIŞMA

Bu çalışmada, epoksi matrise ayrı ayrı ve hibrit olarak eklenen, karbon siyahı (KS), karbon nanotüp (KNT), grafen nanoplaka (GNP) ve pirolitik karbon siyahı (PKS) nanopartiküllerle oluşturulan nanokompozit kaplamalar çelik yüzeyine uygulanmış ve kaplamaların özellikleri uygulanan çeşitli test ve analizlerle incelenmiştir.

3.1. Kullanılan malzemeler

Kaplama uygulamalarında altlık olarak seçilen malzeme, Aksaray'da silo ve taşıyıcı ekipman üretimi faaliyetlerinde bulunan Mysilo Tahıl Depolama Sistemleri A.Ş. Firması'ndan temin edilmiş, St37 kalitesinde siyah çelik sac malzemedir. Deneysel çalışmalarda kullanılmak üzere hazırlanan ve Şekil 3.1'de görülen çelik plakalar, 80 mm x 150 mm x 1,2 mm, 25 mm x 25 mm x 3 mm ve 15 mm x 25 mm x 3 mm boyutlarında lazer kesim teknolojisiyle üretilmiştir.



Şekil 3.1. Kaplama uygulaması için hazırlanan test plakalarının ölçüleri.

Kaplama işlemi için kullanılan nanokompozit malzemelerde, matris olarak POLİKEM Polires 188 markalı bisfenol A bazlı epoksi reçine ve kürleştirici olarak fenalkamin bazlı Cadolite NC-562 markalı sertleştirici seçilmiştir. Çizelge 3.1 ve Çizelge 3.2'de bu ürünlerin özellikleri verilmiştir. Reçineye eklenen sertleştirici oranı ağırlıkça 1:1 olarak belirlenmiştir. Takviye malzemeleri olarak ise karbon esaslı malzemeler olan, karbon nanotüp (KNT; çok duvarlı karbon nanotüp formundadır), grafen nanoplaka (GNP), karbon siyahı (KS) ve pirolitik karbon siyahı (PKS) seçilmiştir (Çizelge 3.3). KNT ve GNP Nanografi firmasından, KS kauçuk ürün imalatı yapan bir firmadan ve PKS de pirolizle atık lastikleri dönüştüren bir firmadan temin edilmiştir.

Çizelge 3.1. Polires 188 epoksi reçine özellikleri.

Özgül Ağırlığı (gr/cm ³)	1,15 – 1,18
Viskosite	11000 - 15000
Epoksi Eşdeğeri Başına Ağırlık (WPE)	182-192
Renk (APHA)	<30

Çizelge 3.2. Cadolite NC-562 sertleştiricinin özellikleri.

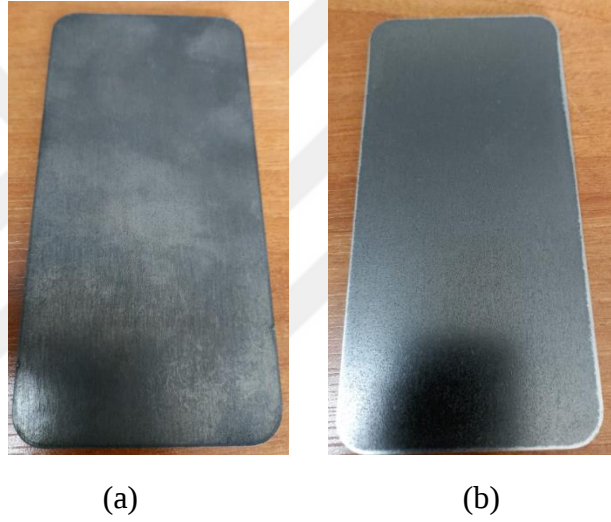
Viskozite 25 °C	300-2300
Özgül Ağırlığı (gr/cm ³)	0,96 – 0,98
Renk	<16
Teorik Aktif Hidrojen Eşdeğeri (AHEW)	174
Karışım Viskozitesi 25 °C	1.55
Kurutma / Sertleşme Süresi 0 °C (Saat)	11/14
Kurutma / Sertleşme Süresi 5 °C (Saat)	5/12

Çizelge 3.3. Kullanılan nanopartiküllerin özellikleri.

Özellik	GNP	KNT	KS (N550)	PKS
Saflık, %	99,9	95	-	-
Özgül Yüzey Alanı, m ² /g	170	50	42	30,4
Partikül Boyutu	Kalınlık: 5 nm, Çap: 30 µm	Dış çap: 30-50 nm İç çap: 5-10 nm	45 nm	<45 µm
Görünüm Rengi	Gri	Siyah	Siyah	Siyah
Yoğunluk, g/cm ³	-	2,4	-	-
Kül miktarı ağırlık %	-	1,5	-	15,26

3.2. Kaplama Öncesinde Yüzey Hazırlığı

Epoksi kaplama uygulamasından önce yüzeyin doğru şekilde hazırlanması, kaplamanın dayanıklılığı ve performansı için oldukça önemlidir. Bundan dolayı, yüzeydeki pürüzler, pas lekeleri ve yağ tabakaları uygun yöntemlerle (zımparalama ve mekanik temizleme) giderilmiştir (Şekil 3.2). Bu işlemden sonra test plakası yüzeyinde kalan, yağ, kir ve tozu arındırmak için deterjanlı suyla yıkama yapılmıştır. Ardından saf suda temizlenmiş ve hava akımı ile kurutulmuştur. Kuruyan plakalar aseton(Merck, Almanya) ile kimyasal olarak yeniden temizlenmiş ve saf su ile tekrar durulanmıştır. Test numuneleri hava akımı ile son kez kurutularak kaplama uygulamasına hazır hale getirilmiştir.



Şekil 3.2. Yüzeyi temizlenmemiş (a) ve yüzey temizliği yapılmış (b) test plakaları.

Yüzey hazırlığı süreci, epoksi kaplamanın uzun ömürlü olmasını sağlayan hayati bir adımdır. Dolayısıyla, yüzeyin doğru şekilde hazırlanması ve uygun adımların titizlikle izlenmesi, başarılı bir kaplama uygulamasının temelini oluşturur.

3.3. Kompozit Kaplamanın Hazırlanması ve Uygulanması

Nanopartikül katılan epoksi kompozit uygulamalarında nanokompozit hazırlanırken, katılan partikülün epoksi matris içinde homojen bir şekilde dağılması kritik öneme sahiptir. Bu amaçla, matrisin homojen dağılımını sağlamak için genellikle iki yöntem kullanılmaktadır. Bunlar matrisin ısıtılması ve bir çözücü kullanımı. Ancak ısıtma yöntemi kullanıldığında, nanopartiküllerin aglomerasyonu sıkça yaşanır ve bu da zayıf bir dağılıma neden olabilir. Diğer taraftan çözücü kullanımıyla nanopartiküller

homojen bir şekilde dağıtılabılır. Çünkü çözücü, nanopartiküllerin matris içinde eşit şekilde dağılmasını sağlar (Shi vd., 2009).

Çizelge 3.4. Hazırlanan kompozit kaplama bileşimleri ve katılan partikül oranları.

Numune	PKS	KS	GNP	KNT
Saf epoksi	-	-	-	-
EPKS	1	-	-	-
EKS	-	1	-	-
EGNP	-	-	1	-
EKNT	-	-	-	1
EPKS/KS	0,5	0,5	-	-
EPKS/GNP	0,5	-	0,5	-
EPKS/KNT	0,5	-	-	0,5

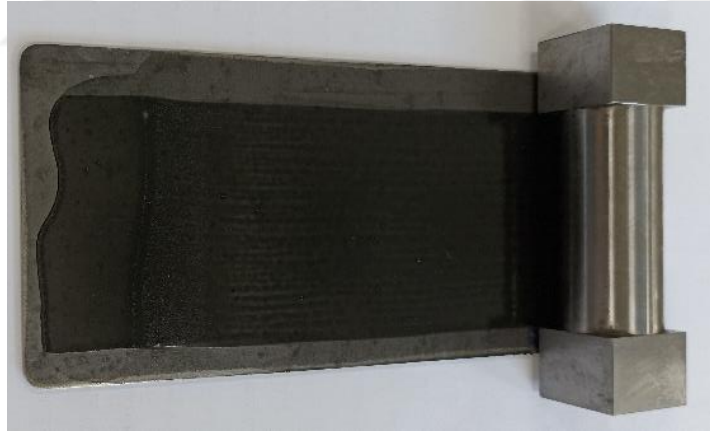
Nanopartiküller, epoksi matris içine aynı oranda ayrı ayrı ve hibrit olacak şekilde katılmıştır (Çizelge 3.4). Hibrit nanopartikül kullanımında PKS sabit olarak kullanılmış, diğer partiküller ayrı ayrı bu partikül ile birlikte kullanılmıştır. Bu şekilde, bir geri dönüşüm ürünü olan pirolitik karbon siyahının etkisini görmek amaçlanmıştır.

Kompozit kaplama bileşimleri hazırlanırken, öncelikle nanopartikül, aseton ve epoksinin homojen bir dağılımının sağlanması amacıyla MS3040 model(Misung Scientific Co., Kore) karıştırıcıda mekanik olarak (1000 devir/dakika) 10 dakika boyunca karıştırılarak gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.3). Daha sonra, aynı oranda sertleştirici eklenerek 5 dakika daha karıştırılmıştır. Karıştırma işi tamamlandıktan sonra kaplama karışımı, uygulama için hazır hale getirilmiştir.

Hazırlanan epoksi kompozit karışımlar, test ve analizler için St 37 kalitesindeki siyah sacdan hazırlanan çelik plakalara, Şekil 3.4'te görülen TQC LH 20/60 (Hollanda) marka film aplikatörü kullanılarak 60 µm kalınlıkta uygulanmıştır. Bu süreç, kaplamanın homojen bir şekilde numuneye uygulanmasını sağlayarak yapılacak olan test ve analizlerin doğru ve güvenilir sonuçlar vermesini hedeflemiştir.



Şekil 3.3. Mekanik karıştırıcı MS3040.

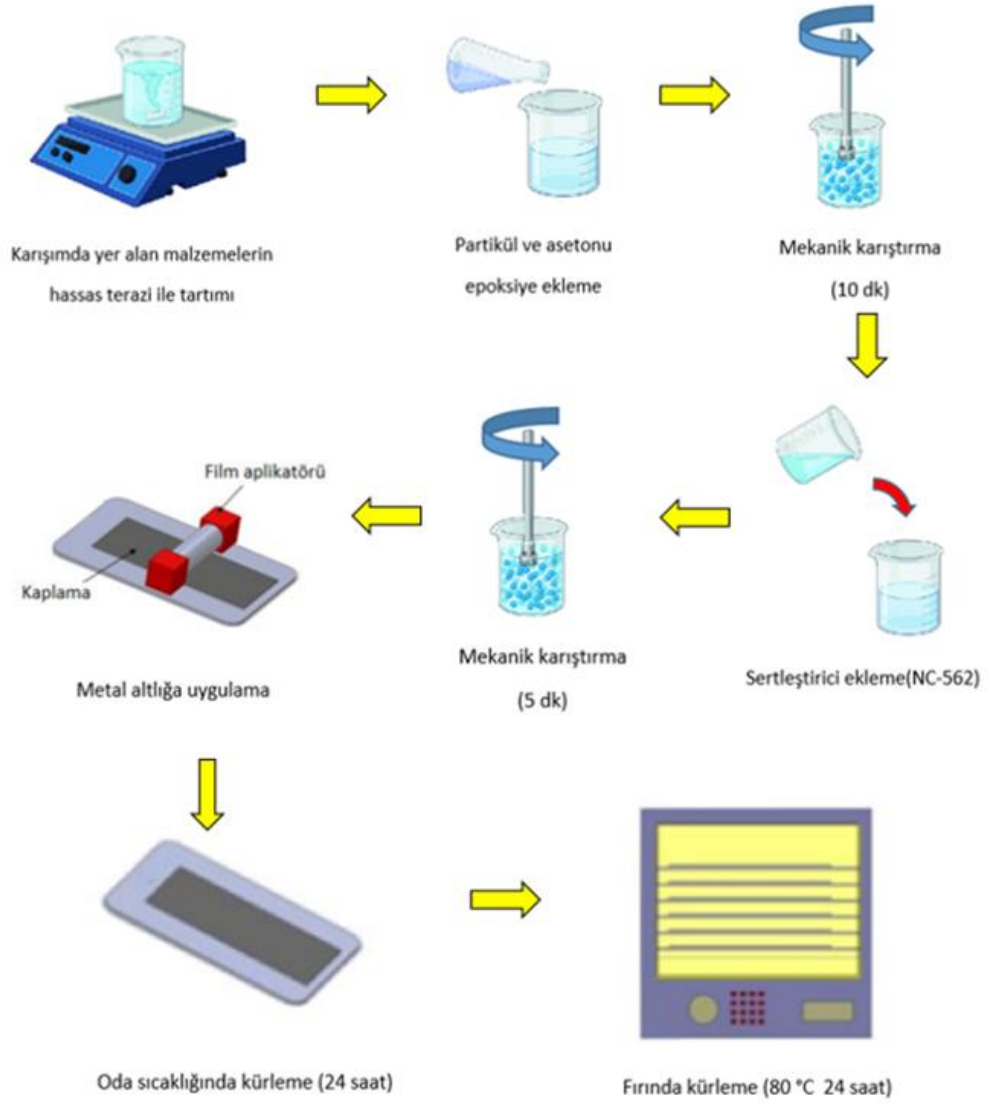


Şekil 3.4. Aplikatör kullanılarak yapılan kaplama uygulaması.

Kaplanarak hazırlanan numuneler Şekil 3.5' te görülmektedir. Kaplama yapıldıktan sonra numuneler 24 saat oda sıcaklığında bekletilmiş, ardından 2 saat 80 °C sıcaklıkta fırında kürlenmiştir. Kaplama uygulamasındaki tüm işlem adımları Şekil 3.6'da şematik olarak görülmektedir.



Şekil 3.5. Kaplama uygulaması yapılmış numune örnekleri.



Şekil 3.6. Numune hazırlama adımları.

3.4. Karakterizasyon Testleri

Saf epoksi ve epoksi matrisli kompozit kaplama malzemelerine ve kaplanmış numunelere fiziksel, mekanik ve korozif özelliklerini belirlemek amacıyla aşağıda belirtilen test ve analizler yapılmıştır.

3.4.1 Termogravimetrik analiz (TGA)

Termogravimetrik analiz (TGA), bir maddenin kütlesinin kontrollü bir atmosfer altında sıcaklık yükselmesi sırasında, nasıl değiştiğini ölçen bir analiz tekniğidir. Bu analiz, malzemelerin termal stabilitesini, bileşimini ve bozulma davranışını anlamak için yaygın olarak kullanılır. TGA cihazı, numunenin sıcaklığını belirli bir hızda artırırken, numunenin kütlesindeki değişiklikleri sürekli olarak kaydeder. TGA analizi sonuçları, kütle kaybı ve sıcaklık arasındaki ilişkiyi gösteren bir grafik (TGA eğrisi) olarak sunulur.

