



**POLİETER ETER KETON (PEEK) ESASLI
POLİMER KOMPOZİTLERİN
HAZIRLANMASI VE ÖZELLİKLERİNİN
GELİŞTİRİLMESİ**

Doktora Tezi

Özge KURT PELEN

Eskişehir 2025

**POLİETER ETER KETON (PEEK) ESASLI POLİMER KOMPOZİTLERİN
HAZIRLANMASI VE ÖZELLİKLERİNİN GELİŞTİRİLMESİ**

Özge KURT PELEN

Doktora Tezi

Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı

Kimyasal Teknolojiler Bilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Hande ÇELEBİ

Eskişehir

Eskişehir Teknik Üniversitesi

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü

Şubat 2025

Bu tez çalışması BAP Komisyonu tarafından kabul 21DRP141, 22ADP313, 23ADP085, 24ADP233 no.lu projeler ve YÖK 100/2000 Doktora Bursu kapsamında desteklenmiştir.

JÜRİ VE ENSTİTÜ ONAYI

Özge KURT PELEN'in POLİETER ETER KETON (PEEK) ESASLI POLİMER KOMPOZİTLERİN HAZIRLANMASI VE ÖZELLİKLERİNİN GELİŞTİRİLMESİ başlıklı çalışması 13/02/2025 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından değerlendirilerek "Eskişehir Teknik Üniversitesi Lisansüstü Eğitim-Öğretim ve Sınav Yönetmeliği"nin ilgili maddeleri uyarınca, Kimya Mühendisliği Anabilim dalında Doktora Tezi olarak kabul edilmiştir.

Jüri Üyeleri

Unvan Adı Soyadı

İmza

Üye : Prof. Dr. Hande ÇELEBİ

Üye : Prof. Dr. Aydın DOĞAN

Üye : Prof. Dr. Halil Murat AYDIN

Üye : Prof. Dr. Mehmet KODAL

Üye : Prof. Dr. Elif AKBAY

Prof. Dr. Harun BÖCÜK

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Müdürü

DANIřMAN ONAYI

Daniřmanlıęını yrttęm doktora ęrencisi zge KURT PELEN, POLİETER ETER KETON (PEEK) ESASLI POLİMER KOMPOZİTLERİN HAZIRLANMASI VE ZELLİKLERİNİN GELİřTİRİLMESİ bařlıklı tez alıřmasını tamamlamıřtır. Hazırlamıř olduęu tez tarafımca incelenmiř ve ęrencinin tez savunma sınavına alınması bilimsel ve etik aıdan uygun grlmřtr.

Tez Daniřmanı

Prof. Dr. Hande ELEBİ

ÖZET

POLİETER ETER KETON (PEEK) ESASLI POLİMER KOMPOZİTLERİN HAZIRLANMASI VE ÖZELLİKLERİNİN GELİŞTİRİLMESİ

Özge KURT PELEN

Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı

Kimyasal Teknolojiler Bilim Dalı

Eskişehir Teknik Üniversitesi, Lisansüstü Eğitim Enstitüsü, Şubat 2025

Danışman: Prof. Dr. Hande ÇELEBİ

Bu çalışmada, havacılık uygulamalarında kullanılmak üzere karbon kumaş (CF) takviyeli polieter eter keton (PEEK) kompozitleri geliştirilmiştir. Karbon fiberlerin düşük yüzey enerjisi ve PEEK matris ile zayıf arayüz bağlantısı sebebiyle karbon kumaşlar nitrik asit, Meldrum asidi ve polieterimid-silika (PEI-SiO₂) nanofiberleri ile modifiye edilmiştir. PEEK filmleri ve modifiye edilmiş CF'ler öncelikle 3 katmanlı numuneler halinde üretilerek çekme testi sonuçları değerlendirilmiş ve CF modifikasyon işlemlerine elektroğirme yöntemiyle PEI-SiO₂ yüzey kaplaması ile devam edilmiştir. 13 katmanlı olarak sıcak preste baskılı kalıplama yöntemiyle hazırlanan kompozitlerin mekanik ve kimyasal özellikleri detaylı bir şekilde incelenmiştir. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile kompozitlerin morfolojisi, X-Işınları Fotoelektron Spektroskopisi (XPS) ve Fourier-Dönüşüm İnfrared Spektroskopisi (FTIR) ile kimyasal yapı analizi, dinamik mekanik analiz (DMA) ile mekanik özelliklerin sıcaklıkla değişimi incelenmiştir. Tabakalar arası kayma mukavemeti testi (ILSS) ile kompozitlerin katmanlar arası adhezyonunun CF modifikasyonları ile değişimi incelenmiştir. Çekme testi, 3 nokta eğme testi ve darbe dayanımı testiyle kompozitlerin mekanik özellikleri, Termogravimetrik Analiz (TGA) ile kompozitlerin termal kararlılığı ve Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC) ile kompozitlerin erime ve kristallenme davranışı incelenmiştir.

Silika katkılı PEI modifiyeli, elektroğirme ve baskılı kalıplama yöntemiyle üretilen PEEK-CF kompozitlerinin yüksek çekme dayanımı ve depolama modülüne, aynı zamanda yüksek darbe ve ILSS dayanımına ve kristallenme derecesine sahip olduğu görülmüştür.

Sonuçlar, modifiye edilmiş CF'lerle üretilen kompozitlerin iyileştirilmiş arayüz bağlanması sayesinde PEEK'in mekanik dayanıklılığını önemli ölçüde artırdığını ve termal kararlılığını koruduğunu göstermektedir. Bu çalışma, PEEK-CF kompozitlerin havacılık uygulamalarında potansiyel kullanımlarını genişletmek için önemli bir adım olarak değerlendirilmektedir.

Anahtar Sözcükler: PEEK, Karbon kumaş, XPS, Yüzey Enerjisi, Mekanik Özellikler.

ABSTRACT

PREPARATION OF POLYETHER ETHER KETONE (PEEK) BASED POLYMER COMPOSITES AND IMPROVING THEIR PROPERTIES

Özge KURT PELEN

Department of Chemical Engineering

Programme in Chemical Technologies

Eskişehir Technical University, Institute of Graduate Programs, February 2025

Supervisor: Prof. Dr. Hande ÇELEBİ

In this study, carbon fabric (CF)-reinforced polyether ether ketone (PEEK) composites were developed for use in aerospace applications. Due to the low surface energy of carbon fibers and their weak interfacial bonding with the PEEK matrix, the carbon fabrics were modified using nitric acid, Meldrum's acid, and polyetherimide-silica (PEI-SiO₂) nanofibers. Surface coating with PEI-SiO₂ nanofibers via electrospinning was subsequently applied to the CFs. The mechanical and chemical properties of the composites, produced with 13 layers via compression molding, were comprehensively examined. The morphology of the composites was investigated using Scanning Electron Microscopy (SEM), while their chemical structures were analyzed by X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS) and Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR). The temperature-dependent mechanical properties were measured using Dynamic Mechanical Analysis (DMA). The variation in interlaminar adhesion due to CF modifications was investigated through Interlaminar Shear Strength (ILSS) tests. Mechanical properties were further assessed through tensile, three-point bending, and impact tests. Thermal stability was examined using Thermogravimetric Analysis (TGA), and melting/crystallization behaviors were studied using Differential Scanning Calorimetry (DSC).

PEEK-CF composites reinforced with silica-modified PEI, produced via electrospinning and compression molding, exhibited high tensile strength and storage modulus, as well as superior impact resistance, interlaminar shear strength (ILSS), and degree of crystallinity.

The results indicate that the modified CFs significantly improve the interfacial bonding within the composite, thereby enhancing the mechanical strength of PEEK while maintaining its thermal stability. This study represents a significant step toward broadening the potential applications of PEEK-CF composites in the aerospace industry.

Keywords: PEEK, Carbon Fabric, XPS, Surface Energy, Mechanical Properties.

TEŞEKKÜR

Lisansüstü çalışmalarında her zaman destek olan danışman hocam Prof. Dr. Hande ÇELEBİ'ye tüm emekleri için teşekkür ederim.

Akademik ve laboratuvar desteklerini esirgemeyen Prof. Dr. Abdullah Tuğrul SEYHAN'a teşekkür ederim. Tez sürecime katkılarından dolayı jürim Prof. Dr. Aydın DOĞAN ve Prof. Dr. Halil Murat AYDIN'a teşekkür ederim.

Mekanik testlerde destek olan hocam Dr. Öğr. Üyesi Gül İpek SELİMOĞLU'na teşekkür ederim. Tezimin üretim kısmında büyük desteği olan Alper ÇELEBİ ve ekibine, numunelerimin üretimi ve kesiminde yardımcı olan Gürkan ERTUĞ ve Mübin AĞALAR'a teşekkür ederim. Karakterizasyon kısmında destek olan ve tüm laboratuvar sürecini bana öğreten İlhan KAHRAMAN'a teşekkür ederim. LOI testlerime destek olan Prof. Dr. Mustafa Erdem ÜREYEN, Doç. Dr. Fadime KARAER ÖZMEN ve Feyzullah GÜNDOĞAN'a teşekkür ederim. Temas açısı ölçümlerimde bana destek olan hocam Doç. Dr. Zerrin GÜNKAYA'ya ve Araş. Gör. Mahmut ÖZTÜRK'e teşekkür ederim.

Laboratuvar arkadaşlarım Beyza SARICAOĞLU, Elif BİNİCİ, Murat BALCI ve Minel SEVER'e, aynı laboratuvar da olmasak da birlikte çalıştığımız ve birlikte dinlendiğimiz Selin DURSUN, Özlem Başak ÖZKAN KOLCUBAŞI, Merve ŞENER, Büşra KURTUL AKDEMİR ve Hakan ERARSLAN'a teşekkür ederim. Birlikte çalıştığımız ve yayın yaptığımız lisans öğrencilerimiz Aslı SEZEN ve Hilal ÇINAR'a teşekkür ederim.

En sevdiğim kuzenim Zeynep YILMAZ'a, beni cesaretlendiren ve destek olan sevgili arkadaşım ve canım yeğenimin annesi Sinem ŞAYLAN'a teşekkür ederim.

Destekleri için annem Nejla KURT ve babam Eyup KURT'a, doktora sürecinde tanışıp evlendiğimiz, bana her zaman destek olan sevgili eşim Mustafa PELEN'e teşekkür ederim.

Beni hiç yalnız bırakmayan canımız kedilerimize çok teşekkür ederim.

Son olarak bu zorlu ve öğretici süreçte kararlılığım ve sabrım için kendime çok teşekkür ederim.

Özge KURT PELEN

ETİK İLKE VE KURALLARA UYGUNLUK BEYANNAMESİ

Bu tezin bana ait, özgün bir çalışma olduğunu; çalışmamın hazırlık, veri toplama, analiz ve bilgilerin sunumu olmak üzere tüm aşamalarında bilimsel etik ve kurallara uygun davrandığımı; bu çalışma kapsamında elde edilen tüm veri ve bilgiler için kaynak gösterdiğimi ve bu kaynaklara kaynakçada yer verdiğimi; bu çalışmanın Eskişehir Teknik Üniversitesi tarafından kullanılan “bilimsel intihal tespit programı”yla tarandığını ve hiçbir şekilde “intihal içermediğini” beyan ederim. Herhangi bir zamanda, çalışmamla ilgili yaptığım bu beyana aykırı bir durumun saptanması durumunda, ortaya çıkacak tüm ahlaki ve hukuki sonuçları kabul ettiğimi bildiririm.

Özge KURT PELEN

İÇİNDEKİLER

Sayfa

BAŞLIK SAYFASI	I
JÜRİ VE ENSTİTÜ ONAYI.....	II
DANIŞMAN ONAYI	III
ÖZET	IV
ABSTRACT.....	V
TEŞEKKÜR	VI
ETİK İLKE VE KURALLARA UYGUNLUK BEYANNAMESİ.....	VII
İÇİNDEKİLER	VIII
TABLolar DİZİNİ	XII
ŞEKİLLER DİZİNİ	XIII
GÖRSELLER DİZİNİ	XV
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ.....	XVII
1. GİRİŞ	1
2. PEEK.....	3
2.1. PEEK Sentezi.....	4
2.1.1. Elektrofiliik yer deęiřtirme reaksiyonu	4
2.1.2. Nükleofiliik yer deęiřtirme reaksiyonu	5
2.1.3. Çözünür amorf ön-polimerden hacimli ikame maddesinin çıkartılması ile sentez	5
2.2. PEEK Modifikasyonu	6
2.2.1. Polimerizasyon Öncesi PEEK Modifikasyonu.....	7
2.2.2. Polimerizasyon Sonrası PEEK Modifikasyonu	8
2.3. PEEK Uygulama Alanları.....	12
2.3.1. Havacılık Uygulamaları.....	13
3. KARBON FİBER.....	15
3.1. Tarihçe	15

3.2. Karbon Fiberin Kimyasal Yapısı ve Özellikleri.....	15
4. KARBON FİBER KATKILI KOMPOZİTLER (CFRP)	20
4.1. CFRP'nin Genel Özellikleri	20
4.2. CFRP Üretimi.....	20
4.3. CFRP Uygulama Alanları	24
4.4. Havacılıkta PEEK-CF Kompozitleri ve Ticarileşme	25
5. LİTERATÜR ÇALIŞMALARI.....	27
6. KARBON KUMAŞ VE POLİMERİN KARAKTERİZASYONUNDA KULLANILAN YÖNTEMLER	34
6.1. SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu)	34
6.2. Raman spektroskopisi.....	34
6.3. XPS (X-Işınları Fotoelektron Spektroskopisi).....	34
6.4. Yüzey Enerjisi Ölçümü.....	35
6.5. Yoğunluk Ölçümü	36
6.6. FTIR	36
6.7. Çekme Testi	36
6.8. Darbe Dayanımı Testi.....	37
6.9. ILSS	37
6.10. 3 Nokta Eğme Testi.....	38
6.11. LOI (Limit Oksijen İndeksi)	38
6.12. DMA (Dinamik Mekanik Analiz)	38
6.13. TGA (Termogravimetrik analiz)	39
6.14. DSC (Diferansiyel Taramalı Kalorimetri).....	39
7. DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....	41
7.1. Kullanılan Malzemeler	41
7.2. Karbon Kumaşın Modifiyesi.....	42
7.2.1. Karbon kumaşın yüzey modifikasyonu	42
7.2.2. Karbon kumaşın PEI ile modifiyesi.....	43
7.3. Karbon Kumaşın Karakterizasyonu	45
7.3.1. SEM Analizi	45
7.3.2. Raman Spektroskopisi	45