Epoksi matrise katılan nanopartiküllerin kaplama malzemesinin termal kararlılığına etkilerini belirlemek amacıyla Aksaray Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı'nda (ASÜBTAM), Exstar SII TG/DTA 7300(Japonya) markalı cihaz ile termogravimetrik analiz yapılmıştır. Bu analizde ölçümler, 800 °C'ye kadar olan sıcaklıklarda ve 10 °C/dk ısıtma hızında gerçekleştirilmiştir.

3.4.2 Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi (FTIR) analizi

FTIR analizi, bir maddenin kimyasal bileşimini ve yapısını belirlemek için yapılan bir test yöntemidir. Bu analizde, numuneler kızılötesi (IR) radyasyon ile etkileşime sokulur. IR radyasyonu, numunede bulunan moleküllerin atomik titreşimlerini etkileyerek belirli dalga boylarını absorbe eder ve ölçülen bir spektrum oluşturur. Bu spektrum, numunedeki moleküler yapı hakkında bilgi sağlar. FTIR spektrumları genellikle organik moleküllerin analizinde kullanılır. Bu tür moleküllerde, temel olarak iki tür titreşim gözlemlenir. Bunlardan biri gerilme titreşimleri ve diğeri ise eğilme titreşimleridir. Gerilme titreşimleri, kimyasal bağların uzunluğundaki değişikliklere bağlıyken, eğilme titreşimleri bağların açısındaki değişikliklerle ilişkilidir. Gerilme titreşimleri genellikle daha yüksek frekanslarda veya enerjilerde görülür. Çünkü bu tür titreşimler, bağların esnekliklerinden kaynaklanır ve daha fazla enerji gerektirir. Bu nedenle, FTIR spektrumunda belirli frekanslardaki pikler, belirli

kimyasal grupların varlığını veya belirli bağ yapılarının özelliklerini belirlemek için kullanılır.

Epoksi reçine ile katılan partiküller arasındaki etkileşimi ve olası yeni kimyasal grupların oluşumunu belirlemek amacıyla FTIR analizi gerçekleştirilmiştir. Bu analiz, Orta Doğu Teknik Üniversitesi (ODTÜ) Merkez Laboratuvarı'nda, Perkin Elmer 400(ABD) markalı cihaz kullanılarak yapılmıştır (Şekil 3.7). Analiz sırasında, 500 – 4000 cm^{-1} aralığında 4 cm^{-1} çözünürlükte infrared spektrumlar elde edilmiştir. FTIR spektroskopisi, moleküler yapıların tanımlanması ve kimyasal bağların belirlenmesi için önemli bir araçtır.



Şekil 3.7. FTIR analiz cihazı.

3.4.3 Kaplama kalınlığı ölçümü

Kaplamanın uygulandığı yüzeydeki kalınlığın mikron cinsinden ölçülmesi, kaplama kalınlık ölçümü olarak adlandırılan bir işlemdir. Bu ölçüm işlemi genellikle manyetik, elektronik veya ultrasonik ölçüm yapabilen aletler kullanılarak gerçekleştirilir. Ölçüm sırasında, herhangi bir dalga (ses, ışık, ultrasonik dalga vb.), farklı iletkenlik özelliklerine sahip ardışık tabakalardan geçerken, dalganın bir kısmı tabakalar arasındaki arayüzeylerden geri yansır. Geri yansıyan dalganın, ölçme ucuna ulaşma süresi, uzaklığa bağlı olarak değişir. Bu nedenle, yansıyan dalganın geri ulaşım süresi ölçülerek, yansıma yüzeyinden ölçüm ucuna olan uzaklık belirlenebilir. Tüm ultrasonografik ölçümler, bu temel prensibe dayalı cihazlarla gerçekleştirilir. Bu yöntem, uygulama yüzeyine bağlı olarak farklı ultrasonik iletkenlik özelliklerine sahip kuru filmlerin kalınlıklarının ölçülmesini sağlar. Bu sayede, kaplamanın kalınlığına ilişkin hassas ve doğru ölçümler elde edilir.

Bu çalışmada, kaplama malzemesi film aplikatörü kullanılarak test plakalarının yüzeyine 60 µm kalınlığında uygulanmıştır. Ancak kurlenme sürecinin tamamlanmasının ardından, Mysilo Firması'nda bulunan ve yukarıda açıklanan prensibe göre ölçüm yapan, Time TT-260(Time Co., Çin) marka kaplama kalınlığı ölçüm cihazıyla yapılan ölçümler sonucunda kuru film kalınlıklarının 50 ± 10 µm olduğu belirlenmiştir. Her formülasyon için üçer adet test plakası hazırlanmıştır. Kaplama kalınlığı değerleri her bir numune üzerinde üçer kez ölçüm yapıp ortalamaları alınarak belirlenmiştir (Şekil 3.8).

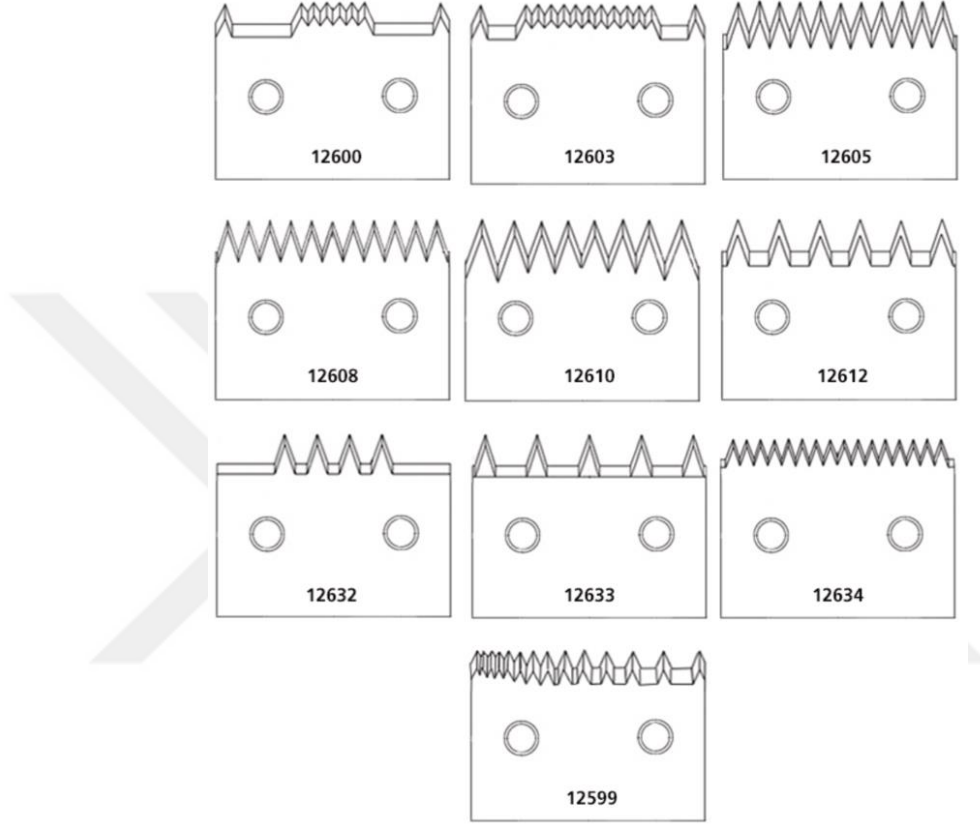


Şekil 3.8. Kaplama kalınlığının ölçümü ve test cihazı.

3.4.4 Kafes çizgi testi

Kaplamanın uygulandığı yüzeye yapışma durumu, cross-cut testi olarak bilinen kafes çizgi testi ile değerlendirilir. Kafes çizgi testi bir kaplama veya boyanın yüzey bağlantısının alt taban yüzeyiyle etkileşimini ve dayanıklılığını değerlendirmek için kullanılan yaygın bir test yöntemidir. Kafes çizgi testi, test bıçağı kullanılarak kaplama yüzeyine, birbirine 90 derecelik açılarla çizilmiş iki grup çizginin uygulanmasıyla gerçekleştirilir. Kaplamanın türü ve kalınlığına göre farklı diş aralıklarına ve geometrisine sahip test bıçakları kullanılır (Şekil 3.9). Sonrasında, kesilen bölgedeki kaplamanın dışarıya doğru, genellikle bantlama veya yapıştırma gibi bir yöntemle çekilmesi ile sağlanır. Çizilen yüzeylere bant yapıştırılıp, ardından bant hızla

kaldırılarak, yüzeyden kalkan kaplama miktarı standartlarda belirlenen miktarlarla karşılaştırılarak kaplamanın yüzeye yapışma durumu değerlendirilir. Değerlendirme sürecinde ASTM D 3359 standardına uygun olarak, Çizelge 3.5’te verilen kafes çizgi testi değerlendirme tablosu kullanılarak kaplamanın yüzeye yapışma durumu sınıflandırılır.



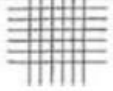
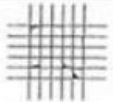
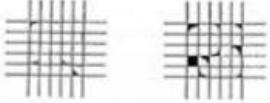
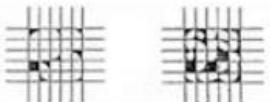
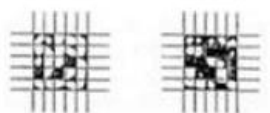
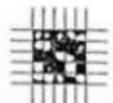
Şekil 3.9. Bazı örnek cross-cut bıçakları (URL-4).

Bu çalışmada çelik altlık üzerine uygulanan kompozit kaplamaların altlık yüzeyine yapışma durumunu belirlemek amacıyla, Şekil 3.10’da görülen Mysilo firmasında bulunan altı bıçaklı bir kesici aparat kullanılarak, kafes çizgi testi yapılmıştır. Her bir formülasyon için üçer adet test plakası hazırlanıp kafes çizgi testi gerçekleştirilmiştir.

Kesici aparat kullanılarak kaplanmış yüzeyde 2 mm aralıklarla çizgiler oluşturulmuş, ardından bu çizgilere 90° açıyla ikinci grup çizgiler çizilmiştir. Testin sonuçlarının güvenilirliğini artırmak amacıyla çizme işlemi, kaplama tabakasının orta kısmına yakın bölgelerinde gerçekleştirilmiş ve her kaplama türü için aynı numune üzerinde ikişer adet ölçüm yapılmıştır (Şekil 3.11). Bu şekilde, kaplamanın çelik altlık üzerine

olan yapışma durumu incelenmiştir. Kaplamaların çelik altlığa yapışma mukavemeti, ASTM D 3359 standardına göre incelenmiştir.

Çizelge 3.5. Test sonuçlarının sınıflandırılması (ASTM D 3359, 2009).

Sınıf	Boya Dökülmüş Alan (%)	Kopmanın Gerçekleştiği Boya Dökülmüş Yüzey Alanı
5 B	0	
4 B	5'ten az	
3 B	5 – 15	
2 B	15 – 35	
1 B	35 – 65	
0 B	65'ten büyük	



Şekil 3.10. Kullanılan altı bıçaklı kesici aparat.



Şekil 3.11. Hazırlanan numunelere kafes çizgi testi uygulanması.

3.4.5 Konik bükme testi

Kaplamanın elastikiyeti, bir kaplama filminin deformasyona uğramadan bükülebilme ve uzayabilme kabiliyeti olarak tanımlanmaktadır. Bu esneklik özelliğini belirlemek için bükme ve çökertme testleri uygulanır. Bükme testleri, silindirik veya konik bükme şeklinde uygulanabilir, ancak en yaygın kullanılan test, konik bükme testidir. Konik bükme testinde, test plakası konik bir mandrel etrafında 180 derece bükülerek gerçekleştirilir.

Kaplamaların elastikiyetini belirlemek amacıyla, kaplanmış test plakalarına ASTM D 522 standardına uygun olarak konik bükme testi uygulanmıştır. Her bir formülasyon için üçer adet konik bükme testi gerçekleştirilmiştir. Konik bükme testi, kaplanmış yüzeyin ani ve büyük deformasyonlarla karşılaşması durumunda kaplamanın esneklik özelliğini değerlendirmek amacıyla yapılmıştır. Test sürecinde, kaplanmış test plakaları bükme kolu kullanılarak konik mandrel etrafında 180° bükülerek, kaplama filminde çatlak oluşup oluşmadığına göre değerlendirilmiştir. Konik bükme testi uygulanan numune örnekleri Şekil 3.12’de verilmiştir.



Şekil 3.12. Konik bükme uygulanan saf epoksi ve hibrit EPKS/KNT numunesi.

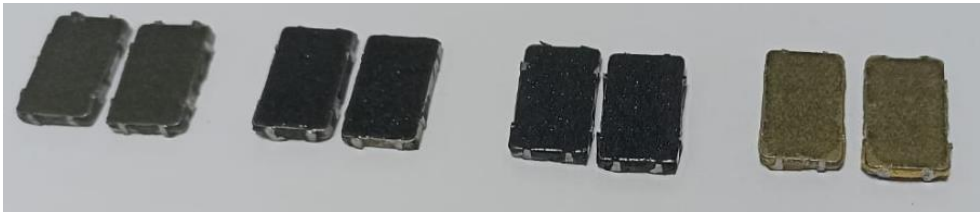
3.4.6 Aşınma testi

Kaplama malzemelerinde aşınma ve sürtünme davranışını değerlendirmek için genellikle çeşitli test yöntemleri kullanılmaktadır. Bu testler arasında en yaygın olanlar pim disk (pim on disc) ve silindirik çelik bilye (boll on disc) aşınma testleridir. Bu testler, malzemenin yüzeyindeki aşınma direncini, sürtünme katsayısını ve tribolojik performansını değerlendirmek için kullanılır.

Pim disk aşınma testi, bir malzemenin yüzeyindeki aşınma direncini değerlendirmek için yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir. Bu testte, bir disk ve bir pim arasındaki temas yüzeyindeki sürtünme ve aşınma ölçülür. Disk genellikle kaplama malzemesinden yapılırken, pim ise genellikle sert bir malzemeden yapılmıştır. Test sırasında, belirli bir yük altında disk ve pim birbirine sürtünür ve malzemenin aşınma davranışı gözlemlenir. Test sonuçları, malzemenin aşınma hızı, aşınma tipi ve dayanıklılığı gibi önemli özelliklerini belirlemeye yardımcı olur. Bu bilgiler, malzemenin tasarımı, üretimi ve kalite kontrolü süreçlerinde önemli bir rol oynar.

Silindirik çelik bilye testi, kaplama malzemelerinin sürtünme davranışını değerlendirmek için kullanılan bir başka yaygın yöntemdir. Bu testte, bir çelik bilya malzemenin yüzeyinde belirli bir hız ve yük altında hareket ettirilir. Sürtünme katsayısı ve aşınma direnci, bilyanın hareketi sırasında ölçülür.