7.3.3. XPS (X-Işınları Fotoelektron Spektroskopisi).....	46
7.3.4. Yüzey Enerjisi Ölçümü	46
7.3.5. TGA	47
7.4. PEEK-CF Kompozit Üretimi.....	47
7.5. PEEK-CF Kompozit Karakterizasyonu	50
7.5.1. Yoğunluk Ölçümü	50
7.5.2. FTIR	51
7.5.3. SEM	51
7.5.4. Çekme Testi.....	51
7.5.5. Darbe Dayanımı Testi	52
7.5.6. ILSS	53
7.5.7. 3 Nokta Eğme Testi	54
7.5.8. LOI.....	55
7.5.9. DMA	56
7.5.10. TGA	57
7.5.11. DSC	57
8. BULGULAR.....	58
8.1. CF'nin Karakterizasyonu.....	58
8.1.1. SEM	58
8.1.2. Raman spektroskopisi.....	64
8.1.3. XPS	65
8.1.4. Yüzey Enerjisi Ölçümü	71
8.1.5. TGA	72
8.2. PEEK/CF Kompozit Karakterizasyonu.....	74
8.2.1. Kompozitlerin Yoğunluk Ölçümü	74
8.2.2. Kompozitlerin FTIR Analizi	75
8.2.3. Kompozitlerin SEM Analizi	76
8.2.4. Kompozitlerin Çekme Testi Sonuçları	81
8.2.5. Kompozitlerin Darbe Dayanımı Testi	87
8.2.6. ILSS	88
8.2.7. 3 Nokta Eğme Testi	89
8.2.8. LOI.....	91

8.2.9. DMA	92
8.2.10. TGA	99
8.2.11. DSC	100
9. SONUÇ VE TARTIŞMA	103
KAYNAKÇA.....	105
EKLER	
ÖZGEÇMİŞ	



TABLÖLER DİZİNİ

Sayfa

Tablo 2.1. PEEK özellikleri	4
Tablo 3.1. Karbon fiberlerin mekanik özelliklerinin çelik malzemelerle karşılaştırılması	18
Tablo 7.1. Deneysel çalışmada kullanılan malzemelerin özellikleri.....	41
Tablo 7.2. Karbon kumaşın modifikasyonu için yapılan işlemler ve parametreler	42
Tablo 7.3. Sıvıların yüzey enerjileri.....	47
Tablo 7.4. Kompozit kalınlıkları	49
Tablo 8.1. Karbon ve oksijen miktarları	64
Tablo 8.2. Raman spektroskopisi	65
Tablo 8.3. Nitrik asit ve Meldrum asidiyle modifiye edilen CF kimyasal içerikleri C1s sonuçları.....	68
Tablo 8.4. PEI modifiye öncesi ve sonrası CF kimyasal içerikleri C1s sonuçları	71
Tablo 8.5. Nitrik asit ve Meldrum asidiyle modifiye edilen CF'lerin yüzey enerjisi ölçümleri	72
Tablo 8.6. PEI ve silika ile modifiye edilen CF'lerin yüzey enerjisi ölçümleri.....	72
Tablo 8.7. PEEK ve 13 katmanlı kompozitlerin TGA verileri	100
Tablo 8.8. PEEK ve kompozitlerin DSC verileri	102

ŞEKİLLER DİZİNİ

	<u>Sayfa</u>
Şekil 1.1. Fiber-matris arayüzeyi.....	2
Şekil 2.1. Polieter eter ketonun kimyasal yapısı.....	3
Şekil 2.2. TFMSA'da PEEK'in sentezi	4
Şekil 2.3. Polar çözücünde PEEK sentezi	5
Şekil 2.4. Nükleofilik yer değiştirme yöntemi ile ortak PEEK sentezi	5
Şekil 2.5. İkame t-butil hidrolizi ile PEEK sentezi.....	6
Şekil 2.6. PEEK-COOH yoluyla PEEK-SO ₂ sentezi.....	7
Şekil 2.7. PEEK-PR sentezi.....	8
Şekil 2.8. F-PEEK sentezi	8
Şekil 2.9. S-PEEK	9
Şekil 2.10. Lazerle mikroyapı ve plazma işlemiyle nanoyapı oluşumunun şematik gösterimi	10
Şekil 2.11. Havacılıkta PEEK.....	14
Şekil 2.12. Havacılıkta PEEK-2	14
Şekil 3.1. Grafit kristallerinin yapısı ve kristal yönleri	16
Şekil 3.2. Karbon fiberin insan saçıyla karşılaştırılması	16
Şekil 3.3. PAN karbon fiberlerinin mikro yapısı.....	17
Şekil 3.4. Poliakrilonitrilin (PAN) kimyasal yapısı.....	18
Şekil 3.5. PAN'dan karbon fiber üretim aşamaları	18
Şekil 3.6. İki yönlü kumaşlar.....	19
Şekil 4.1. Hand lay-up prosesi.....	21
Şekil 4.2. Püskürtme prosesi.....	21
Şekil 4.3. Reçine transfer kalıplama işlemi	22
Şekil 4.4. Vakum infüzyon prosesi.....	22
Şekil 4.5. Enjeksiyon kalıplama prosesi	23
Şekil 4.6. Elektroegirme prosesi.....	24
Şekil 4.7. Karbon fiberden yapılmış Volkswagen x11 modelin dış gövde parçaları	25
Şekil 4.8. PEEK pazar araştırması (a,b) bileşik yıllık büyüme oranı, c) bölgelere göre talep, d) ürüne göre talep.....	26
Şekil 5.1. a) Ni kaplamalı CLF ve b) MWCNT / Ni @ CLF / PEEK kompozit hazırlama sürecinin şematik gösterimi	27
Şekil 5.2. Kaynak yoluyla birleştirilmiş PEEK	28
Şekil 5.3. Karbon kumaşın PEI ile kaplanması	29

Şekil 5.4. Karbon kumaşın PEKK ile kaplanması.....	30
Şekil 5.5. Karbon kumaşın plazma modifikasyonu.....	30
Şekil 5.6. PEEK/CF kompozit üretimi	31
Şekil 5.7. PEEK/CF/nanosilika üretimi.....	31
Şekil 5.8. CF modifiyesi.....	32
Şekil 6.1. Temas açısı.....	35
Şekil 7.1. 3, 5, 13 ve 17 katmanlı PEEK-CF kompozitleri.....	49
Şekil 8.1. SEM görüntüleri a) CF (X), b) CF, c) CF-W, d) CF-M (3)- A, e) CF-N, f) CF-N-M (3) (15 kX)	59
Şekil 8.2. SEM görüntüleri a) CF-PEI (60 s), b) CF-PEI (120 s), c) CF-PEI-1SiO ₂ , d) CF-PEI-2SiO ₂ (5 kX)	62
Şekil 8.3. CF ve CF-N numunelerinin Raman spektroskopisi	65
Şekil 8.4. CF'nin ve nitrik asit ve Meldrum asidiyle etkileşimi.....	66
Şekil 8.5. XPS C1s spektumu a) CF, b) CF-N, c) CF-M (3)-A, d) Tüm numuneler.....	66
Şekil 8.6. XPS C1s spektumu a) CF, b) CF-PEI, c) CF-PEI-2SiO ₂ , d) Tüm numuneler.....	69
Şekil 8.7. CF'lerin TGA termogramları	73
Şekil 8.8. PEI ve silika modifikasyonlu CF'lerin TGA termogramları.....	74
Şekil 8.9. 13 katmanlı kompozitlerin yoğunluk değerleri	74
Şekil 8.10. PEI, SiO ₂ ve PEI- SiO ₂ numunelerinin FTIR spektrumu.....	75
Şekil 8.11. PEEK ve kompozitlerin FTIR spektrumu	76
Şekil 8.12. PEEK-CF-PEI-SiO ₂ arasında beklenen etkileşimler.....	76
Şekil 8.13. Kompozitlerin SEM görüntüleri (3 kX)	77
Şekil 8.14. 3 katmanlı kompozitlerin çekme dayanımları	82
Şekil 8.15. 3 katmanlı kompozitlerin Young modülleri	82
Şekil 8.16. Farklı yöntemlerle üretilen 3 katmanlı kompozitlerin çekme dayanımları	83
Şekil 8.17. Farklı yöntemlerle üretilen 3 katmanlı kompozitlerin Young modülleri	84
Şekil 8.18. Kompozitlerin katman sayısına göre çekme dayanımları	85
Şekil 8.19. Kompozitlerin katman sayısına göre Young modülleri	85
Şekil 8.20. 13 katmanlı kompozitlerin çekme dayanımları	86
Şekil 8.21. 13 katmanlı kompozitlerin Young modülleri	86
Şekil 8.22. 13 katmanlı kompozitlerin gerinim-gerilim eğrileri.....	87
Şekil 8.23. 13 katmanlı kompozitlerin darbe dayanımları.....	88
Şekil 8.24. 13 katmanlı kompozitlerin ILSS değerleri	89
Şekil 8.25. 13 katmanlı kompozitlerin ILSS eğrileri.....	89

Şekil 8.26. 13 katmanlı kompozitlerin 3 nokta eğme değerleri.....	90
Şekil 8.27. 13 katmanlı kompozitlerin 3 nokta eğme eğrileri.....	90
Şekil 8.28. 13 katmanlı kompozitlerin LOI değerleri ve test sonrası numunelerin görüntüsü.....	91
Şekil 8.29. 13 katmanlı kompozitlerin depolama modülü eğrileri (1 Hz).....	93
Şekil 8.30. 13 katmanlı kompozitlerin kayıp modülü eğrileri (1 Hz).....	94
Şekil 8.31. 13 katmanlı kompozitlerin tan delta eğrileri (1 Hz).....	94
Şekil 8.32. 13 katmanlı kompozitlerin depolama modülü eğrileri (10 Hz).....	95
Şekil 8.33. 13 katmanlı kompozitlerin kayıp modülü eğrileri (10 Hz).....	95
Şekil 8.34. 13 katmanlı kompozitlerin tan delta eğrileri (10 Hz).....	96
Şekil 8.35. 13 katmanlı kompozitlerin depolama modülü eğrileri (50 Hz).....	96
Şekil 8.36. 13 katmanlı kompozitlerin kayıp modülü eğrileri (50 Hz).....	97
Şekil 8.37. 13 katmanlı kompozitlerin tan delta eğrileri (50 Hz).....	97
Şekil 8.38. 13 katmanlı kompozitlerin depolama modülü eğrileri (100 Hz).....	98
Şekil 8.39. 13 katmanlı kompozitlerin kayıp modülü eğrileri (100 Hz).....	98
Şekil 8.40. 13 katmanlı kompozitlerin tan delta eğrileri (100 Hz).....	99
Şekil 8.41. 13 katmanlı kompozitlerin TGA termogramları	99
Şekil 8.42. 13 katmanlı kompozitlerin DTA termogramları	100
Şekil 8.43. Kompozitlerin DSC ikinci ısıtma eğrisi	101
Şekil 8.44. Kompozitlerin DSC soğutma eğrisi	101

GÖRSELLER DİZİNİ

Sayfa

Görsel 7.1. CF modifikasyonunda kullanılan deney düzenekleri a) CF, b) CF-W, c) CF-M (3)-A, d) CF-N	43
Görsel 7.2. Ekstrüder ve film çekme aparatı.....	44
Görsel 7.3. Elektroegirme cihazı.....	45
Görsel 7.4. Raman spektroskopisi cihazı	46
Görsel 7.5. TGA cihazı ve numunenin pana yerleştirilmesi	47
Görsel 7.6. PEEK	48
Görsel 7.7. Sıcak pres ve üretilen PEEK filmi.....	48
Görsel 7.8. 3 ve 13 katmanlı PEEK-CF kompozitleri.....	49
Görsel 7.9. CNC freze	50
Görsel 7.10. Analitik terazi	50
Görsel 7.11. FTIR cihazı.....	51
Görsel 7.12. Çekme testi numuneleri ve çekme testi cihazı.....	52
Görsel 7.13. Darbe dayanımı numuneleri ve cihazı.....	53
Görsel 7.14. ILSS numuneleri ve test düzeneği	54
Görsel 7.15. 3 nokta eğme testi.....	54
Görsel 7.16. LOI testi.....	55
Görsel 7.17. DMA cihazı, cihaz içinde numunenin kantilevera yerleştirilmesi	56
Görsel 7.18. DSC cihazı ve numunelerin hücreye yerleştirilmesi	57

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

PEEK	: Polieter eter keton
CF	: Karbon kumaş
PEI	: Polieter imid
PEKK	: Polieter keton keton
γ^s	: Yüzey enerjisi
γ_p^s	: Polar bileşen
γ_d^s	: Dispersif bileşeni
θ	: Temas açısı
ρ	: Yoğunluk
CFRP	: Karbon fiber katkılı kompozit
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
EDX	: Enerji Dağılımlı X-ışını Spektroskopisi
XPS	: X-Işınları Fotoelektron Spektroskopisi
FTIR	: Fourier Transform Infrared Spectroscopy
ILSS	: Tabakalar Arası Kayma Mukavemeti
LOI	: Limit Oksijen İndeksi
DMA	: Dinamik Mekanik Analiz
TGA	: Termogravimetrik analiz
DSC	: Diferansiyel Taramalı Kalorimetri

1. GİRİŞ

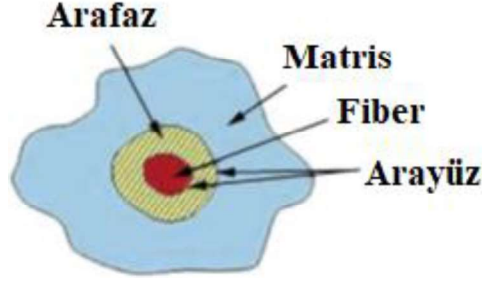
Günümüzde kompozit malzemeler mükemmel performansları nedeni ile geniş mühendislik uygulama olanaklarına sahiptir ve büyük ilgi görmektedir. Gelişmiş kompozit malzemeler esas olarak fiber takviyeli kompozit malzemeler, katmanlı kompozit malzemeler ve diğer kompozit malzemeler olarak sınıflandırılabilir [1].

Hava araçlarının tasarımında en önemli hususlardan biri de hava kirliliğinde önemli rol oynayan ağırlık azaltılması yoluna gidilmesidir. Hava kirliliğinin azaltılması ile olası yapısal hasarın yönetilmesi ve malzemenin bakım maliyetleriyle bağlantılı ekonomik hususlar arasında uygun bir denge sağlanmalıdır [2].

Polimer kompozit malzemeler, hafif olmaları sebebiyle kuyruk, kanat ve gövde gibi havacılık yapılarında, yüksek performanslı ürün olarak kullanılmaktadır. Termoset ve termoplastik matrisler artan uygulama ve kullanımlarıyla birlikte alüminyum ve titanyum alaşımlarının yerini almaktadır [3, 4].