Bu çalışmada, kompozit kaplamaların tribolojik özelliklerini belirlemek amacıyla Şekil 3.13'te verilen kaplama numunelerine, çelik bilye aşınma testi yapılmıştır. Test, Gebze Teknik Üniversitesi Laboratuvarı'nda (GEBZELAB) gerçekleştirilmiştir. Aşınma testi 25°C oda sıcaklığında, 20 cm/s hız, %55 nem koşullarında altında AISI 52100 çelik bilye kullanılarak, 10 mm git-gel hareketiyle, 12 N yük altında, toplam 200 m test mesafesi için uygulanmıştır. Aşınma izi ise profilometrenin, 3D görüntüleri kullanılarak aşınma derinlik ve genişliğini belirlemek amacıyla analiz edilmiştir.



Şekil 3.13. Aşınma testi uygulaması için hazırlanan numuneler.

3.4.7 Nanosertlik testi

Nanosertlik (nanoindentasyon) testi, malzemelerin mekanik özelliklerini mikroskopik ölçekte incelemek için kullanılan bir tekniktir. Bu analiz, özellikle çok ince kaplamalar, ince filmler, mikroyapısal bileşenler ve nanomalzemeler gibi küçük ölçekteki numunelerin sertliğini ve elastikiyetini belirlemek için kullanılır.

Kaplamaların sertliğinin belirlenmesi için 25 x 25 x 3 mm ölçülerinde hazırlanan kaplanmış test plakalarına ODTÜ Merkez Laboratuvarı'nda (Nano-Indentation Tester, CSM Instruments, İsviçre, Şekil 3.14) nanosertlik testi yapılmıştır. Berkovich nano-indentasyon testi, numune yüzeyine dik olarak belirlenen maksimum 10 mN değerine kadar yük uygulanıp, maksimum değere ulaşıldıktan sonra kademeli bir şekilde geri yükleme yapılarak gerçekleştirilmiştir. Bu analizin sonucunda kaplamanın sertlik ve elastisite modülü değerleri belirlenmiştir.

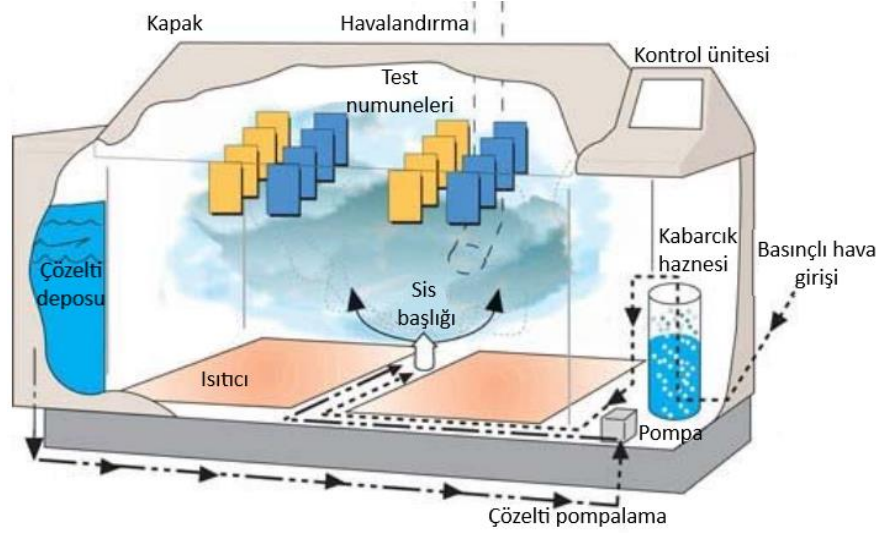


Şekil 3.14. Nanoindentasyon test cihazı.

3.4.8 Tuz testi (Tuzlu Su Sisi Testi)

Kaplamaların gerçek çalışma koşullarında maruz kalacakları korozif ortamlara karşı dayanıklılığının belirlenmesi, endüstriyel uygulamalarda son derece önemlidir. Ancak, bu tür testler genellikle yüksek maliyetli ve uzun süreli olmasıyla bilinirler, bu da pratik kullanımlarını kısıtlar. Bu nedenle, daha küçük ölçekli, hızlandırılmış koşullar altında gerçekleştirilebilen alternatif yöntemlerin geliştirilmesi büyük önem taşır. Bu alternatif yöntemler arasında, kaplamaların nem ve tuz gibi ağırlaştırılmış ortam koşullarına maruz bırakılarak değerlendirildiği nem odası testi ve tuzlu su sisi testi gibi testler bulunmaktadır.

Tuzlu su sisi testi kaplama sistemlerinin korozyon direncini değerlendirmek için yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir. Bu testte, özel olarak tasarlanmış bir kabine (Şekil 3.15) yerleştirilen test panellerine belirli bir yoğunluktaki tuzlu su, sis şeklinde püskürtülür. Ardından, panellerin belirli aralıklarla incelenmesi ve üzerlerinde oluşan korozyonun detaylı bir şekilde değerlendirilmesi sağlanır.



Şekil 3.15. Tuzlu su sisi testi şematik gösterimi (URL-5).

Tuzlu su sisi testi, Mysilo Firması Kalite Laboratuvarı'nda bulunan ASLI M300(Çin) marka kabin kullanılarak, ASTM B117 standardına uygun olarak yapılmış ve 21 gün süreyle gözlenmiştir (Şekil 3.16). Her bir formülasyon için üçer adet test numunesi yapılmıştır.



Şekil 3.16. Tuz testi cihazı.

Tuz testinde kullanılan plakalar, kabin içinde özel bir askıya dikey olarak 15-30° açıyla yerleştirilir. Deneyde kullanılan tuzlu su çözeltisi, saf su çözütüsü kullanılarak ağırlıkça % 5 oranında saf sodyum klorür ile hazırlanır. Püskürtme işlemi, 0,9-1 bar basınçta suyla doymuş hava kullanılarak gerçekleştirilir. Yoğuşan çözelti, 35±2°C sıcaklıkta ve 6,5-7,2 arasında pH değerine sahiptir. Numuneler kabine asılmadan önce

kaplamalar apraz olarak kesilmiřtir (řekil 3.17). Kabindeki numuneler, 7. ve 21.gn sonunda incelenerek durumları kontrol edilmiřtir.



řekil 3.17. Tuz testi cihazına apraz olarak izilip konulan numune rnekleri.

3.4.9 Taramalı elektron mikroskobu (SEM) analizi

Taramalı elektron mikroskobu (SEM), malzemelerin mikroyapılarını incelemek iin kullanılan gl bir grntleme tekniğidir. SEM, yksek enerjili bir elektron demeti kullanarak numunenin yzeyini tarar ve yzeyden gelen sinyalleri toplayarak yksek znrlkl grntler oluřturur. Bu grntler, malzemenin topografik zelliklerinin, bileřiminin ve yapılarının ayrıntılı bir řekilde grselleřtirilmesini saėlar.

Kaplama malzemelerinin ve ařınma yzeylerinin SEM analizi, Aksaray niversitesi Merkezi Arařtırma Laboratuvarı'nda, řekil 3.18'de grlen Fei Quanta 250 FEG marka SEM cihazı kullanılarak yapılmıřtır. Bu test ile epoksi matrisindeki partikl daėılımının morfolojisi, partikl-matris etkileřimi ve ařınma yzeyleri incelenmiřtir.

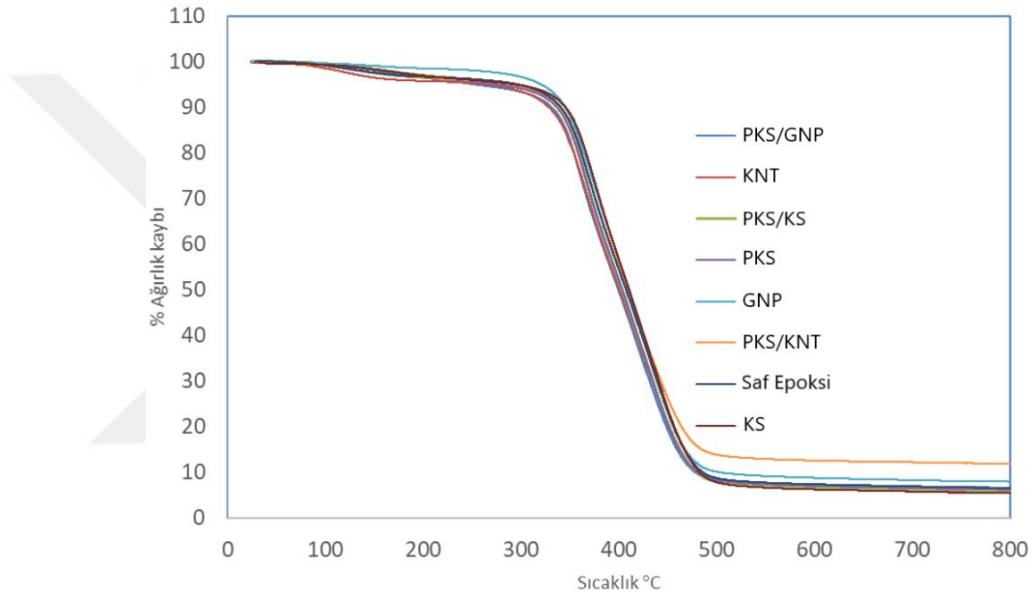


řekil 3.18. Taramalı elektron mikroskobu

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1. Termogravimetrik Analiz (TGA) Sonuçları

Saf epoksi ve hazırlanan kompozit malzemelere uygulanan TGA analizi, malzemelerin termal kararlılığını belirlemek amacıyla yapılmıştır. TGA eğrisi Şekil 4.1’de ve elde edilen sonuçlar Çizelge 4.1’de verilmiştir. Eğriler üzerinde, 20°C ile 300°C sıcaklık aralığında görülen yaklaşık % 15’lik ağırlık kaybı, epoksiye ilave edilen uçucu bileşenlerin uzaklaşmasından kaynaklanmaktadır. Tüm kaplama bileşimlerinde, yaklaşık 300°C den sonra termal ayrışmanın başladığı görülmektedir.

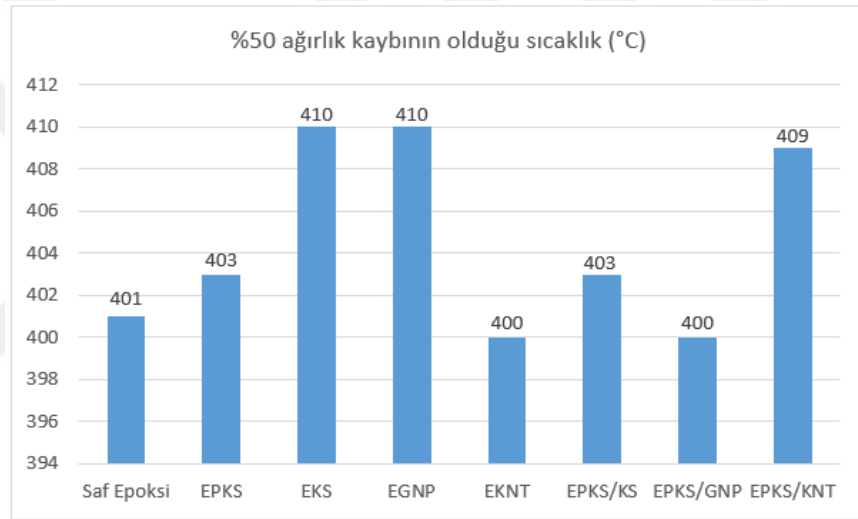


Şekil 4.1. Saf epoksi ve kompozitlerin TGA eğrileri.

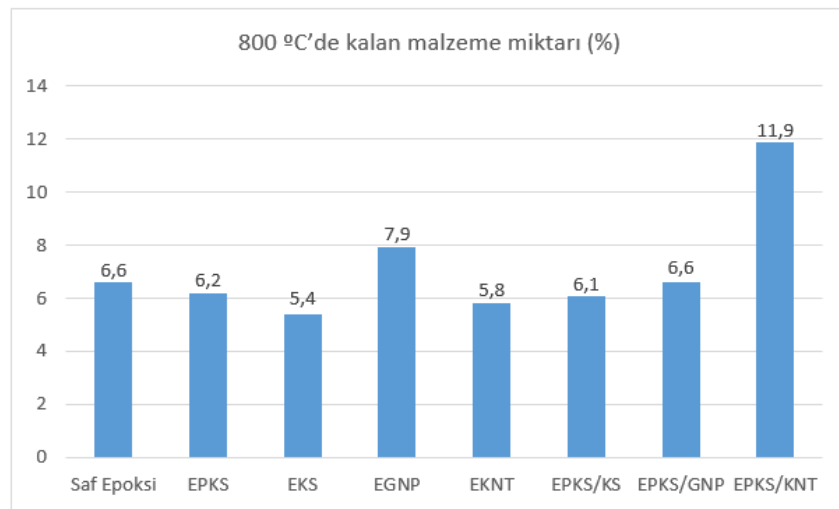
Yapılan testte kompozit malzemelere ait %50 ağırlık kaybının olduğu sıcaklık değerlerinde epoksi matrise göre bir miktar artış gözlenmesine rağmen değerlerin birbirine yakın olduğu görülmektedir (Şekil 4.2). Bu artışa katılan nanopartiküllerin fiziksel bariyer etkisi oluşturarak epoksi matrisin ayrışmasını geciktirmesi neden olmuştur (Chen vd., 2018; Wei vd., 2017; Yazman vd., 2021). TGA analizi sonucunda kalan malzeme miktarında benzer şekilde büyük değişimler gözlenmemekle birlikte, PKS/KNT katılan numunede belirgin bir artış görülmüştür. Bu nanopartiküllerin epoksi matrise ayrı ayrı katıldığı numunelerde kalan malzeme miktarının daha düşük olmasına karşın, hibrit olarak katılmaları durumunda kalan malzeme miktarının artması, PKS’nin yüksek kül içeriği nedeniyle ısı transfer kalkanı oluşturarak ayrışmayı engellemesi ve KNT’nin tüp formunun birlikte etkisinin bir sonucudur.

Çizelge 4.1. Kaplama numunelerinin TGA sonuçları.