Polimer matrisli kompozitler için karbon fiber takviyeleri 1960'larda ticari üretim için kullanılmaya başlanmıştır. Özellikle makine mühendisliği, havacılık, otomotiv endüstrilerinde geniş bir kullanım alanı olan karbon fiber, yüksek mukavemet, sertlik, performans-ağırlık oranı, yüksek termal kararlılık, iletkenlik, kendinden yağlama ve korozyon direnci gibi mükemmel özelliklerinden dolayı kompozit malzeme kullanımında tercih edilmektedir. En önemlisi, karbon fiber kullanımı, yüksek mukavemet/ağırlık oranı nedeniyle ekipman veya araçların ağırlığını düşürmeye yardımcı olmaktadır [5]. Ancak, karbon fiberin düşük yüzey enerjisi nedeniyle, zayıf bir arayüz (Şekil 1.1) oluşmakta ve kompozitlerin mekanik performansı üzerinde olumsuz etkiler göstermektedir. Bu sebeple araştırmalar, fiber/matris arayüzündeki fizikokimyasal etkileşimi araştırmaya ve anlamaya odaklanmıştır. Güçlü arayüz etkileşimi için, kompozit üretimi sırasında karbon fiber ile matris arasında yeterli düzeyde van der Waals ve hidrojen bağları gereklidir. Ayrıca fiber/matris ara yüzey yapışma enerjisi, matrisin kohezyon enerjisinden daha yüksek olmalıdır. Karbon fiber yapısındaki modifikasyonlar, yüksek performanslı polimer kompozitlerin mekanik özelliklerini iyileştirmede büyük bir fark yaratmaktadır [6]. Karbon fiber modifikasyon işlemleri kimyasal modifikasyon (asit veya elektrokimyasal), plazma, nano parçacık, karbon nanotüp veya farklı bir polimer ile kaplama olarak özetlenebilir [7]. Asidik modifikasyon, fiber-matris kenetlenmesini gerçekleştirmek için fiber yüzeyini aşındıran ve/veya delikler oluşturan bir yöntemdir.

Elektrokimyasal yüzey modifikasyonu, elektron transferiyle fiber yüzeyini işlevselleştirir, karbon fiberin yüzey enerjisini ve pürüzlülüğünü iyileştirir. Plazma ile yüzey modifikasyonu, fonksiyonel gruplar ekleyerek fiber yüzey tabakasını fizikokimyasal olarak değiştirir [5].



Şekil 1.1. Fiber-matris arayüzeyi [8]

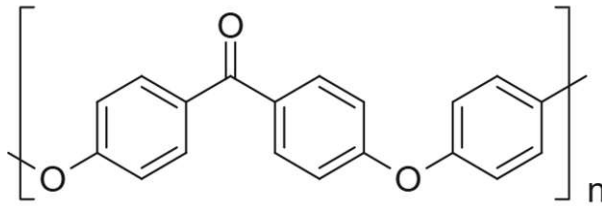
Polieter eter keton (PEEK), kristal yapılu termoplastik olup, yüksek sıcaklıklara ve kimyasallara dayanıklı bir mühendislik polimeridir. PEEK, basamaklı polimerizasyon yöntemi ile sentezlenebilen bir tür homopolimerdir. Ayrıca, fiziksel ve kimyasal performansı; kimyasal bileşim, moleküler zincirler ve kristal yapılarla belirlenebilir. Düzenli moleküler dizilimi ve kimyasal yapısı bu polimeri kimyasal ve radyasyon hasarına karşı oldukça dirençli hale getirir. Biyouyumluluk özelliği ve toksik olmaması, biyomedikal ve havacılık uygulamalarında metal veya seramik eşdeğerlerinin yerini alması için geniş bir potansiyel kullanım sağlar. Ek olarak, PEEK, üstün aşınma direnci, mükemmel işlenebilirlik, inert olması, korozyon direnci gibi pek çok olağanüstü özelliğe sahiptir [9, 10].

Bu çalışmada kullanılacak polieter eter keton (PEEK)-karbon kumaş (CF) kompozitlerinde inert PEEK zincirleri ve CF'nin düşük yüzey enerjisi nedeniyle, zayıf bir arayüz, kompozitlerin mekanik performansı üzerinde olumsuz etkiler göstermektedir. Bu sebeple CF yüzeyi nitrik asit, Meldrum asidi ve polieterimid-silika (PEI-SiO₂) nanofiberleri ile modifiye edilmiştir. Modifiye öncesi ve sonrası kimyasal, mekanik ve termal özellikleri incelenmiştir.

2. PEEK

PEEK, $(-C_6H_4-OC_6H_4-O-C_6H_4-CO-)_n$ yarı kristalin yapıda, lineer polisiklik aromatik [11], çapraz bağlama veya koruyucu ajanlar gerektirmeden 300°C'nin üzerinde yüksek sıcaklık kararlılığına ve yüksek Young modülüne sahip bir polimerdir. Poli (eter keton) (PEK), poli (eter keton keton) (PEKK), poli (eter eter keton keton) (PEEKK) vb. gibi birçok varyantı olan poli (aril eter keton) (PAEK) grubuna aittir [12]. Yüksek sıcaklıklara karşı gösterdiği mukavemet kristal yapısından kaynaklanmaktadır. Yandığında diğer termoplastik plastiklere kıyasla daha az miktarda gaz üretir. Beta, gama ve X ışınlarına maruz kaldığında iyi bir dirence; UV radyasyonuna maruz kaldığında ise orta derece bir dirence sahiptir. Difenil keton gruplarının varlığı yüksek termal kararlılığın nedenidir, bu da polimere yüksek oksidasyon direnci ve mukavemet özellikleri kazandırır. Esneklik özelliği, eter molekülleri arasındaki bağlar aracılığıyla sağlanır ve bu da polimere termal kararlılık kazandıran özelliklerinden bir tanesidir. Eriyik olarak işlenebilirliği de yine eter molekülleri arasındaki bağlar ile sağlanır ve bu nedenle polimer eldesinde enjeksiyon kalıplama, sıkıştırma kalıplama ve ekstrüzyon gibi üretim yöntemlerini benimsemek mümkündür [13]. Ayrıca hidrolize karşı dayanıklıdır, toksik değildir ve biyouyumludur [11]. Dahası PEEK, aminasyon, sülfonasyon ve nitrasyon ile işlevselleşebilir. PEEK ilk olarak 1978'de Imperial Chemical Industries tarafından mühendislik uygulamaları için patentlenmiş ve daha sonra endüstriyel üretim uygulamaları için ticarileştirilmiştir. 1998 yılında Invibio Ltd. (İngiltere) tarafından biyomedikal alanda kullanılmıştır. Gösterdiği mükemmel performans, PEEK malzemesini biyomedikal, makine, enerji depolama ve havacılık alanlarında geniş çapta uygulanabilir kılar. Ayrıca, PEEK bazlı kompozitler, PEEK matrisi ve dolgu maddelerinin sinerjik etkisi nedeniyle araştırmacıların büyük ilgisini çekmektedir [10].

Şekil 2.1'de kimyasal yapısı verilen PEEK polimerinin özellikleri Tablo 2.1'de verilmektedir [14].



Şekil 2.1. Polieter eter ketonun kimyasal yapısı [12]

Tablo 2.1. PEEK özellikleri [14]

Özgül ağırlık	1,26-1,32 g/cm ³
Erime sıcaklığı	334-343°C
Camsı geçiş sıcaklığı	143-145°C
Young modülü	3,6 GPa
Kopma mukavemeti	90-100 MPa
Kopmada uzaması	%50
Nem geri kazanımı	%0,1
Dielektrik kuvveti	190 kV/cm
Özdirenç	5*10 ¹⁶ ohm.cm
Isı sığası	134 kJ/kg°C
Isıl iletkenliği	0,25 W/m°C
Isıl genleşme katsayısı	72-85*10 ⁻⁶ (°C) ⁻¹

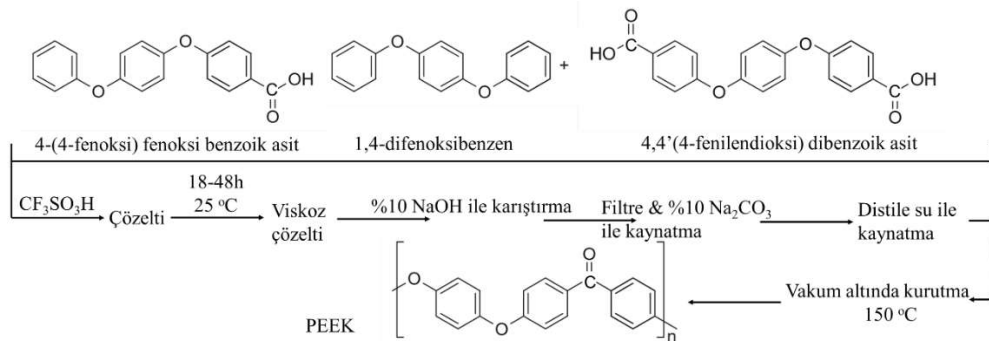
2.1. PEEK Sentezi

Polieter eter keton başlıca aşağıdaki yöntemlerle sentezlenir:

1. Elektrofilik yer değiştirme reaksiyonu (Friedel-Crafts asilasyonu)
2. Nükleofilik yer değiştirme reaksiyonu
3. Çözünür amorf ön-polimerden hacimli ikame maddesinin çıkarılmasıyla sentez [9].

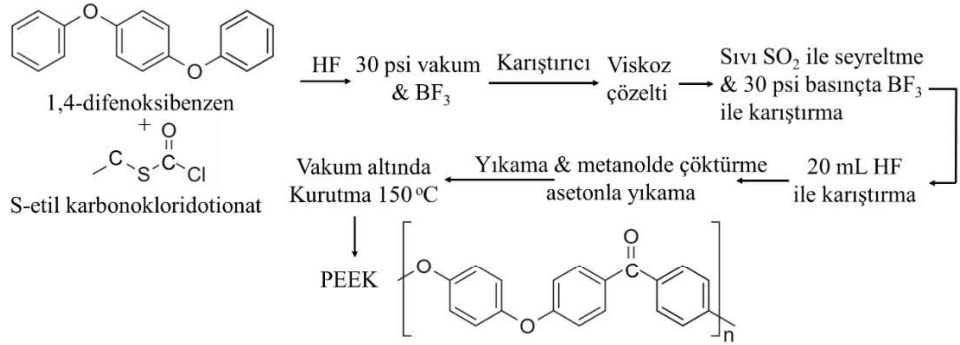
2.1.1. Elektrofilik yer değiştirme reaksiyonu

Saf PEEK sentezi ilk olarak Colquhoun ve arkadaşlarının Friedel-Crafts asilasyonu olarak da adlandırılan elektrofilik yer değiştirme reaksiyonu yoluyla gerçekleştirilmiştir. 4- (4-fenoksi) fenoksi benzoik asidi, TFMSA çözücüsünde, uç kapama ajanı olarak 1,4-di (4-karboksil) fenoksi benzen veya 1,4-difenoksibenzen varlığında çözdürülmüştür (Şekil 2.2) [10, 15].



Şekil 2.2. TFMSA'da PEEK'in sentezi [10]

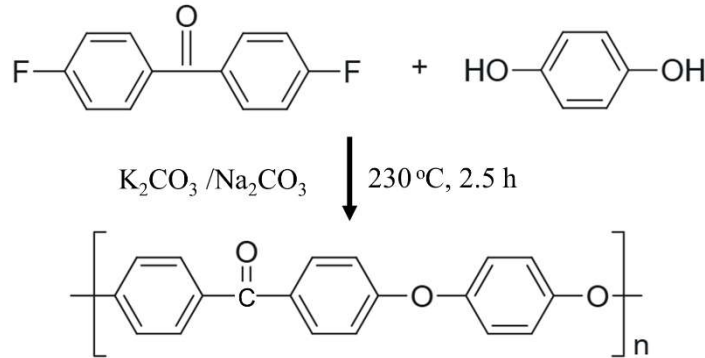
Saf PEEK, polar çözücünde çözündürülmüş iki işlevli aromatik bir bileşik kullanılarak sentezlenmiş ve daha sonra tiyokarbonik aside türetilmiştir (Şekil 2.3) [9, 10].



Şekil 2.3. Polar çözücünde PEEK sentezi [10]

2.1.2. Nükleofilik yer değiştirme reaksiyonu

Günümüzde PEEK nükleofilik yer değiştirme yöntemi ile sentezlenmektedir. Reaksiyona monomer olarak 4,4'-difluorobenzofenon ve hidrokinon girmektedir. Difenil sülfon çözücü görevi görmekte ve alkali metal karbonat katalizör sistemi olarak kullanılmaktadır (Şekil 2.4) [9, 10].

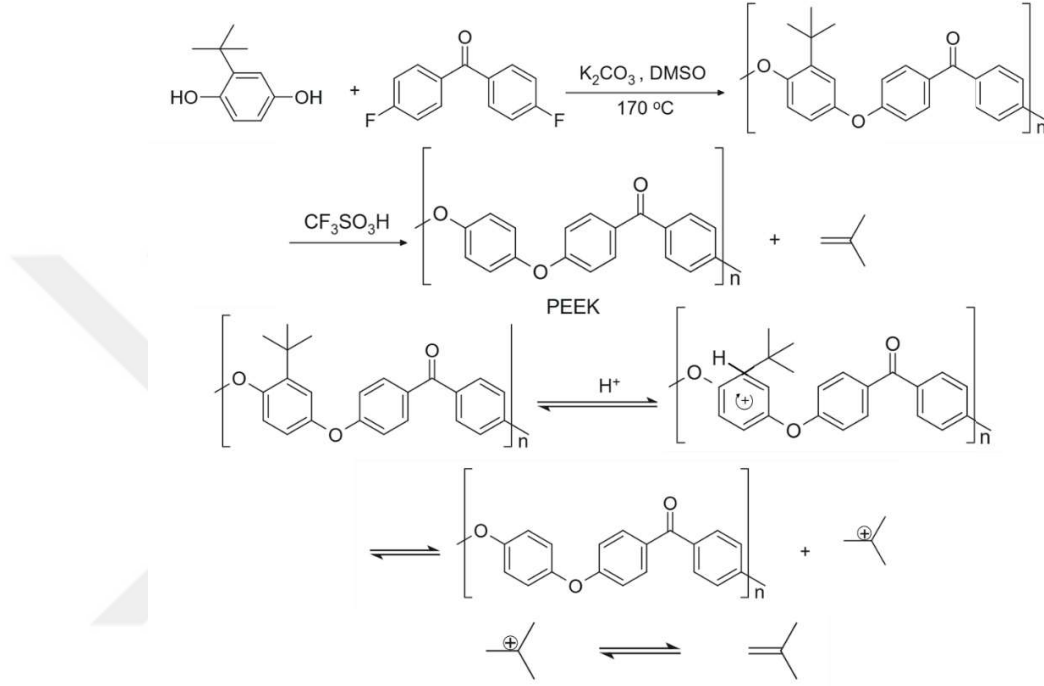


Şekil 2.4. Nükleofilik yer değiştirme yöntemi ile ortak PEEK sentezi [10]

2.1.3. Çözünür amorf ön-polimerden hacimli ikame maddesinin çıkarılması ile sentez

PEEK polimerinin, sentezi sırasında fenil halkasından en az birinin hacimli bir grupla yer değiştirildiği yeni bir yöntemdir. Bu hacimli gruplar, polimeri daha amorf hale getirerek reaksiyon çözücüsünde çözünürlüğü sağlar. Risse, Soga ve Mohanty ve arkadaşları, alkil ikameli aromatik diolün (t-butil hidrokinon) çözücü olarak DMSO veya

sülfolan ve baz olarak susuz potasyum karbonat varlığında 4,4-diflorobenzofenon ile yoğunlaşmaya maruz kaldığını raporlamışlardır (Şekil 2.5). Polimerizasyon reaksiyonunun sıcaklığı 170°C civarında tutulmuştur. Bu sıcaklığın altında, düşük moleküler ağırlıklı bir PEEK üretilmiştir. Ortaya çıkan polimerin t-butil grubu, TFMSA gibi Lewis asidinin uygulanmasıyla çıkarılmıştır [9].



Şekil 2.5. İkame t-butil hidrolizi ile PEEK sentezi [9]

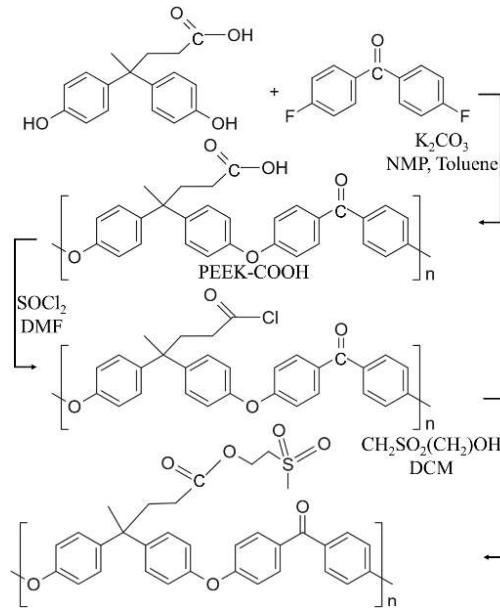
2.2. PEEK Modifikasyonu

PEEK, yarı kristalin (kristallenme derecesi yaklaşık %30-35) bir malzemedir. Aynı zamanda yüksek erime sıcaklığına (334-343°C) sahiptir ve oda sıcaklığında sıradan çözücüler içinde çok düşük çözünürlüğe sahiptir veya hiç çözünürlüğü yoktur. Genel olarak mükemmel kimyasal dirence ve mekanik özelliklere sahip iyi bir mühendislik ürünü olmasına rağmen, birçok endüstriyel uygulamada kullanımını sınırlayan düşük yüzey enerjisi gibi önemli bir eksikliği vardır ve bu nedenle kullanımı öncesinde yüzey modifikasyonu gerektirir. PEEK malzemesini karbon fiber, cam fiber vb. gibi diğer malzemelerle karıştırmak, yüzey özellikleri büyük ölçüde aynı kalsa da polimerin mekanik mukavemetini önemli ölçüde artırabilir. Bu nedenle, PEEK'in farklı malzemelerle olan bağını artırmak için farklı yüzey modifikasyon tekniklerine ihtiyaç duyulmuştur. Gerçekleştirilen yüzey modifikasyonu, yüzey özellikleri değiştirilirken hacim özellikleri değişmeden kalır [12].

Polimerizasyon öncesi modifikasyon ve polimerizasyon sonrası modifikasyon olarak kategorize edilebilir [9].

2.2.1. Polimerizasyon Öncesi PEEK Modifikasyonu

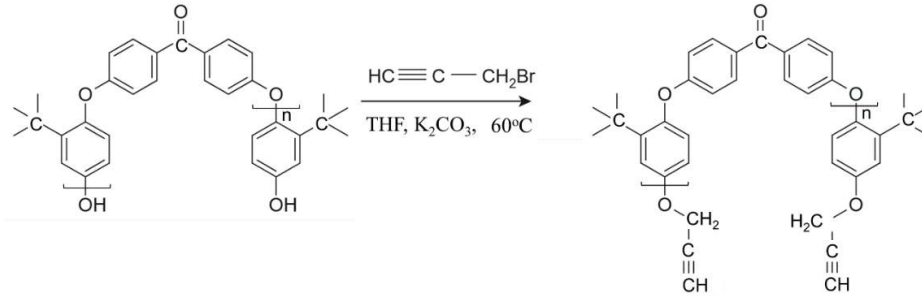
PEEK modifikasyonu için fonksiyonel monomerler seçilerek veya fonksiyonel gruplar saf monomerlere dahil edilerek modifikasyon gerçekleştirilir. Wei ve arkadaşları, 4,4'-diflorobenzofenon, 4,4-bis(4-hidroksifenil)pentanoik asit, potasyum karbonat (K_2CO_3) ve potasyum hidroksit (KOH) bileşenleriyle, N-metil-2-pirolidon (NMP) ve toluen çözücü ortamında PEEK-COOH ara ürününü elde etmişlerdir. PEEK-COOH yapısındaki karboksil grupları, tiyionil klorür ($SOCl_2$) ve dimetilformamid (DMF) kullanılarak asit klorür formuna ($-COCl$) çevrilmiştir. Bu dönüşüm, polimer zincirine fonksiyonel grup eklemek için gerekli reaktiviteyi sağlamaktadır. Elde edilen asit klorür yapısı, nükleofilik bir reaktif olan 2-(metilsülfonil)etanol ile tepkimeye sokularak esterleşme gerçekleştirilmiş ve PEEK zincirine metilsülfonil grupları eklenerek PEEK-SO₂ elde etmişlerdir (Şekil 2.6) [10, 16].



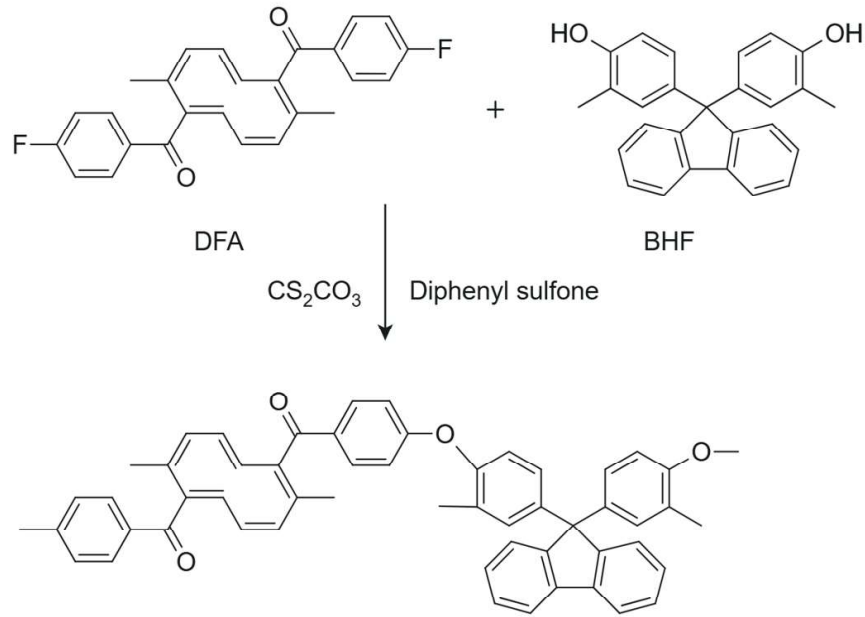
Şekil 2.6. PEEK-COOH yoluyla PEEK-SO₂ sentezi [10]

Karthikeyan ve arkadaşları hidroksil grubu ile sonlanan PEEK'in son reaksiyonu ile propargil grupları (alkil fonksiyonel grubu, $HC\equiv C-CH_2-$) içeren PEEK elde etmişlerdir. Propargil gruplarının eklenmesi, yüksek performanslı mühendislik uygulamaları için termal kararlılığı, mekanik performansı ve kırılma tokluğunu etkili bir şekilde artırmıştır (Şekil 2.7). Floren bazlı PEEK'ler (F-PEEK) 9,9-diarilflorene içeren bir

bifenol ve naftalin içeren bir dihaloaren kullanılarak, 9,9-bis (4-hidroksi 3-metilfenilil (DFA) ve 1,5-bis (4-florobenzoil) -2,6-dimetilnaftalenin (BHF) sezyum karbonat ile iki aşamalı polikondenzasyon yöntemi ile sentezlenmiştir. Sentez yöntemi, Şekil 2.8’de gösterilmektedir [10, 17].



Şekil 2.7. PEEK-PR sentezi [17]



Şekil 2.8. F-PEEK sentezi [17]

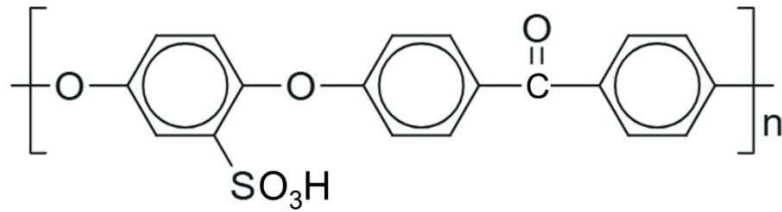
2.2.2. Polimerizasyon Sonrası PEEK Modifikasyonu

PEEK, yaygın organik çözücülerde çözünmez ve bu nedenle birçok organik sentez yönteminin, örneğin klorometilasyon gibi işlemlerin doğrudan uygulanmasını engellemektedir. Ancak polimerizasyon sonrası modifikasyonlar, polimerizasyon öncesi modifikasyonlara göre daha zordur. Polimerizasyon sonrası PEEK'in modifikasyonu, özellikle PEEK'in yaygın organik çözücülerde çözünmemesi nedeniyle genellikle sülfonasyonla sınırlı kalmaktadır. Bununla birlikte, nitrasyon, aminasyon ve yüzey modifikasyonları gibi diğer fonksiyonelleştirme yöntemleri de literatürde rapor

edilmiştir. PEEK'in sülfonasyonu, literatürde yaygın olarak bilinen bir işlemdir. Bu işlem, sülfürik asit, sülfürik asit ve metan sülfonik asit karışımı, sülfürik asit ve oleum karışımı, sülfür trioksit-trietil fosfat kompleksi ve klorosülfonik asit gibi çeşitli reaksiyon ortamları kullanılarak gerçekleştirilebilir.

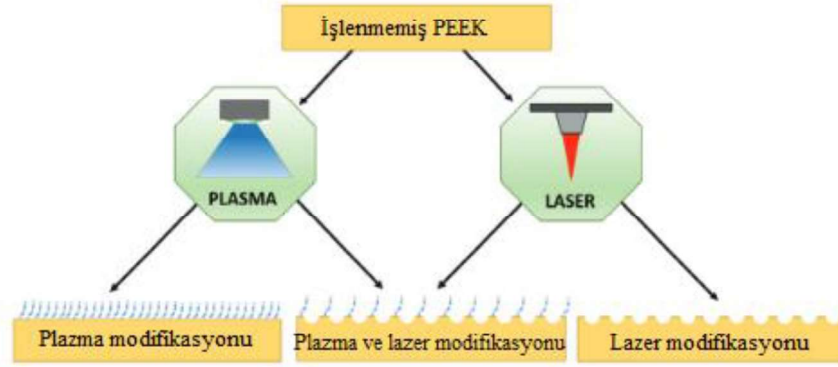
Yüksek derecede sülfonasyon işlemi uygulanmış PEEK (SPEEK) (sülfonasyon derecesi $X_s = 0,72$), DMSO, DMAc, DMF, dikloroasetik asit, fenol, m-krezol, piridin, formik asit, benzil alkol ve su gibi çözücülerde kolayca çözünürken, düşük sülfonasyon derecesine sahip PEEK ($X_s = 0,32$), yalnızca DMSO, DMAc, DMF, fenol ve m-krezol gibi çözücülerde düşük çözünürlük göstermektedir. Sülfonasyonun, PEEK'in kimyasal yapısını değiştirdiği ve bu değişikliklerin, kristallenme oranını azaltarak çözünürlüğünü artırdığı raporlanmıştır [9].

Huang ve arkadaşları, PEEK sülfonasyon işlemi için PEEK'i oda sıcaklığında derişik sülfürik asit içinde çözmüşlerdir. PEEK'in (~ 1 saat) tamamen çözülmesinden sonra, polimer çözeltisini reaksiyon sıcaklığına getirmişlerdir. Reaksiyon, 1 ila 24 saat arasında değişen sürelerle gerçekleştirilmiş ve farklı zaman noktalarında durdurularak, modifiye edilmiş polimerin geri kazanımı sağlanmıştır. Reaksiyonun sonlandırılması amacıyla, çözeltinin deiyonize su içerisine mekanik karıştırma eşliğinde ilave edilmesiyle sülfonasyon işlemi yapılan PEEK çökeltilmiş ve sülfürik asit kalıntılarından arındırılmıştır. Çalışma boyunca PEEK/sülfürik asit oranı 5/95 (w/v) olarak sabit tutulmuş ve kinetik analiz gerçekleştirilmiştir. Reaksiyonun ikinci dereceden kinetik modelle iyi uyum gösterdiği, özellikle %95'in altındaki sülfonasyon derecelerinde doğrusal bir ilişki sergilediği belirtilmiştir (Şekil 2.9) [18].



Şekil 2.9. S-PEEK [18]

Diğer bir yöntem de fiziksel işlem ile modifikasyondur. Bu işlem daha çok lazer ve plazma modifikasyonları olarak bilinir (Şekil 2.10) [19].