Numune kodu	%50 ağırlık kaybının olduğu sıcaklık (°C)	800 °C’de kalan malzeme miktarı (%)
Saf Epoksi	401	6,6
EPKS	403	6,2
EKS	410	5,4
EGNP	410	7,9
EKNT	400	5,8
EPKS/KS	403	6,1
EPKS/GNP	400	6,6
EPKS/KNT	409	11,9



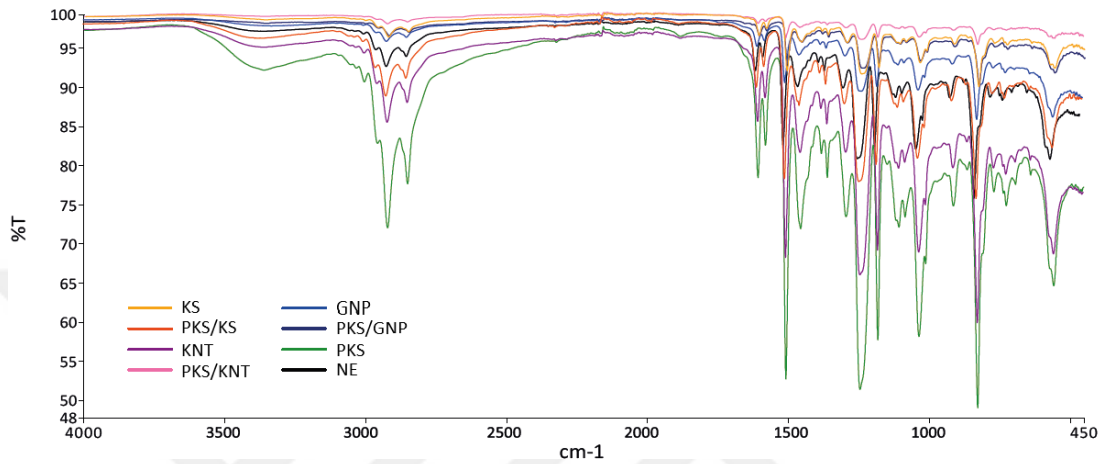
Şekil 4.2. Kaplama numunelerinin % 50 ağırlık kaybı sıcaklık grafiği.



Şekil 4.3. Kaplama numunelerinin 800°C’de kalan malzeme miktarı grafiği.

4.2. FTIR Analizi Sonuçları

Karbon esaslı nanopartiküller ve kaplama matrisi arasındaki etkileşimi ve oluşan kimyasal grupları belirlemek için yapılan FTIR analizinden elde edilen sonuçlar Şekil 4.4'te verilmiştir. Şekilde epoksi reçineye ait karakteristik piklerin olduğu görülmektedir.

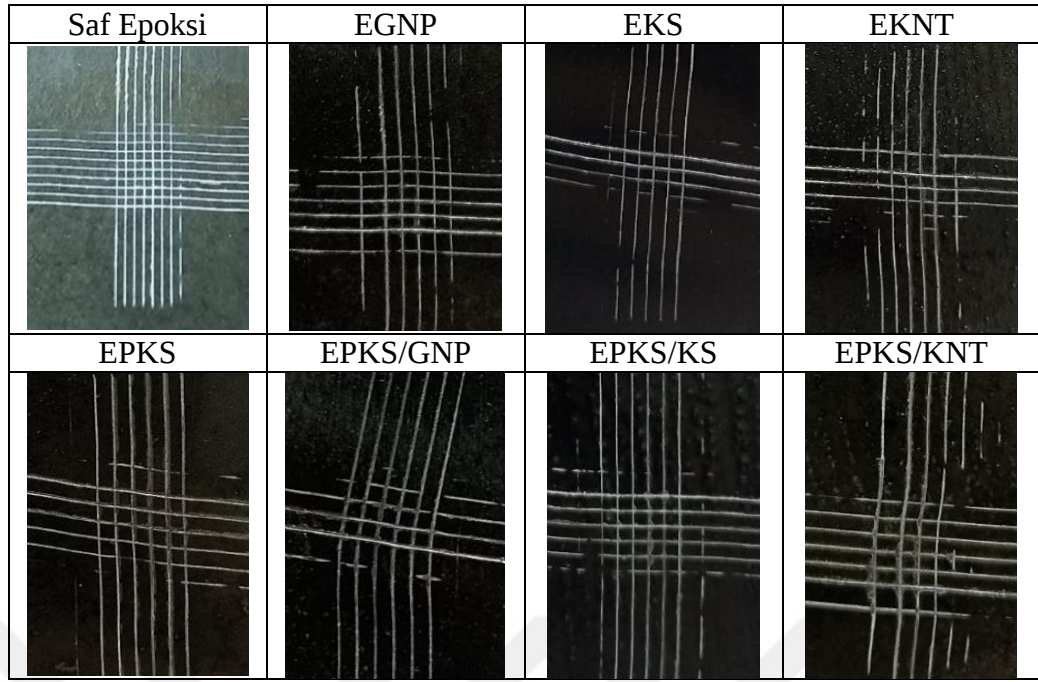


Şekil 4.4. Kaplamalara ait FTIR spektrumları.

Epoksi matrise nanopartiküllerin eklenmesi piklerde küçük değişimlere neden olmuştur. Bu değişimlerin en göze çarpanı PKS eklenen kompozit malzemede görülmektedir. Pirolitik karbon siyahı, yüksek sıcaklıklarda piroliz işlemiyle elde edilen bir malzemedir ve bu süreç, PKS bileşiminde bir miktar kül ve inorganik bileşenler (ZnO , SiO_2 ve S gibi) oluşturur. Bu bileşenlerin epoksi matrisle etkileşime girmesi FTIR spektrumunda görülen bu değişikliğe neden olmuştur. Diğer taraftan, saf epoksiye göre yeni piklerin oluşmaması, kimyasal bir etkileşimden daha çok fiziksel bir etkileşim olduğunu göstermektedir (Dhoke ve Khanna, 2009; Barletta vd., 2016).

4.3. Kafes Çizgi Testi Sonuçları

Kompozit kaplamaların, yüzeyi temizlenmiş siyah sac yüzeyine yapışma kabiliyetini belirlemek amacıyla ASTM D 3359 standardına göre kafes çizgi testi yapılmıştır. Test yapılan numunelerin görselleri Şekil 4.5'te verilmiştir.



Şekil 4.5. Kafes çizgi testi (Cross-cut) uygulanan numuneler.

Bu çalışmada numuneler üzerinde oluşan izler, Çizelge 3.2’de verilen sınıflandırma tablosuna göre incelenmiş ve numunelerin çoğunda yüzey durumunun 5B sınıfında olduğu değerlendirilmiştir. 5B sınıfı, test sonrası kaplamalarda bir dökülmenin olmadığı anlamına gelir. EPKS/KS ve EPKS/KNT hibrit nanopartikül katılan numunelerin yüzeyinde, yapılan test sonrasında az miktarda kalkma gözleendiği için oluşan iz 4B sınıfında değerlendirilmiştir. 4B sınıfı toplam alanın %5’inden daha az pullanma gözlenmesi durumunu ifade etmektedir. Epoksi matris içinde oluşabilen bölgesel heterojen dağılmalar, kaplamanın bazı bölgelerde zayıf yapışmaya neden olarak bu tip pullanmalara yol açabilmektedir.

Test sonuçları, tüm kaplama numunelerinde yapılan yüzey hazırlığının uygun olduğunu ve kaplamanın yüzeye yeterince tutunduğunu göstermiştir.

4.4. Konik Bükme Testi Sonuçları

Kaplama filminin, herhangi bir çatlama veya yırtılma göstermeden bükülebilme ve uzayabilme davranışının göstergesi olan elastikiyetini belirlemek amacıyla kaplanmış çelik plakalara konik bükme testi uygulanmıştır. Kaplanmış plaka, bir konik mandrel etrafında bükülerek kaplamanın esneklik sınırları zorlanmış ve kaplamada herhangi bir

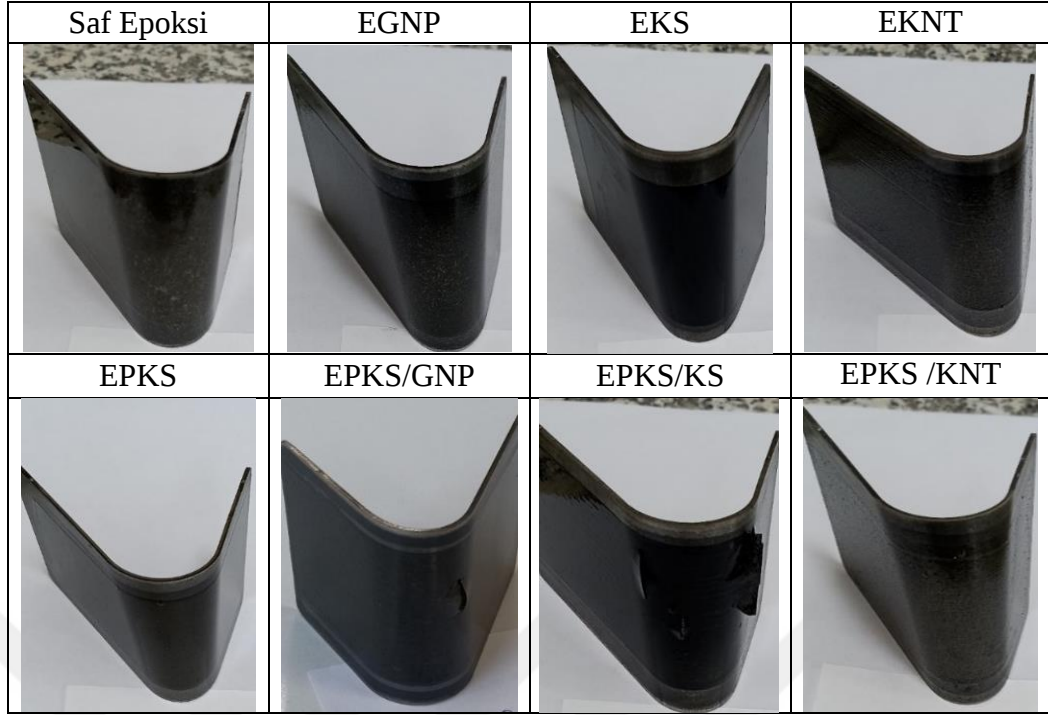
çatlama, kabarma veya soyulma olup olmadığı gözlemlenmiştir. Test yapılan kaplama numuneleri Şekil 4.6’da görülmektedir.

Nanopartiküllerin ayrı ayrı katıldığı kompozit kaplamaların uygulandığı test plakalarında yırtılma meydana gelmediği gözlenmiştir. Hibrit nanopartikül katılan kaplamalarda ise karbon nanotüp içeren kaplamada herhangi bir hasar oluşmazken grafen ve karbon siyahı içeren kaplamalarda kısmi hasarlar gözlenmiştir. Şekil 4.7’de görüldüğü gibi PKS/GNP katılan kaplamada bölgesel bir kabarma ve bu kabarmanın ortasında küçük bir yırtık meydana gelmiştir. PKS/KS katılan numunede ise bükülen kısımda iki farklı yırtılma ve yüzeyden ayrılma meydana gelmiştir. Bu numune, kafes çizgi testi sonucunda da diğer numunelere göre daha zayıf bağlanma göstermiş ve konik bükme testinde de aynı sebeplerden dolayı yüzeye tam tutunamadığı görülmüştür. Her iki teste ait değerlendirme sonuçları Çizelge 4.2’de verilmiştir.

Çizelge 4.2. Kaplamaların Fiziksel Özellikleri.

Numune	Kafes çizgi testi	Konik bükme testi
Saf Epoksi	5B	Kabarma ve yırtık oluşmadı
EGNP	5B	Kabarma ve yırtık oluşmadı
EKS	5B	Kabarma ve yırtık oluşmadı
EKNT	5B	Kabarma ve yırtık oluşmadı
EPKS	5B	Kabarma ve yırtık oluşmadı
EPKS/GNP	5B	Küçük kabarma ve yırtık oluştu
EPKS/KS	4B	Kabarma ve yırtık oluştu
EPKS/KNT	4B	Kabarma ve yırtık oluşmadı

Bazı hibrit nanopartikül takviyeli numunelerde gözlenen kabarma ve çatlama, partiküllerin boyut etkisinden, geometrik yapılarının farklılığından ve hibrit olarak eklenmelerinden kaynaklanabileceği düşünülmektedir. Bu faktörler, bükülme sırasında kaplamanın bazı bölgelerinde stresin yoğunlaşmasına, ardından da kabarma ve yırtılmaya yol açmıştır.



Şekil 4.6. Konik bükme testi uygulanan numuneler.



Şekil 4.7. Yırtılma ve kabarma olan numuneler.

4.5. Aşınma Testi Sonuçları

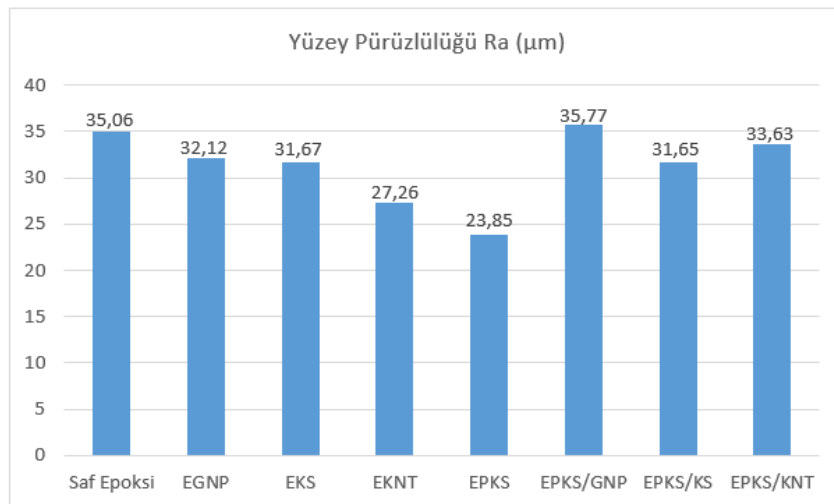
Kaplamaların tribolojik özelliklerini belirlemek amacıyla aşınma testi yapılmıştır. Test sonucunda elde edilen, sürtünme katsayısını gösteren grafikler Şekil 4.8 ve Şekil 4.9'da verilmiştir. Ayrıca elde edilen sonuçlar Çizelge 4.3'te sunulmuştur.

Çizelge 4.3. Aşınma testi sonuçları.

Numune	Yüzey Pürüzlülüğü Ra (μm)	Ortalama sürtünme katsayısı	Aşınma hızı (mm^3/Nm)* 10^{-3}
Saf Epoksi	35,06	0,632	1,815
EGNP	32,12	0,482	1,367
EKS	31,67	0,586	1,705
EKNT	27,26	0,611	1,155
EPKS	23,85	0,517	1,080
EPKS/GNP	35,77	0,619	1,596
EPKS/KS	31,65	0,313	1,273
EPKS/KNT	33,63	0,616	1,505

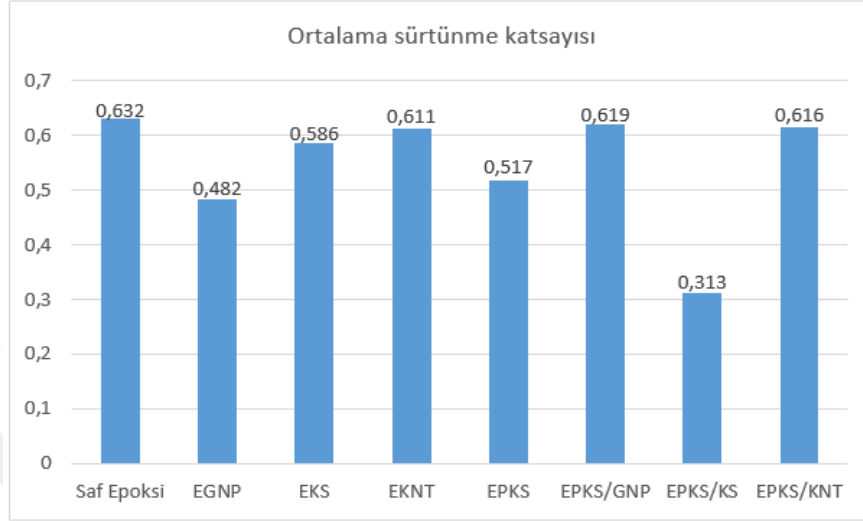
Yapılan bu test sonucunda elde edilen aşınma, yüzey pürüzlülüğü ve sürtünme katsayısı değerleri analiz edilerek değerlendirilmiştir. Elde edilen veriler, farklı partiküllerin ve hibrit kombinasyonlarının epoksi kaplamanın tribolojik performansı üzerindeki etkilerini ortaya koymuştur.

Aşınma testi uygulanan tüm numunelerin yüzey pürüzlülüğü değerleri saf epoksiye göre bir miktar azalmış ancak önemli bir değişiklik gözlenmemiştir. En düşük değer EPKS numunede elde edilirken, EPKS/GNP numune saf epoksiye en yakın pürüzlülük değerini vermiştir. Yüzey pürüzlülüklerindeki gözlenen bu sınırlı değişim, partiküllerin özelliklerinden, partikül dağılımından ve partikül miktarının çok fazla olmamasından kaynaklanmıştır.



Şekil 4.8. Numunelere ait yüzey pürüzlük değerleri.

Sonuçlar, tüm numunelerde sürtünme katsayısı ve aşınma hızı değerlerinin saf epoksiye göre azaldığını göstermiştir. Epoksi matrise katılan partiküllerin türü, matriste dağılımı, partikül matris etkileşimi ve yüzey pürüzlülüğü kompozit kaplamaların sürtünme ve aşınma özelliklerini etkilemiştir (Özsoy vd., 2017).

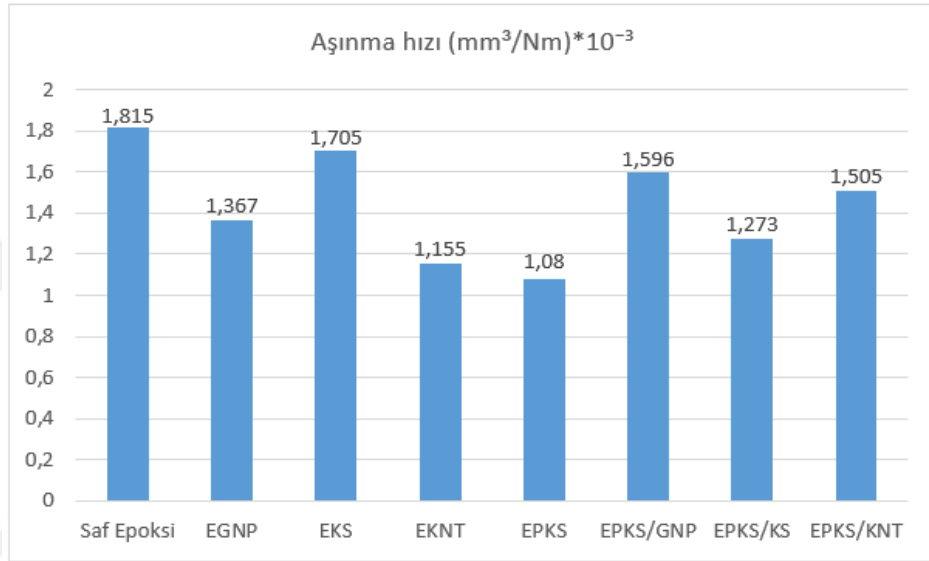


Şekil 4.9. Numunelere ait ortalama sürtünme katsayısı değerleri.

Saf epoksiye göre en düşük sürtünme katsayısı değerleri sırasıyla, EPKS/KS, EGNP ve EPKS numunelerde elde edilmiştir (Şekil 4.9). Aynı numunelerde aşınma hızının da daha düşük olduğu görülmektedir. Bu numunelerde saf epoksi kaplamaya göre aşınma hızı EPKS numunede % 40,5 oranında azalırken, EPKS/KS ve EGNP numunelerde aşınma hızındaki azalma sırasıyla % 30 ve % 25 oranlarında olmuştur. Bu sonuçlar üzerinde, pirolitik karbon siyahının yüksek kül içeriği etkili olmuştur (Karabörk, 2022). PKS partiküllerin yüzeyinde bulunan kül nedeniyle, test sırasında kullanılan aşındırıcı bilyenin yüzeyde kolaylıkla kayması aşınma hızını düşürmüştür. PKS'nin kül içerikli yapısı, partikül boyutu ve yüzey alanı, sürtünme sırasında düşük direnç göstermiş ve bu da sürtünme katsayısını düşürmüştür. PKS, hem yüzey pürüzlülüğünü azaltmada hem de aşınma hızını düşürmede etkili katkı maddesi olarak öne çıkmaktadır. Hibrit kaplama numunelerinde de PKS'nin bu özelliği, benzer sonuçlar elde edilmesine neden olmuştur.

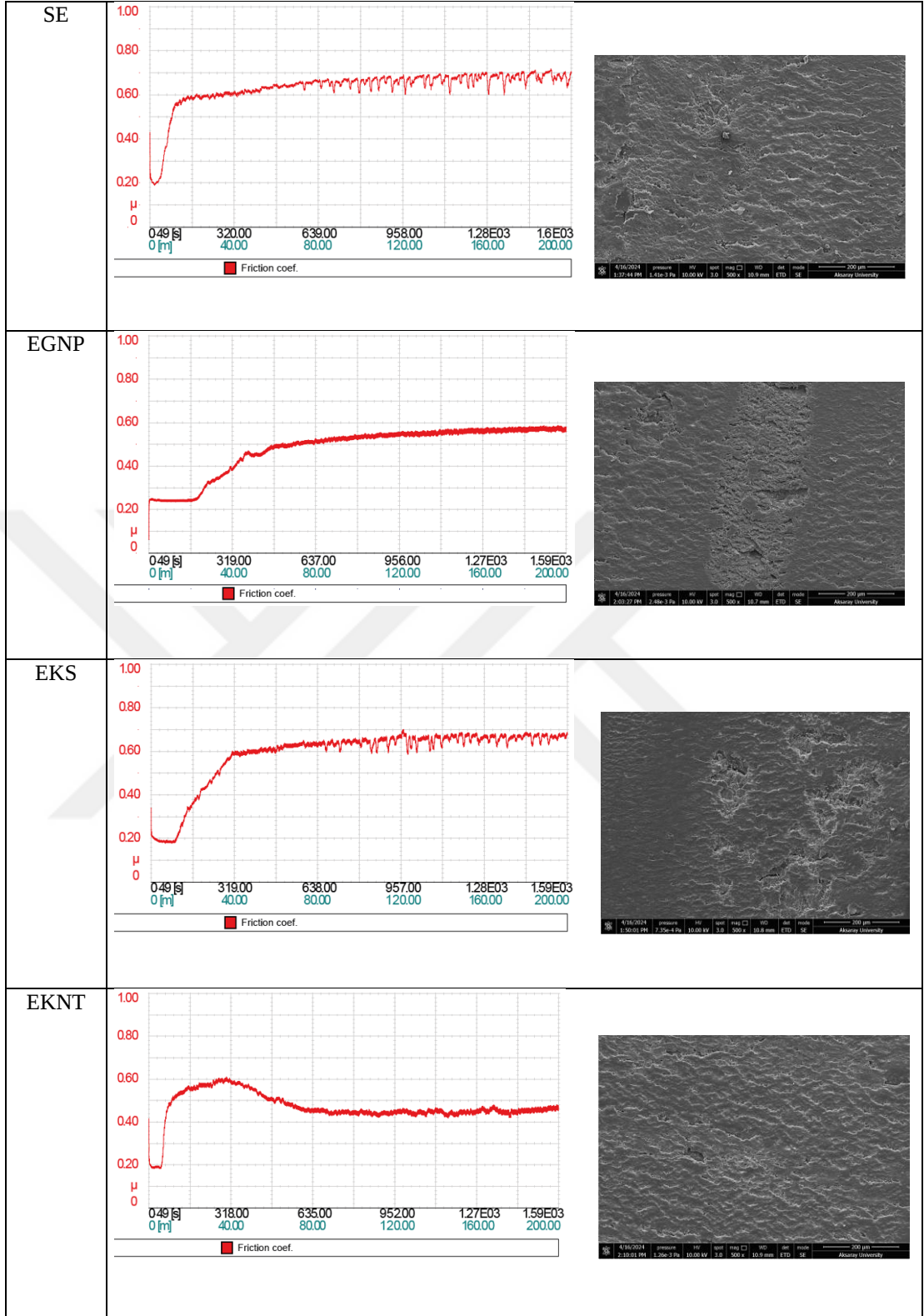
GNP katılan kaplama numunelerinde aşınma hızının düşük çıkmasının, grafen tabakalarının kolay hareketi ve bu sayede oluşan katı yağlayıcı özelliği sayesinde olduğu gözlenmiştir. GNP'nin yüksek mekanik dayanımı, epoksi matrisin aşınma

direncini artırmıştır. Şekil 4.11’de görülen aşınma yüzeylerine ait SEM görüntüleri de bu sonuçları desteklemektedir. Özellikle PKS partikül içeren kaplamanın SEM görüntüsünde yüzeydeki kayma etkisi açıkça görülmektedir (Şekil 4.12). GNP katılan kaplama numunesinin SEM görüntüsü de yüzeyden kopmanın az olduğu benzer bir davranış göstermektedir. Bunların yanında, saf epoksi ve karbon siyahı içeren numunelerde yüzeyden kopma şeklinde ayrılmalar olduğu SEM görüntülerinde görülmektedir. EKNT numunesinin aşınma hızı ve sürtünme katsayısı düşmüştür.

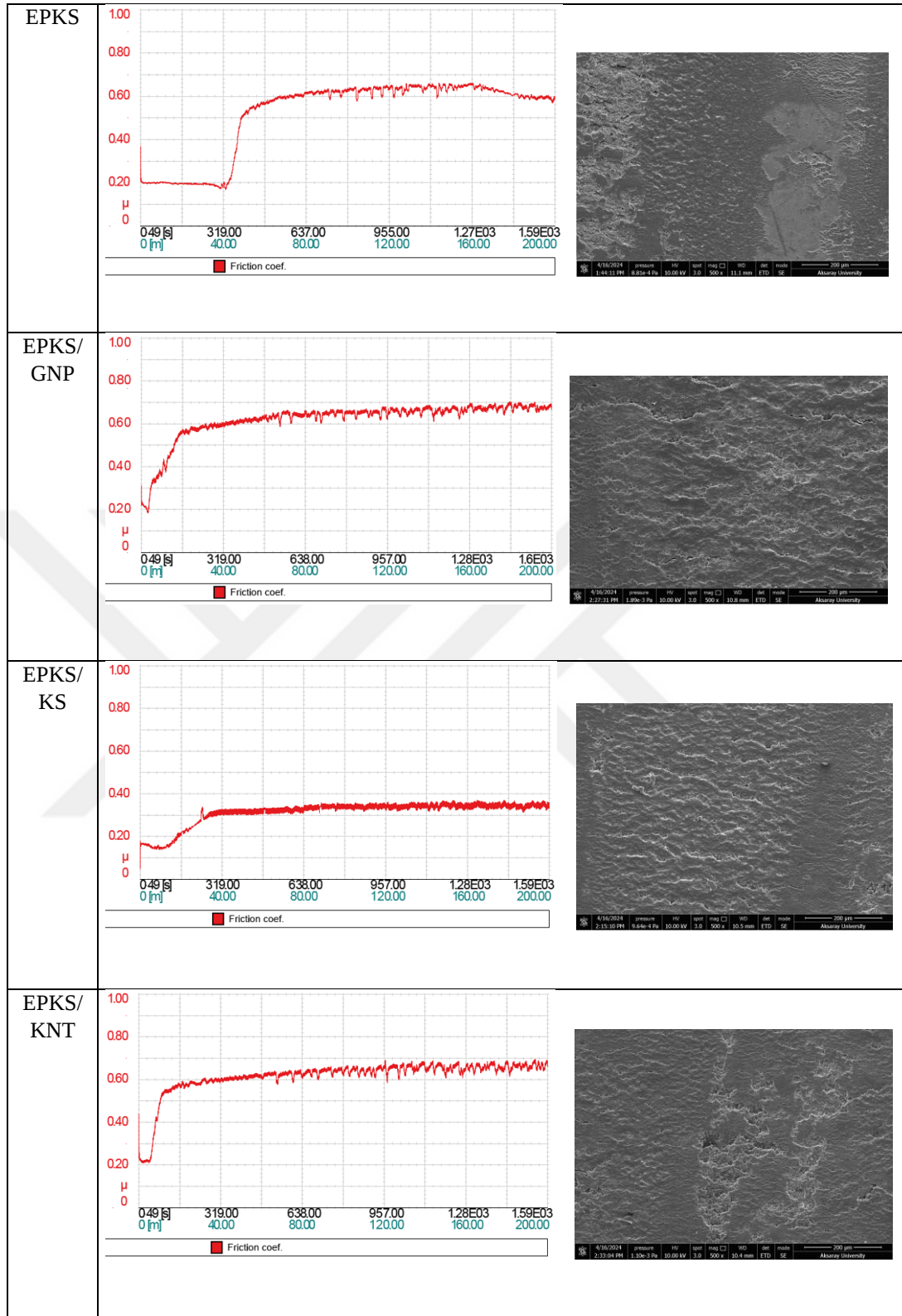


Şekil 4.10. Numunelere ait ortalama sürtünme katsayısı değerleri.

KNT’lerin çok duvarlı tüp yapısı, iç içe geçmiş katmanlar sayesinde daha fazla dayanıklılık ve esneklik sunmuştur. Bu geometrik avantajlar, KNT’lerin aşınma sırasında yüzeyde oluşan mikroçatlakları engellemesini sağlamış ve aşınma direncini artırmıştır. Aynı zamanda, bu yapısal özellikler yüzeydeki sertliğin artmasına ve nanosertlik değerlerinin yükselmesine neden olmuştur.



Şekil 4.11. Kaplama numunelerine ait sürtünme katsayısı grafikleri ve aşınma yüzeylerinin SEM görüntüleri.



Şekil 4.12. PKS ve hibrit partikül içeren kaplama numunelerine ait sürtünme katsayısı grafikleri ve aşınma yüzeylerinin SEM görüntüleri.