Şekil 2.10. Lazerle mikroyapı ve plazma işlemleriyle nanoyapı oluşumunun şematik gösterimi [19]

Lazer esasen çeşitli yüzeylerdeki malzeme çıkarma/ekleme veya fonksiyonel grupların değiştirilmesi gibi amaçlar için yüksek oranda bir ışık huzmesinin optik enerji yoğunluğunun kullanılması anlamına gelmektedir. Kolayca kontrol edilebilir ve verimli enerji/malzeme kullanımıyla farklı yüzeylerin gereksinimlerine göre özel olarak kullanılabilir. Yüzey mühendisliğinde, temel gereksinim, kütleyi sabit tutarken yüzey özelliklerini değiştirmektir ve lazer işlemi bu gereksinimi çok iyi karşılamaktadır. Lazer, süper hidroforik yüzeyler oluşturulması, yüzey yapışkanlığının artırılması, yüzey temizliği ve parçacıkların uzaklaştırılması vb. için kullanılabilir. PEEK uygulamalarında temel eksikliğin düşük yüzey enerjisi olduğu bilindiğinden, lazer işlemi bu sınırlamanın üstesinden gelmek için bir çözüm sunmaktadır [12].

CO₂ lazeri, yüzey pürüzlülüğünün artırılması ve esas olarak diğer malzemelerle arayüzey yapışma mukavemetinin ve yüzey ıslanabilirliğinin iyileştirilmesi gibi özellikleri kazandırmak için yaygın olarak kullanılmıştır. Zheng ve arkadaşları, yüzey ıslanabilirliğinin karboksil gruplarının (–COOH) PEEK yüzeyine başarılı bir şekilde dahil edilmesiyle artırıldığı sonucuna varmışlardır. CO₂ lazer yüzeyde mikro gözenekler ve oluklar olmuştur [20].

Bir başka lazer türü olan Nd:YAG lazerleri, bir flaş tüpü veya diyot tarafından pompalanan hem sürekli hem kesikli modlarda çalıştırılabilen katı hal lazerleridir. Nd:YAG lazerlerinin, oksijen içeren kısımlar aracılığıyla yüzey kimyasını değiştirdiği bulunmuştur. Wilson ve arkadaşları tarafından yürütülen deneyler, PEEK yüzeyinde bulunan karbonil gruplarının (C=O) karboksilik asit gruplarıyla (O–C=O) yer değiştirdiğini ve bunun da yüzey oksijen içeriğini artırarak daha yüksek yüzey enerjisine yol açtığını gözlemlemişlerdir [21].

Diğer bir lazer türü excimer lazerde genelde soygazlar (argon, kripton,ksenon) ve halojenler (flor,klor) kullanılır. PEEK'in yüzey özelliklerini bir excimer lazerle geliştirmek için yapılan en eski çalışma Laurens ve arkadaşları tarafından 193 nm dalga boyunda bir argon-flor excimer lazerin kullanıldığı deneyde yapılmıştır. PEEK çeşitli lazer koşullarına tabi tutulduğunda yüzey temizleme, amorfizasyon ve kimyasal modifikasyon gibi çeşitli yüzey modifikasyonları gözlemlenmiştir [22].

Plazma yüzey işlemlerinde, malzemeye yüzey özellikleri kazandırmak için çeşitli gaz türleri ortam olarak kullanılır. Azot ve oksijen plazması, amonyak/argon plazması, oksijen plazması, metan ve oksijen plazması, amonyak plazması, oksijen ve argon plazması ve hidrojen/argon plazması gibi farklı gazlar kullanılarak araştırmalar yapılmaktadır [19]. Oksijenle plazma işlemi, daha iyi ıslanabilirliğe sahip aktif bir yüzeyle sonuçlanırken, florin ters yönde etki eder. İnert gaz plazma işlemi, polimer yüzeyinde çapraz bağlanma ile sonuçlanır. Plazma işlemi, yüzeyin yapışkanlığını artıran, yapıştırıcıyla bağlanmış kompozitlerin kırılma tokluğunu artıran vb. yüzey aktivasyonu, seçici yüzey modifikasyonu ve yüzey fonksiyonelleştirmesi için faydalıdır [12].

Oksijen plazması ile oluşturulan polimerin reaktif yüzeyi, fonksiyonel grupların bağlanması yoluyla hidrofilik bir yapının oluşmasını ve yüzey yapışmasını sağlar. Bu etki, plazma ile işlenmiş yüzeylerde düşük molekül ağırlıklı grupların (düşük yüzey enerjisine sebep olan) adsorpsiyonunu engelleyebilecek bölgelerin oluşumu ile meydana gelir. Bu bölgeler, yüzeyin düşük moleküler ağırlıklı gruplar tarafından tamamen kaplanmasını önler, yapışmayı ve hidrofilik yapıyı uzun süre destekler [23].

Omran ve arkadaşları, oksijen plazma işlemi ve jelatin kaplama kullanarak PEEK yüzey modifikasyonları üzerinde karşılaştırmalı bir çalışma yapmış ve yüzey pürüzlülüğünün önemli ölçüde artmadığını, ancak yüzey ıslanabilirliğinin geliştirildiğini bildirmiştir. Ayrıca, jelatin kaplamanın, plazma işlemine kıyasla yüzey ıslanabilirliğini önemli ölçüde iyileştirdiğini tespit etmişlerdir [24].

Comyn ve arkadaşları, oksijen, amonyak, argon ve hava plazmaları kullanarak PEEK'in plazma işlemini gerçekleştirmiştir ve bu çalışma bir epoksi film ile PEEK yüzeyi arasında önemli ölçüde iyileştirilmiş bir yapışma performansı ile sonuçlanmıştır. Ayrıca temas açısı ölçümü de oksijen plazma ile işlenmiş yüzey için daha yüksek ıslanabilirlik ve daha yüksek bağ mukavemeti sağlamıştır [25].

Ha ve arkadaşları yapmış oldukları çalışmada, PEEK'in yüzey modifikasyonlarını kimyasal aşındırma ve oksijen plazma işlemiyle karşılaştırmıştır. Plazma işlemi, oksijen

gazı varlığında 2 dakika boyunca 500 V voltajda 13,56 MHz RF kaynağı kullanılarak gerçekleştirilmiş, basınç 0,02 mbar'da tutulmuştur. Kimyasal aşındırma işlemi için H_3PO_4 içinde %1-2,5 w/v $KMnO_4$ çözeltisi kullanılmıştır. Oksijen plazmasıyla işlenmiş yüzeyde, asitle aşındırılmış yüzeye kıyasla daha yüksek bir yüzey enerjisi gözlemlenmiş, yüzey alanının da önemli ölçüde arttığı tespit edilmiştir. Ayrıca plazma işleminin ayrıca PEEK'in küresel yapısını da ortaya çıkardığı görülmüştür [26].

Zhang ve arkadaşları, argon, nitrojen ve oksijen kullanarak 13,56 MHz'de RF plazması ile yüzey işlenmiş PEEK üzerinde mukavemeti testi gerçekleştirmiştir. Argon plazması ile işlenmiş yüzeyin en iyi sonuçları verdiğini gözlemlemişlerdir. Bu çalışma, bağ mukavemeti ile yüzeyde C-O gruplarına karşılık gelen oksijen içeriği arasında pozitif bir korelasyonun kurulmasını sağlamıştır. XPS verileri, kullanılan tüm gaz plazmaları için plazma işleminden sonra C=O gruplarının azaldığını göstermiştir [27].

Sonuç olarak plazma ve lazer işlemlerini kıyaslarsak, plazma işlemi esas olarak kimyasal değişimlere ve nano-fiber yapı oluşumuna neden olurken, lazer mikro yapılandırmayı mümkün kılar. PEEK'in biyouyumluluğunun iyileştirilmesi yüzey modifikasyonu, lazer ve plazma teknikleri kullanılarak gerçekleştirilebildiği gibi bu tekniklerin dışında, kum püskürtme, püskürtme, aşılama, yüzey kaplama, elektron ışını biriktirme, UV ışık destekli işlem, hızlandırılmış nötr atom ışını (ANAB) vb. gibi teknikler de kullanılmaktadır [12].

2.3. PEEK Uygulama Alanları

PEEK, geniş bir uygulama alanına sahiptir. Mükemmel mekanik özellik, ısıl kararlılık, kimyasal direnç ve biyouyumluluk gibi özelliklerinin yanısıra modifiye edildikten sonra biyomedikal implantlar, makine mühendisliği, enerji depolama ve havacılık uygulamaları gibi birçok alanda geniş kullanım alanı vardır [10].

Yataklar, pistonlar, kimyasal reaktörler, vanalar, pompalar vb. dahil olmak üzere çeşitli küçük bileşenler ve büyük montajlar PEEK polimeri ile üretilmektedir. Birçok askeri ekipman da yüksek mukavemet/ağırlık oranı nedeniyle hammadde olarak PEEK kullanılmaktadır. Bu önemli özellik, otomobil, havacılık, yüksek performanslı araçlar ve makineler vb. gibi diğer endüstriler tarafından da kullanılmaktadır. Mekanik özellikleri daha da artırmak için, PEEK matrisinde karbon fiber, cam fiber vb. ile takviye yapılabilir [28].

Kimyasal reaktifliğinin olmaması ürünü korozyona dayanıklı hale getirir ve kullanım ömrünü uzatır. PEEK'in bu özellikleri polimeri, kimyasal reaktörlerin ve reaktör

hatlarının üretiminde kullanımına doğru kaydırır. İşlevselleştirilmiş PEEK, biyokimyasal reaktör tasarımı için önemli malzemelerden biridir. PEEK'in bu özelliği, üretim hatları için sensörler yapmak üzere mevcut polimerik malzemelere alternatif olarak kullanılabilir. Bu sensörlerin, otomobil, havacılık ve ağır makine parçalarının üretim hatlarında bulunan yüksek sıcaklık, aşındırıcı ortam, yüksek mekanik yük vb. gibi koşullara dayanması gerekir.

PEEK'in diğer önemli uygulaması, kimyasal inertliği nedeniyle biyomedikal alandır. PEEK'in kemik benzeri elastik modülü değeri nedeniyle daha düşük stres etkisi, implantların gevşemesi ve çıkması riskini azaltır. Yüzey modifiye edilmiş PEEK, ortopedik ve protez implantları için yaygın olarak kullanılır. PEEK'e ilave edilmiş TiO₂ nanopartikülleri aracılığıyla hazırlanan kompozitdiş uygulamalarında kullanılabilir. PEEK ve karbon fiberle güçlendirilmiş kompoziti (CFR-PEEK), uygun şekilde modifiye edilmiş yüzeylerle yüksek hücre yoğunluğu gösterir. Bu, PEEK ve CFR-PEEK'in kemik grefti ve doku mühendisliği uygulamaları için kullanımını destekler. Aktif farmasötik bileşenler içeren PEEK kompozitleri, ilaç taşıyım sistemlerinde etkili bir şekilde kullanılabilir [12].

2.3.1. Havacılık Uygulamaları

Havacılık ve uzay malzemelerinin uygulamaya özel, hafif ve kararlı olması önemlidir. PEEK, düşük yoğunluğu, yüksek camsı geçiş sıcaklığı ve ultra yüksek vakum koşullarında kararlılığı ile bu potansiyele sahiptir. PEEK malzemesinin havacılık alanındaki uygulamaları, havacılık parçaları, konektör, bağlantı elemanı, yüksek sıcaklık yalıtım halkası, izolasyon ısı emici gibi evrenseldir. PEEK'in uzay ortam koşulları altındaki kararlılığı ve çalışmaya uygunluğu oldukça dikkat çekicidir.

PEEK kompozitleri, üreticiler ve mühendisler için uygulanabilir bir sürünme direnci ve süneklik bileşimi sergiler. Dolgu maddelerinin eklenmesi ile PEEK matrisinin yapışma mukavemeti, dayanıklılığı, sertliği ve yapısal bütünlüğü büyük ölçüde iyileştirilebilir. Yaygın olarak, PEEK matrisinin performansının artırılmasında kullanılabilen güçlendirilmiş dolgu maddeleri, karbon fiber, karbon nanotüpler (CNT), grafen nanotabakalar (GNP'ler) ve diğer karbon öncü dolgu maddelerini içerir [10].

PEEK Airbus A350 XWB'nin kapısında (Şekil 2.11-a), COMAC'in (Şekil 2.11-b) yüksek gerilim kablolarını koruyan boruda kullanılmaktadır ([http-1](http://1)). Ayrıca koltuk plastikleri (Şekil 2.12-1), tutacaklar (Şekil 2.12-2), havalandırma ızgaraları (Şekil 2.12-

6), t p ve borular ( ekil 2.12-10), kablo izolasyonu ( ekil 2.12-12), somun ve civatalar ( ekil 2.12-13) ve motor par aları da ( ekil 2.12-14) PEEK'ten olu maktadır (<http-2>).



 ekil 2.11. Havacılıkta PEEK (<http-2>)



 ekil 2.12. Havacılıkta PEEK-2 (<http-2>)

Bu  alı mada PEEK kullanılarak elde edilen kompozitler havacılık uygulamalarında kullanılmak  zere geli tirilmi tir. Geli tirilen kompozitin hava ara larının kanat kısmında bulunan, kanada  eklini veren riblerde kullanılarak a ırlı ın azaltılması ve yakıt tasarrufu sa lanması hedeflenmi tir. Hava aracı yakıtı olarak kullanılan, kanat kısmında depolanan kerosenin alev alması halinde PEEK kompozitleri etkilenebilir. Havacılık sertifikasyonları do rultusunda, kompozit malzemelerin gazya ı alevine maruz kalmaları durumunda (116 kW/m^2 ve $1100 \text{ }^\circ\text{C}$) ta ıma kapasitelerinin 15 dakika boyunca korunması gerekmektedir. Vieille ve arkadaşlarının yapt ı  alı mada PEEK/karbon fiber/cam fiber tabakalı kompozitlerinin gerilme, basma  zelliklerini ve yapısal b t nl klerini incelemi lerdir. Alevin etkisiyle, tabakalarda alevin maruz kald ı b lgede geni   apta delaminasyon olu urken arka y zeyeye yakın b lgeler yapısal b t nl    daha iyi korunmu tur. Bu  alı madan elde edilen bulgulara g re,  ekme ve basma y n ndeki mekanik  zellikler, numunelerin ba langı  durumuna kıyasla, kerosen alevine uzun s reli maruz kalması (15 dakika) sonucunda ciddi  ekilde zayıflamaktadır [29].