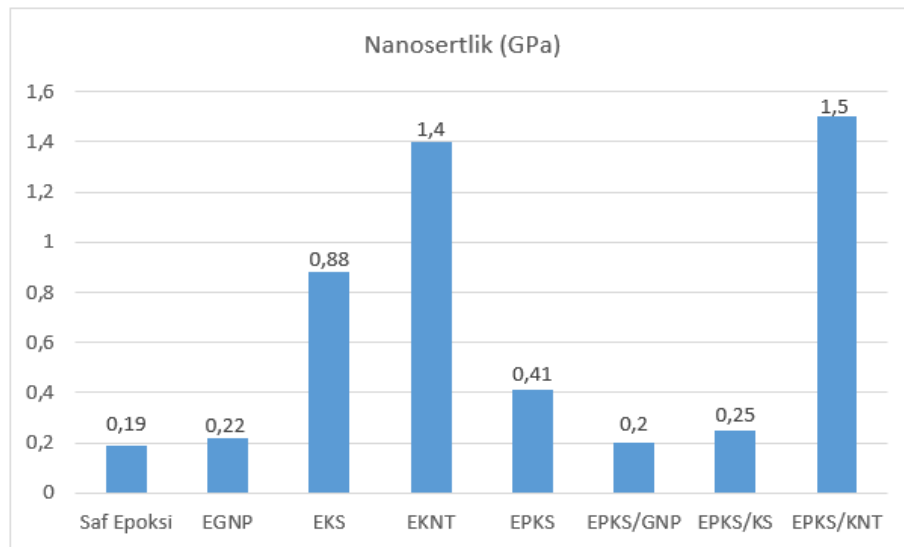
4.6. Nanosertlik Testi Sonuçları

Nanosertlik (nanoindentasyon) testinin amacı malzemelerin mekanik özelliklerini incelemektir. ODTÜ Merkez Laboratuvarı'nda, kaplamalara uygulanan nanosertlik testinin sonuçları Çizelge 4.4'te verilmiştir.

Çizelge 4.4. Kaplamaların sertlik ve modül değerleri.

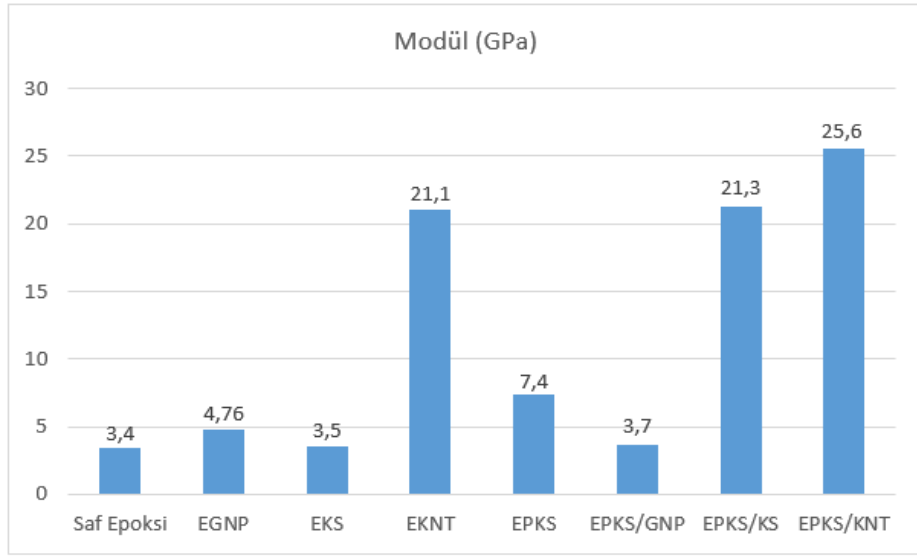
Numune kodu	Nanosertlik (GPa)	Modül (GPa)
Saf Epoksi	0,19	3,40
EGNP	0,22	4,76
EKS	0,88	3,50
EKNT	1,40	21,10
EPKS	0,41	7,40
EPKS/GNP	0,20	3,70
EPKS/KS	0,25	21,30
EPKS/KNT	1,50	25,60

Epoksi matrise eklenen tüm nanopartiküllerin kaplamanın sertlik ve elastisite modülü değerlerini arttırdığı görülmektedir (Şekil 4.13). Bu artışın nedenleri arasında, katılan partiküllerin sahip olduğu yüksek mekanik özellikler ve nanopartiküllerin dahil edilmesi ile güçlü partikül/matris etkileşiminin mekanik özellikleri olumlu etkilemesi sayılabilir (Zha vd., 2018; Martin-Gallego vd., 2011).



Şekil 4.13. Numunelere ait nanosertlik değerleri.

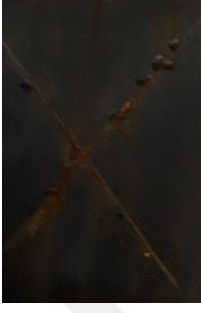
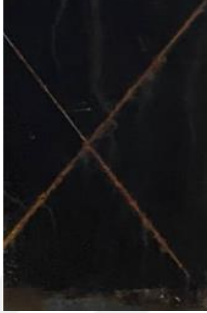
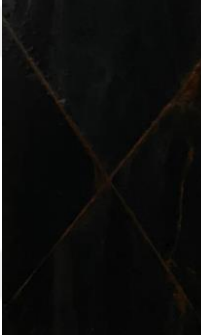
Elde edilen sonuçlarda özellikle karbon nanotüpün tek başına ve hibrit olarak katıldığı kompozit kaplamaların, diğer kaplamalara göre en yüksek sertlik ve modül değerlerine sahip olması dikkat çekmektedir. Modül değerlerine ait grafik Şekil 4.14'te verilmiştir. Tüp yapısı, yükün belirli bir noktada yoğunlaşmasını engellemiş ve bu yükün daha geniş bir alana yayılmasını sağlamış ve bu sayede yüzey aşınmasının azalmasına neden olmuştur. Aynı zamanda, sertlik ve dayanıklılığı artırarak nanosertlik değerlerinin yükselmesine katkıda bulunmuştur.



Şekil 4.14. Numunelere ait modül değerleri.

4.7. Tuz Testi Sonuçları

Kaplamaların korozyon direncini belirlemek amacıyla, kaplanmış test plakalarının tuz testi kabiniinde 7 ve 21 gün süreyle bekletilmesiyle yapılan tuz testi sonucunda, numune yüzeylerindeki değişim Şekil 4.15'te görülmektedir. Tuz testinden elde edilen sonuçlar, yüzeyde pas oluşumu ile karakterize edilen korozyon ilerlemesinin, kompozit kaplama uygulanan tüm numunelerde yavaşladığını göstermiştir. Yapılan tuz testinde, 7 gün sonunda; KS, PKS/KS, PKS/GNP nanopartikül içeren kaplamaların korozyon direncinin saf epoksi kaplamaya göre daha iyi olduğu gözlenmiştir. Bu durum, partiküllerin özellikle hibrit olarak polimer kaplama malzemesine dahil edilmesinin, korozif elektrolitlere karşı koruyucu bir bariyer oluşturarak metal yüzeye ulaşmalarını zorlaştırmasından kaynaklanmıştır.

	7.Gün	21.Gün		7.Gün	21.Gün
SE			EPKS		
EGNP			EPKS /GNP		
EKS			EPKS /KS		
EKNT			EPKS /KNT		

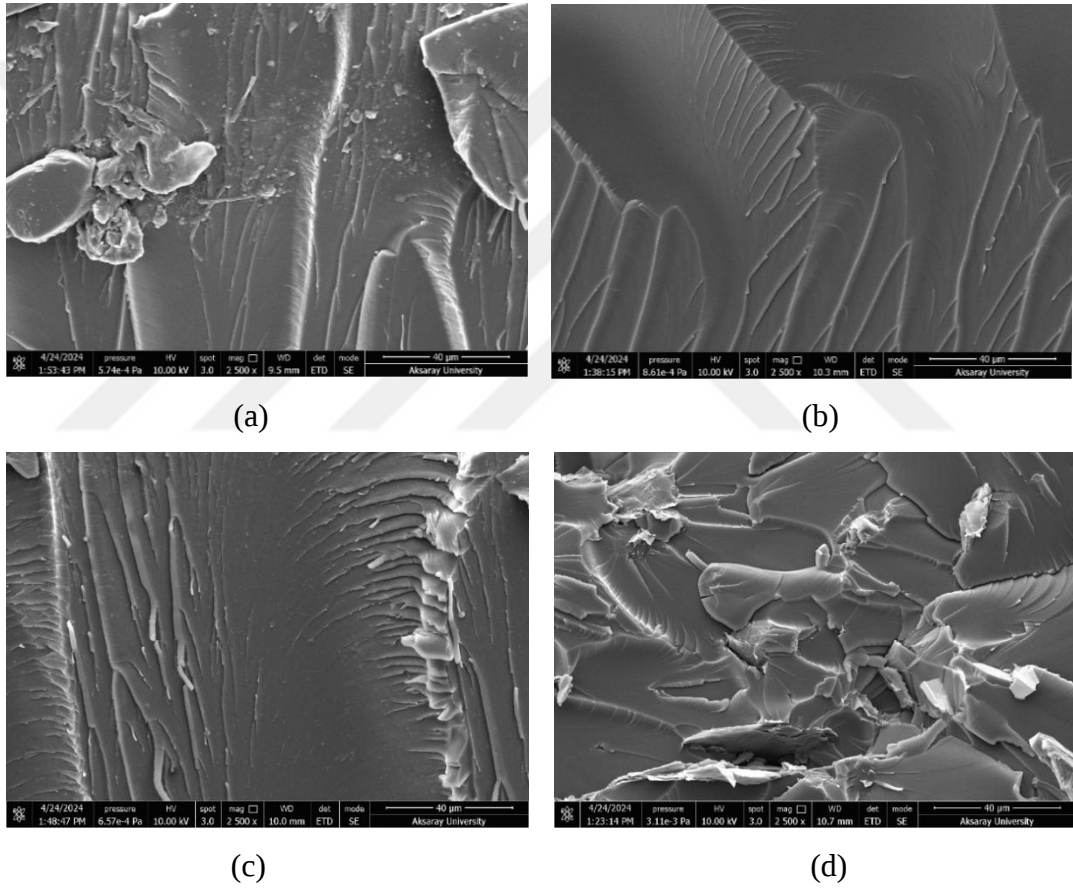
Şekil 4.15. Tuz testi uygulanmış numuneler.

21 gün sonunda ise EPKS/KS içeren kompozit kaplamaların, hem saf epoksi hem de diğer kaplamalara göre çok daha yüksek korozyon direnci gösterdiği gözlenmiş olup, bu durumun uzun vadede, bu partiküllerin koruyucu özelliklerinin daha belirgin hale geldiğini ve korozyonun ilerlemesini önemli ölçüde yavaşlattığını göstermiştir. EPKS/GNP hibrit nanopartikül içeren kaplamalar, 21 günlük test süresinin sonunda, EPKS/KS içeren kaplamaların ardından, korozyon direnci bakımından en iyi ikinci

performansı göstermiştir. Bu durum, grafenin plaka yapısının korozif elektrolitlerin metal altlığı ulaşma yollarını uzatmasından kaynaklanmaktadır (Shi vd., 2009). Ayrıca literatürde pirolitik karbon siyahının epoksi kaplamanın korozyon direncine olumlu etki yaptığını ortaya koyan çalışmalar bulunmaktadır, elde edilen sonuçlar bu çalışmalarla da uyumludur (Sun vd., 2017; Li vd., 2021).

4.8. SEM Analizi Sonuçları

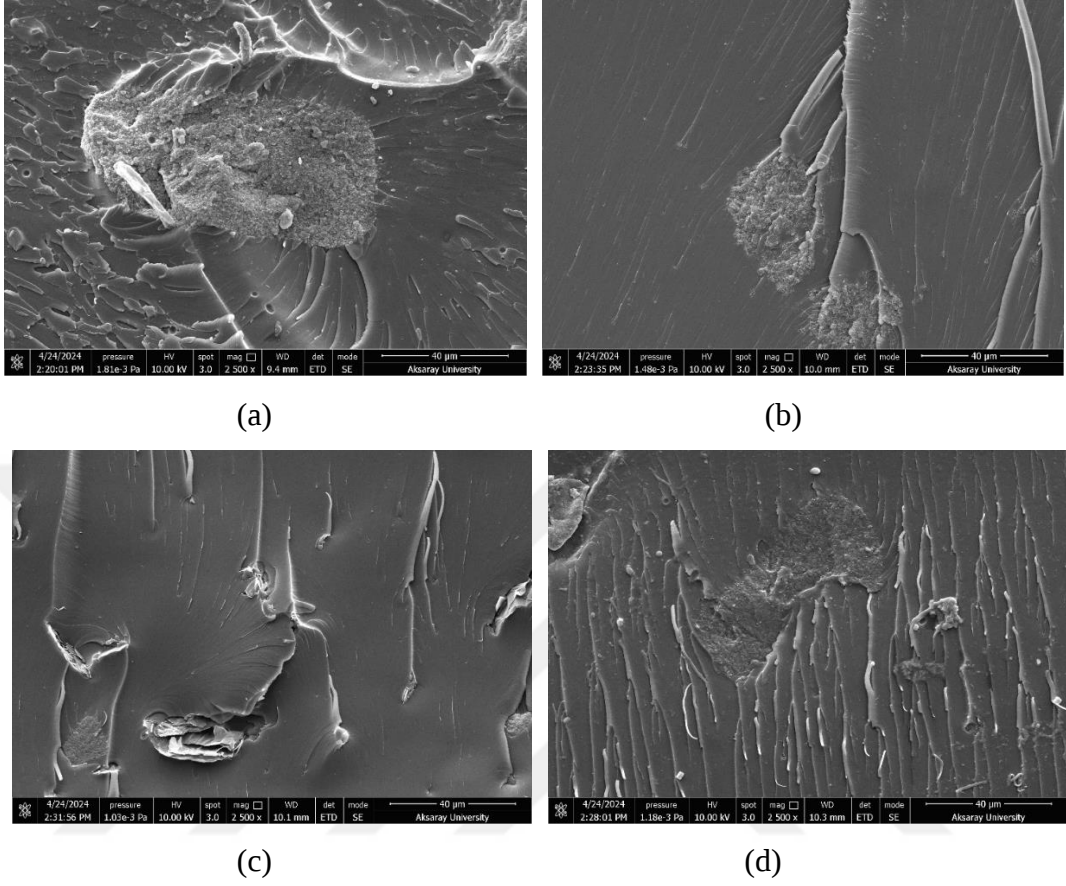
Şekil 4.16’da, kaplama yapmak üzere hazırlanan epoksi ve kompozit malzemelerin kırılma yüzeylerinin SEM görüntüleri verilmiştir.