3. KARBON FİBER

3.1. Tarihçe

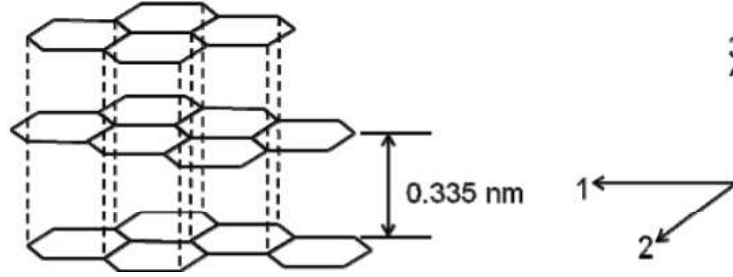
Karbon fiberler, %90'dan fazla karbon içeriğine sahip lifli karbon malzemelerdir [30]. Karbon fiber, ilk olarak 1860 yılında Sir Joseph Wilson Swan tarafından bulunsa da o yıllarda çok az ilgi görmüştür. Ticari olarak üretilen ilk karbon filamentinin, Thomas Edison tarafından 1879'da akkor lamba filamenti olarak uygulanması için selülozik bir malzemeden yapıldığı düşünülmektedir [31]. Pamuk iplikleri ve daha sonra bambu lifleri, istenen boyut ve şekilde filamentlere dönüştürülmüş ve daha sonra orijinal filamentin karbondan bir kopyası haline getirilmiştir. PAN ipliklerinin ve kumaşlarının karbonizasyonu ile ilgili sistematik çalışma, ilk olarak II. Dünya Savaşı sırasında Union Carbide Corporation tarafından geliştirilen vakum tüplü güç amplifikatörlerindeki kontrol ızgaraları için olası bir ikame malzemesi olmuştur [30]. Ancak 1950'li yıllarda Amerika Birleşik Devletleri'nde açılan bir araştırma merkezinde karbon fibere olan ilgi yeniden canlanmıştır [32].

Organik liflerden (PAN) yüksek mukavemetli ve yüksek modüllü karbon fiberlerin üretimine yönelik iki yöntem 1959 ve 1961 yıllarında İngiltere'de icat edilmiş ve geliştirilmiştir. 1963 yılında ziftten yüksek modüllü bir karbon fiber üretilmiştir. Aynı yıllarda Japonya'da da Akio Shindo benzer çalışmalar yapmıştır. 1970 yılında Toray, Akio Shindo'nun patent hakları için bir lisans elde etmiş ve 1971 yılına gelindiğinde, 1 ton/ay üretim kapasitesiyle sürekli PAN bazlı Torayca T300 ve M40 karbon fiberleri üretmiştir. Günümüzde yapısal karbon fiberin büyük çoğunluğu PAN'dan üretilmektedir [30, 33, 34].

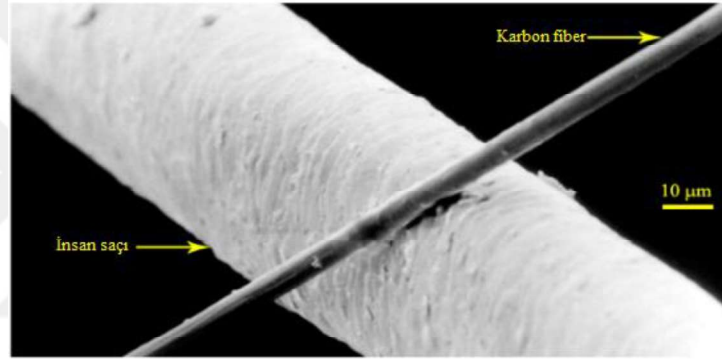
3.2. Karbon Fiberin Kimyasal Yapısı ve Özellikleri

Karbon fiberin atomik yapısı, Şekil 3.1'de gösterildiği gibi, düzenli altıgen bir desende düzenlenmiş karbon atom katmanlarından (grafen levhalar) oluşan grafitin yapısına benzer. Ham madde ve üretim süreçlerine bağlı olarak, karbon fiberlerdeki katman düzlemleri turbostratik, grafitik veya hibrit bir yapı olabilir. Grafitli kristal bölgelerde, katman düzlemleri düzenli bir şekilde birbirine paralel olarak istiflenir. Bir düzlemdeki atomlar sp^2 bağıyla kovalent olarak bağlanırken, tabakalar arasındaki etkileşim nispeten zayıf Van der Waals kuvvetleridir. Tek bir grafit kristalinde, iki grafen tabakası arasındaki d-aralığı yaklaşık 0,335 nm'dir. Bu tek kristallerin elastik sabitleri hesaplanmış, C11 ve C33 sırasıyla 1,060 GPa ve 36,5 GPa olarak bulunmuştur. Bununla birlikte, birçok karbon fiberin temel yapısal birimi bir turbostratik tabaka yığımından

oluşur. Turbostratik bir yapıda, paralel grafen tabakaları düzensiz bir şekilde istiflenir veya gelişigüzel katlanır [35]. Makro bir bakış açısıyla bakıldığında, karbon fiberler insan gözüyle görülebilen, yaklaşık 5–10 μm çapında çok ince filamentlerdir [31]. Şekil 3.2’de bir karbon fiberin boyutu bir insan saçının boyutuyla karşılaştırılmıştır.

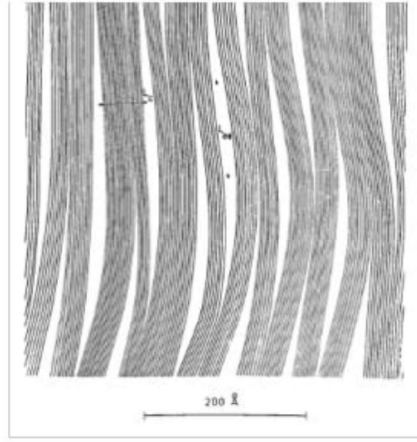


Şekil 3.1. Grafit kristallerinin yapısı ve kristal yönleri [35]



Şekil 3.2. Karbon fiberin insan saçıyla karşılaştırılması [31]

Genellikle, iyi istiflenmiş bir grafit kristalin yapı yalnızca zift ve buharla geliştirilmiş karbon fiberlerde gözlemlenebilirken, turbostratik yapı PAN gibi ham maddelerden elde edilen karbon fiberlerde gözlemlenebilir (Şekil 3.3). Stabilize edilmiş PAN liflerinin grafitlenmesinde, kristalitler bitişik kristalitlerle birleşerek veya çevredeki düzensiz karbonları dahil ederek büyür. Turbostratik karbon kristal olmayan bir yapı olmasına rağmen, paralellik ve düzlük dereceleri ile karbon katman yığınının düzlem içi ve düzlem dışı boyutları bakımından sınırlı olan karbon katmanlarından oluşur [36].



Şekil 3.3. PAN karbon fiberlerinin mikro yapısı [36]

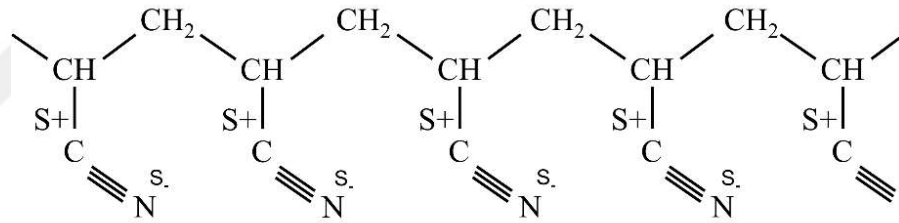
Karbon fiber mikro yapısı hammaddeye ve işleme koşullarına bağlıdır. Mikro yapıları tasvir etmek için farklı modeller önerilmiştir. Wick'in modelinde grafit katmanları elyaf yönüne paralel olarak hizalanırken enine yönde rastgele istiflenir. Enine yönde, kristal bölgeler (mikro alanlar) mikro boşluklarla ayrılırken, uzunlamasına yönde bölgeler bazal katmanların (çıkıklar) yoğun bükülme ve burulma bölgeleriyle ayrılır. Mikro yapının lif özelliklerini etkilediği iyi bilinmektedir. Delokalize π elektronlarının yüksek içeriği ve grafen katmanlarının lif eksenine boyunca paralel hizalanması nedeniyle, karbon fiberler lif yönünde gelişmiş termal ve elektriksel iletkenlikler gösterir. Termal iletkenlik katsayıları, metallerinkine yakın olan 21–125 W/mK aralığındadır. Yüksek modüllü MP (ticari) karbon fiberlerin termal iletkenlikleri oda sıcaklığında 500 W/mK'den fazla olabilir. Grafitlenmiş karbon fiberlerin elektriksel iletkenliği de metallerinkine yakındır. Karbon fiberler, grafen katmanları ile lifli yapıları arasındaki zayıf Van der Waals kuvveti nedeniyle düşük basma dayanımına sahiptir. MP karbon fiberler genellikle PAN karbon fiberlerden daha düşük basma dayanımına sahiptir [35].

Karbon fiberin mekanik özellikleri çelik malzemelerle karşılaştırıldığında (Tablo 3.1), tüm karbon fiberlerin çekme dayanımlarının çelik malzemelerden daha yüksek, yoğunluklarının ise daha düşük olduğu görülmüştür. Ayrıca kopmada uzama değeri de çelik malzemelerden yüksek seviyededir. Kopmada uzaması, malzemelerin yüksek dayanımını göstermek için iyi bir parametredir [31].

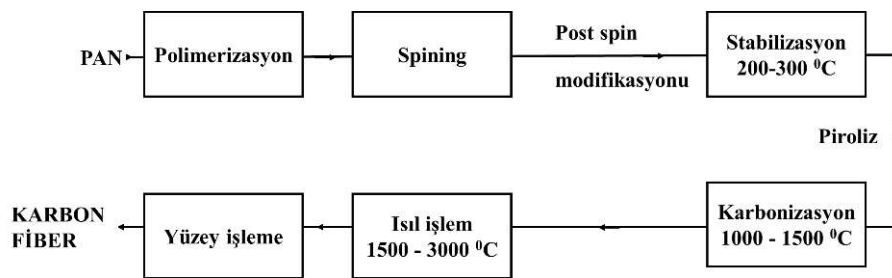
Tablo 3.1. Karbon fiberlerin mekanik özelliklerinin çelik malzemelerle karşılaştırılması [31]

Malzeme		Yoğunluk (kg/m ³)	Çekme dayanımı (GPa)	Elastik modülü (GPa)	Kopmada uzama (km)
Karbon fiber	Standart	1760	3,53	230	205
	Yüksek dayanımlı	1820	7,06	294	396
	Yüksek modüllü	1870	3,45	441	188
Çelik	S355	7850	0,50	210	6
	Tel	7850	1,77	210	23

PAN karbon fiberler: %68 karbon içeren Poliakrilonitril (PAN) günümüzde karbon fiberlerin en yaygın kullanılan hammaddesidir. PAN, peroksitler ve azo bileşikleri gibi yaygın olarak kullanılan başlatıcılar ile ekleme polimerizasyon işlemi yoluyla akrilonitrilden (AN) polimerize edilebilir. Şekil 3.4'te PAN'ın kimyasal yapısı, Şekil 3.5'te PAN kullanılarak karbon fiber üretim aşamaları gösterilmektedir [30, 35].



Şekil 3.4. Poliakrilonitrilin (PAN) kimyasal yapısı [30]



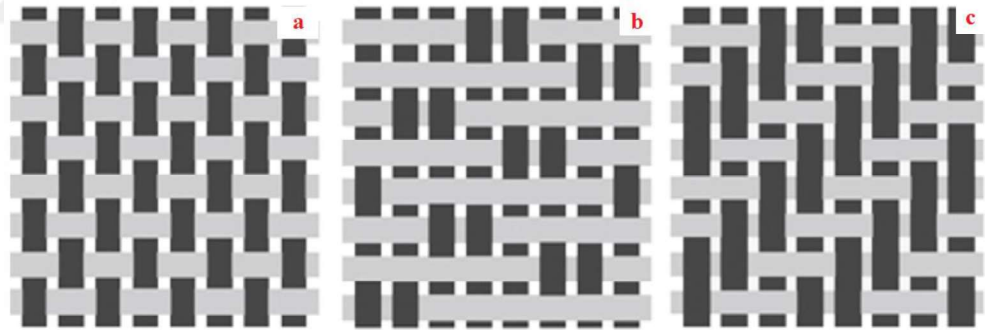
Şekil 3.5. PAN'dan karbon fiber üretim aşamaları [30]

Zift karbon fiberler: Doğal zift, petrol ve kömürün damıtılmasıyla üretilirken, sentetik zift sentetik polimerlerin pirolizi ile üretilir. Zift %80'den fazla karbon içerebilir. Bir ziftin bileşimi kaynak katranına ve işleme koşullarına göre değişir.

Selülozik karbon fiberler: Pamuk, sisal, keten gibi selüloz kökenli lifler kullanılarak elde edilir. Bunlar arasında, ticari olarak kullanılmış ve en kapsamlı şekilde araştırılmış olanı rayondur [35].

Karbon fiber, malzeme özelliklerinin çok çeşitli termo-fiziksel özellikleri kapsadığı ve istenen uygulamaya göre uyarlanabildiği ve çok çeşitli malzeme özelliklerine izin verdiği ölçüde benzersiz bir malzemedir. PAN bazlı karbon fiberlerin son ısıl işlem sıcaklığının artırılmasıyla çekme modülünde, elektriksel iletkenlikte ve ısıl iletkenlikte artışlar elde edilebilir. Karbon fiber kompozitler halihazırda havacılık, otomotiv, inşaat, savunma, denizcilik ve rüzgar enerjisi sektörlerinde kullanılmaktadır [34].

Karbon dolgu maddeleri kesikli fiber, ağlar ve kumaşlar, dokunmamış kumaşlar (keçeler ve matlar), fiberlerin çeşitli düzenlemeleriyle (ortogonal, eksenel-radyal, radyal-spiral), dokuma gibi tekstil formlarında üretilir. Takviye dolgu maddesinin seçimi, yarı mamul ürünler ve/veya bitmiş ürünler halinde işlenebilirliğine ilişkin taleplerin yanı sıra ürünün hangi mekanik özelliklere sahip olması gerektiğine bağlıdır. İki yönlü dokuma kumaşlar keten (linen), saten (satin) ve twill (dimi) olmak üzere üç çeşittir (Şekil 3.6) [37].



Şekil 3.6. İki yönlü kumaşlar (a: keten, b: saten c: twill) [37]

4. KARBON FİBER KATKILI KOMPOZİTLER (CFRP)

4.1. CFRP'nin Genel Özellikleri

Elli binden fazla malzeme türü, çok çeşitli mühendislik uygulamalarının tasarımında ve üretiminde kullanılmıştır. Bu malzemeler, yüzyıllar önce bile mevcut olanlar (bakır, dökme demir, pirinç, vb.) ile yakın zamanda geliştirilen gelişmiş malzemeler (kompozitler, seramikler ve yüksek performanslı çelikler, vb.) arasında değişmektedir. Kompozit malzemeler, fiziksel form veya kimyasal bileşim bakımından farklılık gösteren iki veya daha fazla mikro bileşenin birleşimi olarak tanımlanır [38].