Şekil 4.16. Ayrı ayrı katılan nanopartiküllerle güçlendirilen kompozit malzemelere ve saf epoksi malzemeye ait mikroyapı görüntüleri; a)Saf epoksi, b) EKNT, c) EKS ve d) EGNP kompozit numuneler.

Saf epoksi malzemenin gevrek bir kırılma yüzeyi gösterdiği ve parçalara ayrılarak kırılma davranışı sergilediği görülmektedir. EKNT ve EKS numunelerde, saf epoksiye benzer şekilde, gevrek ancak parçalanmamış daha düzgün bir kırılma görülmektedir.

EGNP numunede diğerlerinden farklı olarak, çatlak engelleme ve dallandırma gibi toklaştırma mekanizmalarının etkili olduğu görülmektedir.



Şekil 4.17. PKS ve PKS ile birlikte (hibrit) katılan nanopartiküllerle güçlendirilen kompozit malzemelere ait kırılma yüzeylerinin mikroyapı görüntüleri; a)EPKS b)EPKS/KNT, c)EPKS/GNP ve d)EPKS/KS.

PKS'nin tek başına ve PKS ile diğer nanopartiküllerin birlikte hibrit olarak katıldığı kompozit malzemelere ait kırılma yüzeylerinin mikroyapıları Şekil 4.17'de görülmektedir. EPKS numunede, pirolitik karbon siyahının diğer partiküllerden daha büyük olan tane boyutu nedeniyle partikül ve partikül-matris etkileşimi daha belirgin olarak görülmektedir. Bu numunede grafitin etkisine benzer bir çatlak yayılma davranışı görülmektedir. PKS'nin tek başına katıldığı kompozit malzemenin görüntüsü ile karşılaştırıldığında, hibrit kompozitlerde, katılan partiküllerin birlikte neden olduğu toklaştırma etkisi açıkça görülmektedir. Özellikle EPKS/GNP takviyeli kompozitte grafitin çatlak dallandırma, engelleme etkisi bariz bir şekilde görülmektedir.

5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

5.1 Sonuçlar

Bu tez çalışmasında epoksi matrise, karbon bazlı inorganik partiküller (GNP, KS, KNT ve PKS) ile PKS ve diğer partiküllerin hibrit karışımları katılarak elde edilen kompozit malzemeler, ST37 kalite siyah çelik sac üzerine kaplama olarak uygulanmıştır. Kaplamalara çeşitli test ve analizler uygulanarak, katılan partiküllerin epoksi kaplamanın mekanik, tribolojik ve korozyon özelliklerini nasıl etkilediği incelenmiştir. Yapılan deneysel çalışmalarla elde edilen sonuçlar aşağıda sıralanmıştır:

- Malzemelerin termal kararlılığını belirlemek amacıyla yapılan TGA testi sonucunda, kompozit malzemelere ait % 50 ağırlık kaybının olduğu sıcaklık değerlerinde epoksi matrise göre bir miktar artış gözlenmesine rağmen, değerlerin birbirine yakın olduğu görülmüştür. Bu artışa, katılan nanopartiküllerin fiziksel bariyer etkisi oluşturarak epoksi matrisin ayrışmasını geciktirmesi neden olmuştur. TGA analizi sonucunda kalan malzeme miktarında, PKS/KNT katılan numunede belirgin bir artış görülmüştür, bu durum, PKS'nin yüksek kül içeriği nedeniyle ısı transfer kalkanı oluşturarak ayrışmayı engellemesi ve KNT'nin tüp formunun birlikte etkisinin bir sonucudur.
- FTIR analizi sonucunda, kompozit kaplama malzemelerinden elde edilen spektrumlardaki piklerde küçük değişimler gözlenmiştir. Epoksi matrise göre bu değişimlerin en belirgin olanı PKS eklenen kompozit malzemede olmuştur. Bu durum, PKS'nin piroliz işlemiyle elde edilmesi ve bileşiminde bir miktar kül ve inorganik bileşenler bulundurmasından kaynaklanmıştır. Diğer taraftan, saf epoksiye göre yeni piklerin oluşmaması, kimyasal bir etkileşimden daha çok fiziksel bir etkileşim olduğunu göstermektedir.
- Kaplamaların çelik altlık yüzeyine yapışma davranışını incelemek için yapılan kafes çizgi testi sonuçları, kaplamaların yüzeye çok iyi yapıştığını göstermiş ve standartlara göre bu durum 5B sınıfında değerlendirilmiştir. Sadece, EPKS/KS ve EPKS/KNT hibrit nanopartikül katılan kaplamalar, yüzeyden az miktarda (%5'ten az) kalkma gözlemlendiği için 4B sınıfında değerlendirilmiştir.

- Epoksi matrise katılan nanopartiküllerin kaplamanın elastikiyetine etkisini incelemek için yapılan konik bükme testi sonucunda, EPKS/GNP katılan kaplamada bölgesel bir kabarma ve EPKS/KS katılan numunede bükülen bölgede bir çatlama olduğu gözlenmiştir. Gözlenen bu kabarma ve çatlama, partiküllerin boyut etkisi, geometrik yapılarının farklılığı ve hibrit olarak eklenmeleri neden olmuştur.
- Yapılan nanosertlik testi sonucunda, epoksi matrise eklenen tüm nanopartiküllerin kaplamanın sertlik ve elastisite modülü değerlerini arttırdığı görülmektedir. Bu artışa, katılan partiküllerin sahip olduğu yüksek mekanik özellikler ve nanopartiküllerin dahil edilmesi ile güçlü partikül/matris etkileşimi neden olmuştur.
- Saf epoksi ve kompozit kaplamaların tribolojik özelliklerini belirlemek amacıyla yapılan aşınma testi sonucunda, kaplamaların yüzey pürüzlülüğü değerlerinin birbirine yakın olduğu görülmüştür. Kompozit kaplamaların sürtünme katsayısı ve aşınma hızı değerleri saf epoksiye göre azalmıştır. Saf epoksiye göre en düşük sürtünme katsayısı değerleri sırasıyla, EPKS/KS, EGNP ve EPKS numunelerde elde edilmiştir. Aynı numunelerde aşınma hızının da daha düşük olduğu görülmüştür. Bu numunelerde saf epoksi kaplamaya göre aşınma hızı EPKS numunede % 40,5 oranında azalırken, EPKS/KS ve EGNP numunelerde aşınma hızı sırasıyla % 30 ve % 25 oranlarında azalmıştır. Bu sonuçlar üzerinde, pirolitik karbon siyahının yüksek kül içeriğinin etkili olduğu, GNP katılan kaplama numunelerinde de grafen tabakalarının kolay hareketi ve bu sayede oluşan katı yağlayıcı özelliği etkili olmuştur. Aşınma yüzeylerine ait SEM görüntüleri de bu sonuçları desteklemiştir.
- Kaplamaların korozyon direncini belirlemek amacıyla yapılan tuz testi sonuçları, korozyon ilerlemesinin, kompozit kaplama uygulanan tüm numunelerde saf epoksi kaplamaya göre yavaşladığını göstermiştir. 7 gün sonunda EKS, EPKS/KS, EPKS/GNP nanopartikül içeren kaplamaların, 21 gün sonunda ise EPKS/KS içeren kompozit kaplamaların hem saf epoksi hem de diğer kaplamalara göre çok daha yüksek korozyon direnci gösterdiği görülmüştür. Elde edilen sonuçlar, partiküllerin özellikle hibrit olarak kaplama malzemesine dahil edilmesinin, korozif elektrolitlere karşı koruyucu bir

bariyer oluşturarak metal yüzeye ulaşmalarını zorlaştırdığını, bu sayede kompozit kaplamaların korozyon direncinin arttığını göstermiştir.

- SEM analizi ile kaplama malzemelerinin kırılma yüzeylerinin mikroyapıları incelemiştir. Saf epoksi malzemenin gevrek bir kırılma yüzeyine, EKNT ve EKS nanopartikül içeren numunelerin de saf epoksiye benzer şekilde, gevrek ancak parçalanmamış daha düzgün bir kırılma yüzeyine sahip olduğu görülmüştür. EGNP partikül içeren kompozit numunenin kırılma yüzeyi, grafenin çatlak engelleme ve dallandırma gibi toklaştırma mekanizmalarının etkisini açıkça göstermiştir. PKS ve PKS ile birlikte hibrit nanopartiküllerle güçlendirilen kompozit numunelerin kırılma yüzeylerinde, grafenin etkisine benzer bir çatlak yayılma etkisi gözlenmiştir.
- PKS'nin polimerik kaplamaların özelliklerini geliştirmekte önemli bir performansa sahip olduğu, yapılan aşınma ve korozyon testlerinden elde edilen sonuçlarla görülmüştür. Bu nedenle, bir geri dönüşüm ürünü olan ve maliyeti diğer karbon esaslı partiküllere göre daha düşük olan bu partikülün, kaplama ve diğer alanlarda daha fazla değerlendirilmesi gerektiği ortaya koyulmuştur.
- Ayrıca GNP de kompozit kaplamalarda çok etkili bir nanopartikül olarak öne çıkmıştır. Gerek tek başına, gerekse PKS ile birlikte katılması durumunda kaplama özelliklerinde dikkat çeken iyileştirmeler sağlamıştır.
- Seçilen karbon esaslı partiküllerin farklı formlarda olmaları, elde edilen sonuçlar üzerinde belirleyici olmuştur. Özellikle GNP tabakalı yapısı, KNT ise tüp formu ve çok duvarlı yapısı sayesinde mekanik ve korozyon özelliklerin iyileşmesinde öne çıkmıştır.
- Hibrit kombinasyonların epoksi matrisin tribolojik özelliklerini iyileştirme potansiyeline sahip olduğu, doğru kombinasyon ve dağılım sağlandığında tribolojik özellikleri iyileştirebileceği anlaşılmıştır.
- Yapılan tüm test ve analizlerden elde edilen sonuçlar, katılan nanopartiküllerin saf epoksi kaplama malzemesinin özelliklerini iyileştirdiğini ortaya koymuştur.

5.2 Öneriler

Yapılan bu tez çalışması ile bu konuya benzer çalışmalar için verilen öneriler aşağıda sunulmuştur:

- Pirolitik karbon siyahı, farklı polimer matrislere farklı oranlarda katılarak yeni çalışmalar mutlaka yapılmalıdır.
- Bu çalışmada kullanılan partiküllerin türü, partikül boyutu ve miktarı değiştirilerek kaplamaların özellikleri incelenebilir.
- Kaplama kalınlığı değiştirilerek, daha ince kaplamalardan daha yüksek özellikler elde edilmesine yönelik kompozit kaplama çalışmaları yapılabilir.
- Uygulama alanları için, örneğin; otomotiv, denizcilik, inşaat veya elektronik endüstrilerindeki spesifik ihtiyaçlara yönelik olarak özelleştirilmiş kompozit kaplama malzemeleri konusunda çalışılabilir.
- Laboratuvar koşullarında elde edilen sonuç ve bulguların, gerçek endüstriyel ortamlarda nasıl davrandığını anlamak için saha testleri yapılabilir. Bu testler, kaplama malzemelerinin gerçek çalışma koşullarındaki performansını değerlendirerek ticari potansiyelini belirlemeye yardımcı olabilir.

Bu öneriler, mevcut çalışmanın sonuçlarını genişletmek ve ileriye dönük araştırmalara yeni yollar açmak için bir temel oluşturabilir. Her bir öneri, belirli bir araştırma hedefine yönelik olarak daha fazla detaylandırılarak ilerlenebilir.

KAYNAKLAR

- Avella M., Errico M.E., Martelli S. ve Martuscelli E., 2001. Preparation methodologies of polymer matrix nanocomposites, *Applied Organometallic Chemistry*, 15, 434-439.
- Aviles, M.D., Jimenez, A.E., Saurin, N., Carrion, F.J., Sanes, J. ve Bermudez, M.D., 2020. Tribological characterization of epoxy coatings modified with ionic liquids and graphene. *Tribol. Int.* 149, 105516.
- Bakshi, S. R., et al., 2010. "Carbon black reinforced epoxy composites." *Composites Science and Technology*.
- Barletta, M., Vesco, S., Puopolo, M. ve Tagliaferri, V., 2016. Graphene reinforced UV-curable epoxy resins: Design, manufacture and material performance, *Progress Organic Coatings*, 90, 414–424.
- Bensalah, W., Loukil, N., De-Petris Wery, M., ve Ayedi, H. F., 2014. Assessment of Automotive Coatings Used on Different Metallic Substrates, *International Journal of Corrosion*, Article ID 838054, 12 pages.
- Boumaza, M., Khan, R. ve Zahrani, S., 2016. An experimental investigation of the effects of nanoparticles on the mechanical properties of epoxy coating, *Thin Solid Films*, 620, 160–164.
- Chen B., Li X., Jia Y., Xu L., Liang H. ve Li X., 2018. Fabrication of ternary hybrid of carbon nanotubes/graphene oxide/MoS₂ and its enhancement on the tribological properties of epoxy composite coatings. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. 115:157–65.
- Chen, C., Qiu, S., Cui, M., Qin, S., Yan, G., Zhao, H., Wang, L. ve Xue, Q., 2017. Achieving high performance corrosion and wear resistant epoxy coatings via incorporation of noncovalent functionalized graphene, *Carbon*, 114, 356–366.
- Chen, G., Wu, D., Weng, W. ve Wu, C., 2018. Research progress of graphene/epoxy resin composites in friction and wear applications. *Polymer Composites*, 39(2), 375-392.
- Chen, J., Yang, J., Chen, B., Liu, S., Dong, J. ve Li, C., 2016. Large-scale synthesis of NbSe₂ nanosheets and their use as nanofillers for improving the tribological properties of epoxy coatings. *Surf. Coat. Technol.* 305, 23–28.
- Dhoke S. K., Rajgopalan N. ve Khanna A. S., 2013. Effect of nanoalumina on the electrochemical and mechanical properties of waterborne polyurethane composite coatings, *Journal of Nanoparticles*, 13, Article Id:527432.
- Dhoke S.K. ve Khanna A.S., 2009. Electrochemical behavior of nano-iron oxide modified alkyd based waterborne coatings, *Materials Chemistry and Physics*, 117, 550–556.