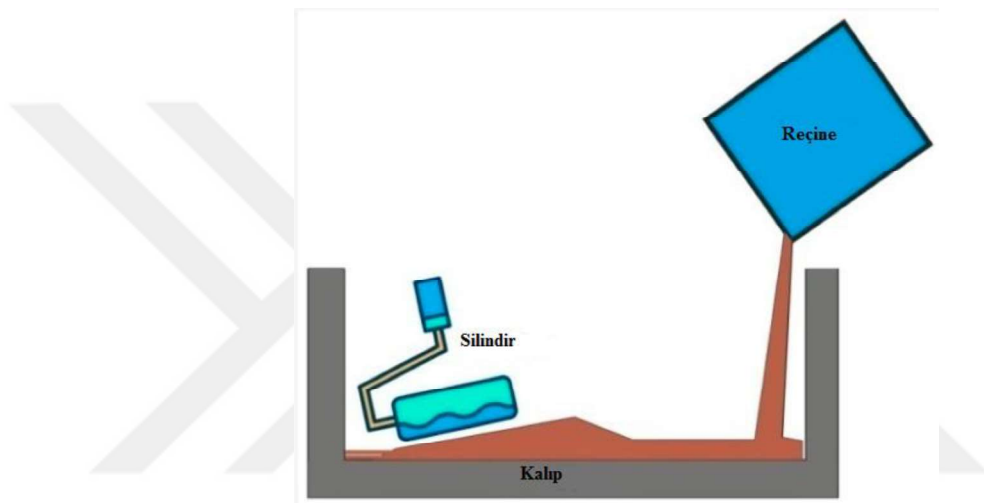
Karbon fiber takviyeli polimer kompozit (CFRP), takviye malzemesi olarak karbon fiberlerden ve matris olarak polimerden hazırlanan iki fazlı bir kompozittir. CFRP ilk olarak havacılık ve uzay endüstrilerinde yaklaşık 50 yıl önce, yüksek performanslı karbon fiberlerin icadından kısa bir süre sonra üretilmiş ve kullanılmıştır. İnşaat endüstrisindeki ilk pratik kullanımı ise 1991 yılında İsviçre'nin Lucerne kentindeki Ibach Köprüsü'nün güçlendirilmesinde olmuştur [31]. Mükemmel mekanik özellikleri, hafiflik, yüksek sıcaklığa ve kimyasal korozyona karşı direnci nedeniyle önemli bir mühendislik ve fonksiyonel malzeme haline gelmiştir. Başta uzay ve havacılık olmak üzere, otomotiv, denizcilik, rüzgar enerjisi cihazları, yüksek kaliteli inşaat ürünlerinde ve spor malzemeleri imalatı gibi çok çeşitli uygulamalarda kullanılmaktadır. Giderek artan sayıda uçak bileşeni, yüksek mukavemet ve sertlik, düşük ağırlık ve yüksek yorulma direnci gibi üstün özellikleri nedeniyle CFRP kompozit bileşenleri içerir. Bu uygulamalar, kapılar ve klipsler gibi küçük bileşenlerin yanı sıra kanat kapakları ve ana gövde gibi büyük bileşenleri de içerebilir [38]. Ancak CF yüzeyinin pürüzsüzlüğü, inertliği ve zayıf arayüz bağlantısı nedeniyle matris ve fiber arasındaki arayüz zayıflığına sebep olmaktadır. Arayüz, matris ve takviye arasındaki yükün etkili aktarımı ve dağılımı ile doğrudan ilgili olan ve dolayısıyla kompozitlerin mukavemetini ve tokluğunu belirleyen önemli bir etmenidir [39].

4.2. CFRP Üretimi

Prepregler, termoplastik veya sadece sıcaklığın aktive olması gereken bir termoset reçine malzemesi ile emprenye edilmiş lifler ve kürlenmemiş reçinenin birleşimidir. kombinasyonudur. Dow Automotive Systems, kompozit yapıların sıkıştırma kalıplamasında malzeme taşıma ve çevrim süresini iyileştirmek için prepreg uygulamaları, için epoksi reçineyi karbon fiberle birleştiren bir teknik olan

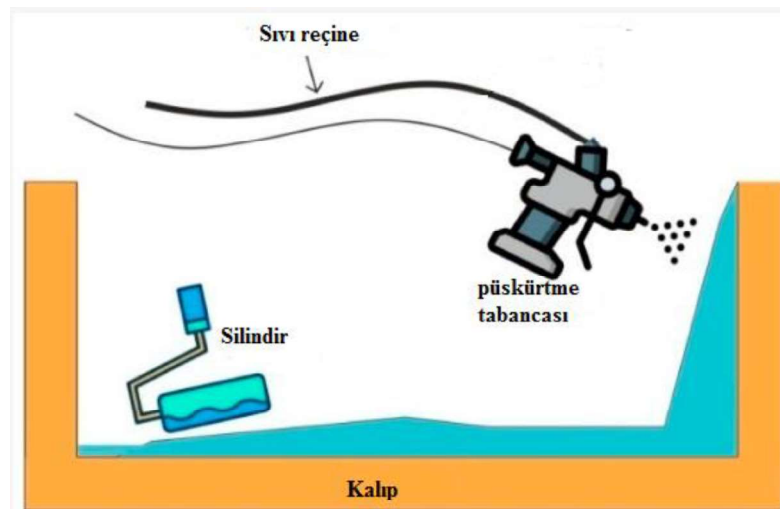
VORAFUSE’u geliřtirmiřtir. eřitli otomotiv řirketleriyle iř birlięi yaparak, nemli bir aęırlık azaltımı elde etmiř ve bu da CFRP kompozit yapıların verimli bir řekilde retilmesiyle sonulanmıřtır.

řekil 4.1, yaygın olarak kullanılan aık kalıp kompozit retim sreci olan hand lay-up gstermektedir. Bařlangıta, fiberler kolay ıkarabilmek iin ince bir yapıřmaz kalıba yerleřtirilir. Reine malzemesi, bir takviye malzemesi olarak zerine dklr veya bir fıra kullanılarak uygulanır. Silindir, takviye malzemesinin ardıřık katmanları ile matris malzemesinin yayılması reineyi kumařlara eklemek iin kullanılır [40].



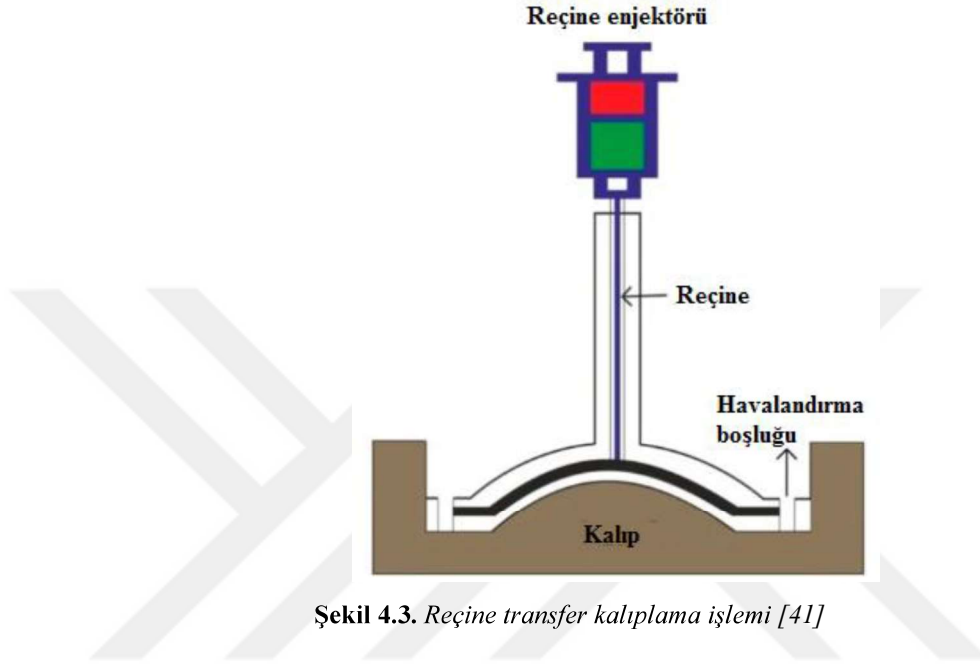
řekil 4.1. Hand lay-up prosesi [41]

Pskrtme teknięi hand lay-up teknięinden farklı deęildir. Ancak, reine ve fiberleri kalıba pskrten bir tabanca kullanır. Aynı anda fiberleri matris malzemesine kaynařtırmak iin bir silindir de kullanılır [42]. iřlem řekil 4.2’de gsterilmiřtir.



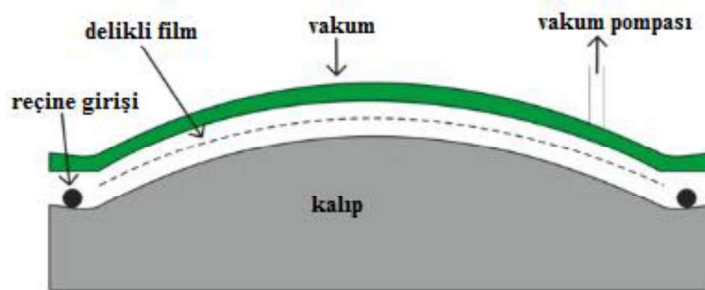
řekil 4.2. Pskrtme prosesi [41]

Reçine transfer kalıplama (RTM) işleminde (Şekil 4.3) kalıbın alt yarısına yerleştirilen fiber takviye matı veya dokuma fitil ile önceden ısıtılmış reçine bir enjektör aracılığıyla basınç altında pompalanır. Yüzey kalitesi kalıbın yüzeyiyle eşleşen yüksek kaliteli, yüksek mukavemetli kompozit yapısal parçalar üretilir [41].



Şekil 4.3. Reçine transfer kalıplama işlemi [41]

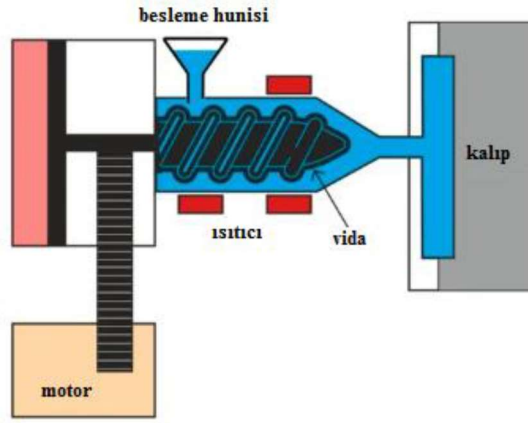
Vakum infüzyonu prosesi, fiberlerin bir kalıba yerleştirildiği ve delikli bir tüpün vakum torbası ile reçine kabı arasında yerleştirildiği yeni bir tekniktir. Vakum kuvveti, reçinenin delikli tüpler aracılığıyla fiberlerin üzerinden emilerek laminat yapısını sağlamlaştırmasına neden olur (Şekil 4.4). Bu işlem, kompozit yapıda fazla havaya yer bırakmaz ve bu da onu tekne gövdeleri ve rüzgar türbini kanatları gibi büyük nesnelerin üretiminde popüler hale getirir [41].



Şekil 4.4. Vakum infüzyon prosesi [41]

Enjeksiyon kalıplama, kompozit parçaları yüksek hassasiyetle ve çok düşük çevrim sürelerinde üretme yeteneğine sahiptir. Tipik bir enjeksiyon kalıplama sürecinde, pelet

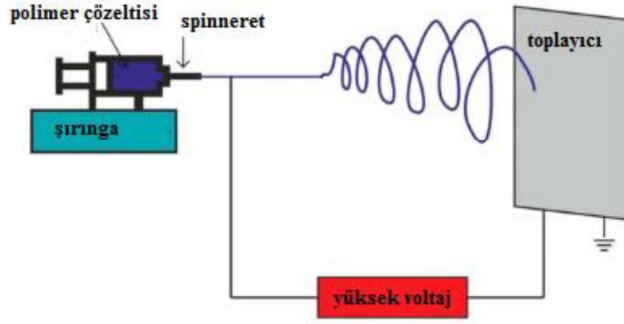
formundaki fiber kompozitler bir hazneden beslenir ve daha sonra Şekil 4.5'te gösterildiği gibi bir vida ile taşınır. Gerekli miktarda malzeme eritildikten sonra, vida malzemeyi bir nozul aracılığıyla kalıba enjekte eder. Burada soğutulur ve istenen şekli alır [41].



Şekil 4.5. Enjeksiyon kalıplama prosesi [41]

Nanoteknoloji ile birlikte araştırmacılar kompozit üretimi için yeni nano ölçekli fiber üretim teknikleri araştırmaya başladılar. Elektroegirme (elektrospinning), nanofiber üretimi için kullanılan, elektriksel olarak yüklenmiş bir polimer çözeltisi veya eriyik polimer kullanılarak nanofiberler oluşturulmasına dayanan bir yöntemdir. Bu yöntem, yüksek voltajlı bir elektrik alanının, polimer çözeltisini bir uçtan çekerek ince bir jet oluşturmasını ve bu jetin hedef yüzeyine yönlendirilerek buharlaşan çözücülerle fiberlerin oluşmasını sağlar. Elektroegirme, genellikle 100 nm ile 1 μ m arasında çaplara sahip nanofiberlerin üretilmesinde kullanılır ve bu fiberler yüksek yüzey alanı, yüksek porozite ve küçük gözenek boyutları gibi üstün özelliklere sahiptir. Sürecin temel bileşenleri, Şekil 4.6'da gösterilen yüksek voltaj kaynağı, küçük çaplı bir iğne veya pipet aracılığıyla polimer çözeltisinin verilmesi ve bir toplama yüzeyinden oluşur. Elektroegirme sürecinin etkinliği, polimer çözeltisinin viskozitesi, yüzey gerilmesi, voltaj miktarı, iğne ile hedef arasındaki mesafe gibi fiziksel parametrelere bağlıdır; bu parametreler fiberin çapı, morfolojisi ve toplama verimliliğini doğrudan etkiler.

Elektroegirme ile üretilen fiberler, yüksek yüzey alanları ve nanometrik boyutları sayesinde biyomedikal mühendislik, filtreleme, tekstil endüstrisi ve doku mühendisliği gibi birçok alanda kullanım potansiyeline sahiptir [43-45].



Şekil 4.6. Elektroğirme prosesi [41]

4.3. CFRP Uygulama Alanları

Karbon fiber katkılı malzemeler genel olarak otomotiv, havacılık ve biyomedikal uygulamalarda kullanılmaktadır. Otomotiv sektörüne bakıldığında pek çok araba parçasının üretiminde tercih edilmektedir.