- Geim, A. K., 2009. Graphene: Status and Prospects, *Science*, 19, vol. 324, Issue 5934, pp. 1530-1534. DOI: 10.1126/science.1158877.
- Georgakilas, V., Perman, J. A., Tucek, J., and Zboril, R. (2015). Broad family of carbon nano allotropes: classification, chemistry, and applications of fullerenes, carbon dots, nanotubes, graphene, nano diamonds, and combined superstructures. *Chem. Rev.* 115, 4744–4822. doi: 10.1021/cr500304f.
- Ghanbari A., Attar M. M., 2015. A study on the anticorrosion performance of epoxy nanocomposite coatings containing epoxy-silane treated nano-silica on mild steel substrate. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 23, 145–153. <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2014.08.008>
- Haeri, S.Z., Ramezanzadeh, B. ve Asghari, M., 2017. A novel fabrication of a high performance SiO₂-graphene oxide (GO) nanohybrids: Characterization of thermal properties of epoxy nanocomposites filled with SiO₂–GO nanohybrids, *Journal of Colloid Interface Science*, 493, 111–122.
- Jen Y-M, Huang J-C, Zheng K-YJP., 2020. Synergistic effect of multi-walled carbon nanotubes and graphene nanoplatelets on the monotonic and fatigue properties of uncracked and cracked epoxy Composites. 12:1895. <https://doi.org/10.3390/polym12091895> PMID: 32842502
- Jena, G., and Philip, J., 2022. A review on recent advances in graphene oxide-based composite coatings for anticorrosion applications. *Progress in Organic Coatings*, 173, 107208.
- Jiang, T., Kuila, Y., Kim, N.H., Ku, B.C. ve Lee, J.H., 2013. Enhanced mechanical properties of silanized silica nanoparticle attached graphene oxide/epoxy composites, *Composites Science Technology*, 79, 115–125.
- Karabörk, F., 2022. Investigation of the mechanical, tribological and corrosive properties of epoxy composite coatings reinforced with recycled waste tire products, *Express Polymer Letters* Vol.16, No.11. 1114–1127.
- Kausar, A., 2018. Nanocomposite coatings of poly (3-Fluoro-p-anisidine)/modified polyethersulfone filled with graphene. *Journal of the Chinese Advanced Materials Society*, 6(4), 459-477.
- King, J. A., et al., 2013. "Mechanical properties of graphene nanoplatelet/epoxy composites." *Journal of Composite Materials*.
- Kotnarowska, D., Przerwa, M., ve Szumiata, T., 2014. Resistance to erosive wear of epoxy-polyurethane coating modified with nanofillers, *Journal of Materials Science Research*, 3, 2.
- Lee C, Wei X, Kysar JW, Hone J., 2008. Measurement of the elastic properties and intrinsic strength of monolayer graphene. *Science*;321:385–8.

- Lee, S. M., & Mall, S., 2004. "Effect of Thickness on Mechanical Properties of Epoxy." *Journal of Applied Polymer Science*.
- Li Z., Ravenni G., Bi H., Weinell C. E., Ulusoy B., Zhang Y. ve Dam-Johansen K., 2021. Effects of biochar nanoparticles on anticorrosive performance of zinc-rich epoxy coatings. *Progress in Organic Coatings*, 158, 106351. <https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.106351>
- Li, X., Wang, X., Zhang, S. ve Shen, C., 2017. Tribological properties of epoxy composites filled with graphene and nano-copper. *Tribology Letters*, 65(1), 29.
- Liu, J., Bhandavat, R., & Singh, G., 2014. Mechanical Properties of Epoxy/Graphene Nanoplatelet Composites. *Polymer Composites*, 35(3), 598-605.
- Liu, P., et al., 2014. "Synergistic Reinforcement of Epoxy Composites by Carbon Nanotubes and Pyrolytic Carbon." *Polymer*.
- Liu, P., Gong, K., Xiao, P., & Shi, K., 2012. Effect of Carbon Nanotubes on the Tribological Properties of Carbon Nanotube Reinforced Epoxy Composites. *Tribology International*, 55, 30-35.
- Liu, S., Gu, L., Zhao, H., Chen, J. ve Yu, H., 2016. Corrosion Resistance of Graphene-Reinforced Waterborne Epoxy Coatings, *Journal of Materials Science & Technology*, 32, 425–431.
- Ma, Y., Di, H., Yu, Z., Liang, L., Lv, L., Pan, Y., Zhang, Y. ve Yin, D., 2016. Fabrication of silica-decorated graphene oxide nanohybrids and the properties of composite epoxy coatings research, *Applied Surface Science*, 360, 936–945.
- Martin-Gallego M., Verdejo R. ve Khayet M., 2011. Thermal conductivity of carbon nanotubes and graphene in epoxy nanofluids and nanocomposites, *Nanoscale Research Letters* 6, 1, 610-614.
- Mortazavi B, Benzerara O, Meyer H, Bardon J, Ahzi S., 2013. Combined molecular dynamics-finite element multiscale modeling of thermal conduction in graphene epoxy nanocomposites. *Carbon*;60:356–65.
- Naganuma, T. ve Kagawa, Y., 2002. Effect of particle size on the optically transparent nano meter-order glass particle-dispersed epoxy matrix composites, *Composites Science and Technology*, 62, 1187.
- Ng CB, Schadler LS, Siegel RW., 1999. Synthesis and mechanical properties of TiO₂-epoxy nanocomposites. *Nanostructured Materials*. 12:507–10.
- Novoselov KS, Jiang D, Schedin F, Booth TJ, Khotkevich VV, Morozov SV, Geim AK, 2005. Two-dimensional atomic crystals, *PNAS*, 102 (30) 10451-10453; <https://doi.org/10.1073/pnas.0502848102>.

- Özsoy I., Mimaroglu A., Unal H., 2017. Influence of microand nanofiller contents on friction and wear behavior of epoxy composites. *Science Engineering Composite Materials*, 24, 485–494 (2017). <https://doi.org/10.1515/secm-2014-0262>
- Paksoy, A.K., 2008. Çelik yapıların, atmosferik korozyona karşı korunmasında epoksi bazlı boya ve kaplamaların kullanımı ve performansı, Doktora Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Parimalam M., Islam M. R., Yunus R. M., 2019. Effects of nano- and micro-sized inorganic fillers on the performance of epoxy hybrid nanocoatings. *Polymers and Polymer Composites*, 27, 82–91. <https://doi.org/10.1177/0967391118819097>
- Perera, D.Y., 2004. Effect of pigmentation on organic coating characteristics. Review. *Progress in Organic Coatings*, 50, 247–262.
- Pourhashem, S., Vaezi, M.R., Rashidi, A. ve Bagherzadeh, M.R., 2017. Exploring corrosion protection properties of solvent based epoxy-graphene oxide nanocomposite coatings on mild steel, *Corrosion Science*, 115, 78–92.
- Ramezanzadeh B., Attar M. M., 2011. Characterization of the fracture behavior and viscoelastic properties of epoxypolyamide coating reinforced with nanometer and micrometer sized ZnO particles. *Progress Organic Coatings*, 71, 242–249. <https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2011.03.004>
- Ramezanzadeh, B., Attar, M. M. ve Farzam, M., 2010. Corrosion performance of a hot-dip galvanized steel treated by different kinds of conversion coatings, *Surface & Coatings Technology* 205, 874–884.
- Richards, CAJ, et al., 2018. Evaluation of Multi-Layered Graphene Nano-Platelet Composite Coatings for Corrosion Control Part I—Contact Potentials and Gas Permeability. *Corros. Sci.*, 136 285–291.
- Ruiz-Hitzky E, Sobral MMC, Go'mez-Avile's A, Nunes C, Ruiz-Garc'ia C, Ferreira P, 2016. Clay-graphene nanoplatelets functional conducting composites. 26:7394–405.
- Shi, X., Nguyen, T.A., Suo, Z., Liu, Y. ve Avci, R., 2009. Effect of nanoparticles on the anticorrosion and mechanical properties of epoxy coating, *Surface & Coatings Technology*, 204, 237–245.
- Stankovich S, Dikin DA, Dommett GHB, Kohlhaas KM, Zimney EJ, Stach EA, 2006. Graphene-based composite materials. *Nature*;442:282–6.
- Sun T., Levin B. D. A., Guzman J. J. L., Enders A., Muller D. A., Angenent L. T., Lehmann J., 2017. Rapid electron transfer by the carbon matrix in natural pyrogenic carbon. *Nature Communications*, 8, 14873. <https://doi.org/10.1038/ncomms14873>.

- Şahmetlioğlu, E., 2000. Epoksi reçinelerinin üretimi bağlayıcı ve yapıştırıcı olarak kullanımının araştırılması, Yüksek Lisans Tezi, Niğde Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Niğde.
- Thostenson, E. T., et al., 2001. "Advances in the Science and Technology of Carbon Nanotubes and Their Composites." *Composites Science and Technology*.
- Tiwari, A., 2012. Nanomechanical Analysis of Hybrid Silicones and Hybrid Epoxy Coatings, *Advances in Chemical Engineering and Science-A Brief Review*, 2, 34-44.
- Wang N., Fu W., Zhang J., Li X. ve Fang Q., 2015. Corrosion performance of waterborne epoxy coatings containing polyethylenimine treated mesoporous-TiO₂ nanoparticles on mild steel. *Progress Organic Coatings*, 89, 114– 122. <https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2015.07.009>
- Wang X., Tang F., Qi X. ve Lin Z., 2019. Mechanical, electrochemical, and durability behavior of graphene nanoplatelet loaded epoxy-resin composite coatings. *Composites Part B: Engineering*, 176, 107103 (2019). <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2019.107103>
- Wang, S., et al., 2011. "Effect of Pyrolytic Carbon on the Properties of Epoxy Composites." *Materials Science and Engineering*.
- Wassink, J., 2007. No more scratching, *Delft Outlook*, 7, 4, 16-19.
- Wei, H. vd., 2013. Anticorrosive Conductive Polyurethane Multiwalled Carbon Nanotube Nanocomposites. *J. Mater. Chem. A*, 1 (36) 10805–10813.
- Wetzel, B., Hauptert, F. ve Zhang M.Q., 2003. Epoxy nanocomposites with high mechanical and tribological performance, *Composites Science and Technology*, 63, 2055-2067.
- Wu, Y. vd., 2018. Synthesis of Graphene/Epoxy Resin Composite via 1,8-Diaminooctane by Ultrasonication Approach for Corrosion Protection. *Ultrason. Sonochem.*, 42 464–470.
- Xie, X. L., Mai, Y. W., & Zhou, X. P., 2005. Dispersion and alignment of carbon nanotubes in polymer matrix: a review. *Materials Science and Engineering: R: Reports*, 49(4), 89-112.
- Yao, X. vd., 2018. Comparison of Carbon Nanotubes and Graphene Oxide Coated Carbon Fiber for Improving the Interfacial Properties of Carbon Fiber/Epoxy Composites. *Compos. B Eng.*, 132 170–177.
- Yazman Ş, Uyaner M, Karabörk F, Akdemir A., 2021. Nano takviye/matris etkileşiminin epoksi nanokompozitlerin kimyasal, termal ve mekanik özelliklerine etkileri. *Kompozit Malzemeler Dergisi.*;55(28):4257-4272. doi: 10.1177/00219983211037059

- Yu, J.; Zhao, W.; Wu, Y.; Wang, D.; Feng, R., 2018. Tribological properties of epoxy composite coatings reinforced with functionalized C-BN and H-BN nanofillers. *Appl. Surf. Sci.* 434, 1311–1320.
- Yu, Z., Di, H., Ma, Y., Lv, L., Pan, Y., Zhang, C. ve He, Y., 2015. Fabrication of graphene oxide–alumina hybrids to reinforce the anti-corrosion performance of composite epoxy coatings, *Applied Surface Science*, 351, 986–996.
- Yushan He, Xiaoqiang Fan, Yin Huang, Changbao Liu, Zhuang Zhao, Minhao Zhu, 2023. Experimental and theoretical evaluations on the parallel-aligned graphene oxide hybrid epoxy composite coating toward wear resistance, *Carbon*, Volume 217, 2024, 118629, ISSN, 0008-6223.
- Zaman, I., et al., 2012. "A Facile Approach to Vertically Aligned Carbon Nanotube Arrays Reinforced Polymer Composites." *Materials Chemistry and Physics*.
- Zhan, Y, vd., 2018. Epoxy Composites Coating with Fe₃O₄ Decorated Graphene Oxide: Modified Bio-Inspired Surface Chemistry, Synergistic Effect and Improved Anti-Corrosion Performance. *Appl. Surf. Sci.*, 436 756–767.
- Zhang, R., Yu, X., Yang, Q., Cui, G., and Li, Z., 2021. The role of graphene in anti-corrosion coatings: A review. *Construction and Building Materials*, 294, 123613.
- Zhang, Z., Zhang, W., Li, D., Sun, Y., Wang, Z., Hou, C., Chen, L., Cao, Y. ve Liu, Y., 2015. Mechanical and anticorrosive properties of graphene/epoxy resin composites coating prepared by in-situ method, *International Journal of Molecular Sciences*, 16, 2239-2251.
- Zhao X, Li Y, Chen W, Li S, Zhao Y, Du S., 2019. Improved fracture toughness of epoxy resin reinforced with polyamide 6/graphene oxide nanocomposites prepared via in situ polymerization. *Composites Science and Technology*. 171:180–9.
- Zhao, B., Bai, T., 2019. Improving the tribological performance of epoxy coatings by the synergistic effect between dehydrated ethylenediamine modified graphene and polytetrafluoroethylene. *Carbon N. Y.*, 144, 481–491.
- URL-1 <<https://www.daryatamin.com/en/surface-tolerant-coatings/>>, Erişim tarihi: 19.03.2024.
- URL-2 <<https://www.eboyam.com/blog/icerik/epoksi-recine-nedir/>>, Erişim tarihi: 19.03.2024.
- URL-3 <<https://tuball.com/articles/multi-walled-carbon-nanotubes>>, Erişim tarihi: 23.03.2024.
- URL-4 <<https://www.gardco.com/Products/Adhesion-Testers/Cross-Cut-Testers/Cross-Hatch-Paint-Adhesion-Test-Kit/c/p-56881>>, Erişim tarihi: 11.04.2024.

URL-5 <<https://tr.lisungroup.com/haber/teknolojik-Haberler/tuz-puskurtme-testi-nasil-calisir>> , Eriřim tarihi: 11.04.2024.



ÖZGEÇMİŞ

Adı ve Soyadı : Muhammed Mustafa ZAFER

EĞİTİM BİLGİLERİ (Kurum ve Yıl)

Lisans : Niğde Üniversitesi, Aksaray Mühendislik Fakültesi Makine Mühendisliği Bölümü, 2001-2006

Yüksek Lisans : Aksaray Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Mühendisliği Anabilim Dalı, 2022-2024

MESLEKİ DENEYİM VE ÖDÜLLERİ

1. Mysilo Tahıl Depolama Sistemleri (Aksaray)/ 2006 - 2007
2. Balküpu Şeker Fabrikası (Aksaray)/ 2008 - 2011
3. Mysilo Tahıl Depolama Sistemleri (Aksaray)/ 2011 – Halen devam etmektedir.

TEZDEN ÜRETİLEN YAYINLAR, SUNUMLAR VE PATENTLER

Zafer M. M., Karabörk, F., 2024. Karbon Esaslı Partiküllerin Epoksi Kaplamanın Özellikleri Üzerine Etkilerinin İncelenmesi. 5. Uluslararası Akdeniz Bilimsel Araştırmalar Kongresi, Ocak 13-14, 2024, Online Sözlü Sunum, Bildiriler kitabı: 1323-1330.