Fren sistemi: Bir otomobil fren sisteminde sıcaklık binlerce santigrat dereceye kadar ulaşabilir. Monolitik bir metal, bu yüksek sıcaklıklara dayanamadığı için iyi performans gösteremez. Bu nedenle, karbon fiber takviyeli silisyum karbür (C-Si) malzemeler ağır araçlar, yüksek hızlı trenler ve vinçlerdeki acil frenler için uygulama alanı bulmaktadır [46].

Teker düzeneği: CFRP, malzemenin düşük darbe dayanıklılığını ve yüksek maliyetini aşmak için kullanılır. Sadece 2,1 kg ağırlığında olan ve alüminyum, çelik ve titanyuma göre üstün sönümlleme özellikleri gösteren %70 keten lifi ve %30 karbon fiber kullanılarak bir teker düzeneği üretilebilir [47].

Bagaj kapağı ve gövde sertleştiricisi: Taşımacılık sektöründe CFRP, gövde sertleştiricileri ve motor kaputları gibi otomobil gövde parçaları için güvenilir bir malzemedir. Bu uygulama için, daha yüksek bir mukavemet/ağırlık oranı esastır.

Otomobil gövde parçaları: Motor kaputu, gösterge panelleri ve depolama tankları gibi otomobil gövde parçaları, keten, kenevir, jüt, sisal ve rami gibi doğal liflerin takviyeleri kullanılarak üretilir. Şekil 4.7’de karbon fiberden yapılmış bir Volkswagen x11 modelinin dış gövde parçaları gösterilmektedir [41].



Şekil 4.7. Karbon fiberden yapılmış Volkswagen x11 modelin dış gövde parçaları [41]

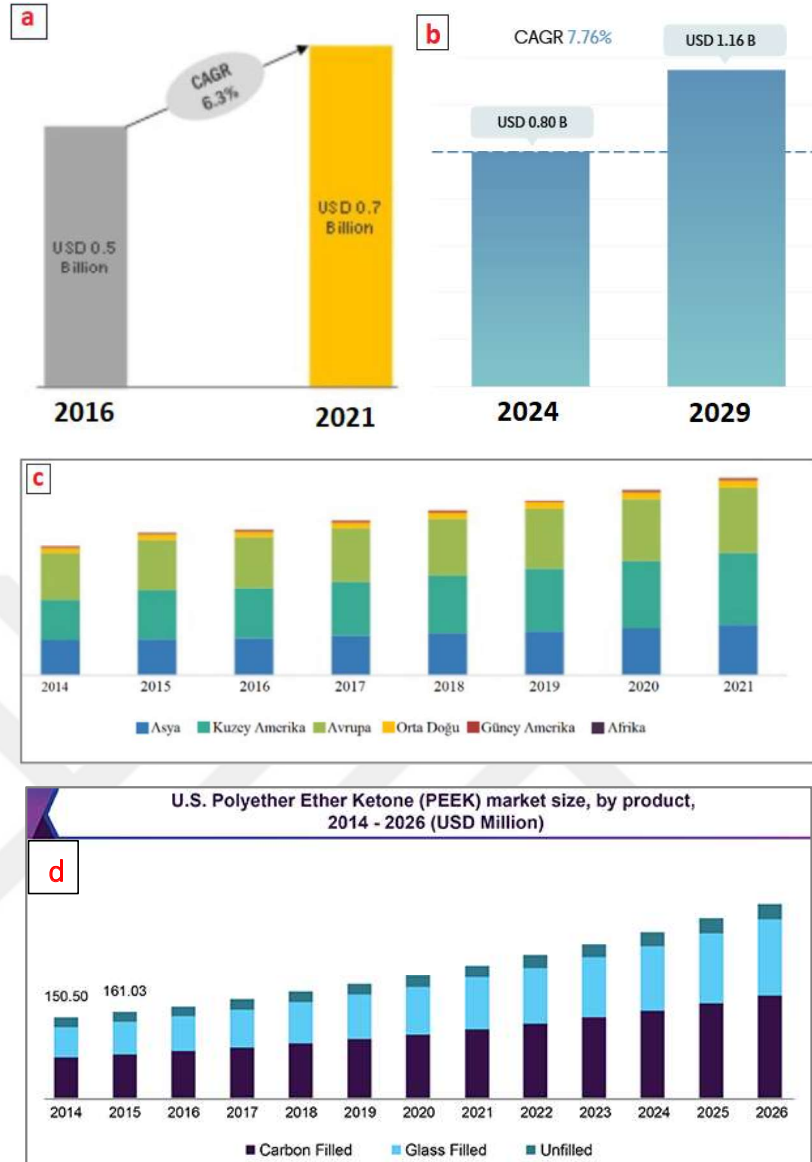
Uçak parçaları: Rami (kumaş üretimi için kullanılan eski bir lif) fiber kompozitlerinden yapılan uçak kanat kutuları ağırlıkta %12-14 azalma göstermiştir. Hibrit kenaf/cam fiber takviyeli polimer kompozitler, uçak uygulamaları için uygun olan yağmur erozyon direnciyle gelişmiş mekanik özellikler göstermiştir. Karbon fiber takviyeli silisyum karbür, uçak frenlerinde 1200°C'ye kadar sıcaklıklara dayanacak şekilde üretilmiştir.

Kablosuz sinyal iletimi: Fiber kompozit yapı katmanındaki iletken lifler, iletişim cihazlarının alıcı-vericileri için ayrı kablolarla olan gereksinimi ortadan kaldırmaktadır. Kompozitin herhangi bir katmanına voltaj uygulandığında, elektrik gücünü lifler aracılığıyla belirli elektrikli cihazlara iletmektedir.

Hubble uzay teleskopu anteni: 6061 alüminyum matris kompozit malzemede dağıtılmış P100 grafit fiberler Hubble uzay teleskopunun yüksek kazançlı antenine uygulandığında daha düşük termal genleşme katsayısına sahip yüksek sertlik elde edilmiştir [48].

4.4. Havacılıkta PEEK-CF Kompozitleri ve Ticarileşme

Pazar araştırması yapıldığında PEEK polimerine talebin yıllar boyunca arttığını; bileşik yıllık büyüme oranının % 6,3'ten 7'ye çıkacağını ve bu verilere dayanarak tüm dünyada artacağını öngörebiliriz. Saf PEEK'in yanısıra karbon ve cam dolgulu PEEK'e olan talep de günümüze kadar artmıştır (Şekil 4.8) ([http-3-http-5](#)).



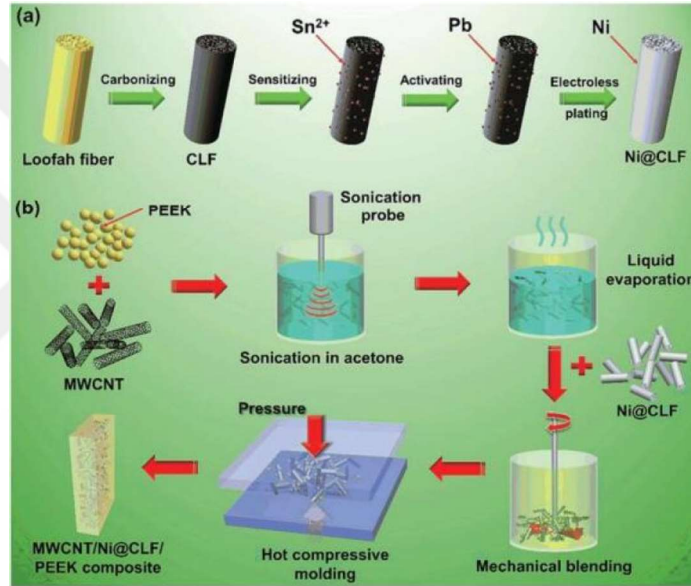
Şekil 4.8. PEEK pazar araştırması (a,b) bileşik yıllık büyüme oranı, c) bölgelere göre talep, d) ürüne göre talep (<http-3>, <http-4> ve <http-5>)

PEEK-CF kompozitleri, uzay uygulamalarında anten reflektörlerinde (<http-6>), yapısal montaj elemanlarında: tüp kelepçeleri ve montaj braketleri gibi elemanlarda, motor ve itici sistemlerde hareketli parçalarda halihazırda kullanılmaktadır (<http-7>) ve kullanım alanının artması beklenmektedir.

5. LİTERATÜR ÇALIŞMALARI

Ramgobin ve arkadaşları (2020), PEEK'in otomotiv ve havacılık sektöründe kullanılması için farklı oksijen konsantrasyonlarındaki bozunma ve yanma davranışlarını incelemiştir. Karakterizasyon için DSC-TGA, TGA-FTIR ve Piroliz-GC-MS yöntemlerini kullanmışlardır [49].

Li ve arkadaşları (2020), MWCNT/nikel kaplı karbonize kabak lifi (CLF) (Ni @ CLF)-/PEEK hazırlamıştır. Şekil 5.1'de gösterilen kompozitler, mükemmel elektromanyetik koruma özellikleri ve olağanüstü sıkıştırma performansı sergilemiştir [50].

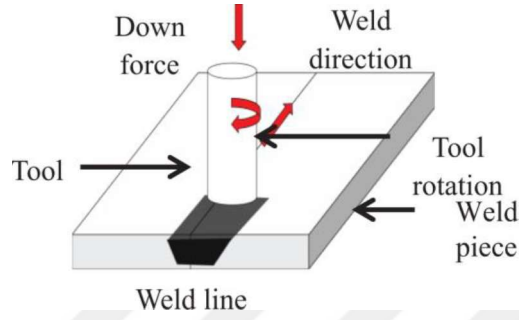


Şekil 5.1. a) Ni kaplamalı CLF ve b) MWCNT / Ni @ CLF / PEEK kompozit hazırlama sürecinin şematik gösterimi [50]

Li ve arkadaşları (2019) farklı bir çalışmada grafen nanotabakalar/karbonize kabak lifi (CLF)/PEEK kompoziti üretmiştir. Oluşturulan kompozit, yapısal ve işlevsel entegre malzemeler olarak havacılık, savaş gemileri ve özel cihazlar gibi zorlu ortamlarda uygulama potansiyeli göstermiştir. Kompozitlerin termal kararlılığı ve basma modülünde artış olmuştur [51].

Ahmed ve arkadaşları (2019), yaptıkları çalışmada, kaynak yoluyla birleşim için rastgele yönlendirilmiş kısa karbon fiber (CF) ile güçlendirilmiş PEEK tabakaları kullanmıştır (Şekil 5.2). Çünkü termoplastiklerin kaynak yoluyla birleştirilmesi mekanik birleştirmeye (vidalama gibi) göre çok sayıda avantaj sağlamaktadır. Polifenilen sülfür (PPS) ile karşılaştırma yapılmıştır. Kısa karbon fiber (CF) ile güçlendirilmiş PEEK numunelerinin yüksek çekme hızında daha yüksek gerilme mukavemetine sahip olduğu

görülmüştür. Çekme testlerine ek olarak, kaynaklı parçalardaki kaynaksız segmentlerin etkisini gözlemlemek için hem PPS hem de PEEK numuneleri için kırılma tokluğu testleri yapılmıştır. Bu çalışmada PEEK örneklerinin eklem etkinliği PPS örneklerine göre daha yüksek bulunmuştur. PEEK numunelerinin mikrografları, parça malzemelerin homojen karışımını göstermiştir [52].



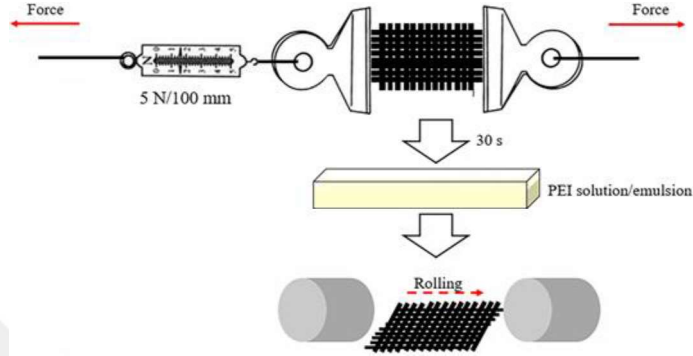
Şekil 5.2. Kaynak yoluyla birleştirilmiş PEEK [52]

Kamiyama ve arkadaşları (2018), karbon fiber takviyeli plastiklere yıldırım çarpmasının bıraktığı hasarın etkilerini incelemiştir. Bunun için çapraz-kat karbon fiber takviyeli epoksi (CF/epoksi), bizmaleimid (CF/BMI) ve polietereeterketon (CF/PEEK) kullanılmıştır. Sonuçlar karbon fiber kırılması, matris reçinesi rengindeki değişiklikler ve ön yüzeydeki tabakalaşma özellikleri incelendiğinde CF/BMI ve CF/PEEK'in CF/epoksiye kıyasla kayda değer derecede küçük hasarlar oluştuğunu göstermektedir [53].

Boman Medical Technology firması tarafından geliştirilen bir patentte enjeksiyon kalıplama ile PEEK/grafen/karbon nanotüp/karbon fiber/bor nitrit/bağlayıcı ajan (KH550) kullanarak havacılık sektörü için kompozit üretmişlerdir [54].

Tiwari ve arkadaşları (2011), CF kumaşın kimyasal reaktivitesini ve matris malzemesiyle etkileşimini arttırmak için soğuk azot oksijen plazması tekniği kullanmışlardır. İşlem görmemiş ve plazma tekniği ile modifiye edilmiş CF ile, PEI, Polietersülfon (PES) ve PEEK polimer matrisleri kullanılarak baskılı kalıplama metoduyla kompozitler hazırlanmıştır. Karbon fiber modifiyesi XPS, SEM, FTIR ve Raman Spektroskopisi kullanılarak doğrulanmıştır. Hazırlanan kompozitlerin mekanik özellikleri çekme testi, 3 nokta eğme testi, tabakalar arası kayma mukavemet testi (ILSS) kullanılarak ölçülmüştür, ayrıca fiber-matris etkileşimi adhezyon testi, SEM ve FTIR ile incelenmiştir. Plazma işleminin fiber-matris etkileşimini arttırdığı ve mekanik özelliklerini iyileştirdiğini raporlamışlardır [55].

Liu ve arkadaşları (2021), CF-PEEK etkileşimini arttırmak için karbon kumaşı polietiler imid (PEI) ile kaplayarak modifiye etmişlerdir (Şekil 5.3). PEI ile kaplanmış CF kumaşı PEEK filmleri ile katmanlar oluşturacak şekilde baskılı kalıplama yöntemiyle birleştirerek kompozit üretmişlerdir. PEI ile kaplanmış numunelerin arayüzey kayma dayanımını ve mekanik özellikleri geliştirdiğini raporlamışlardır [56].

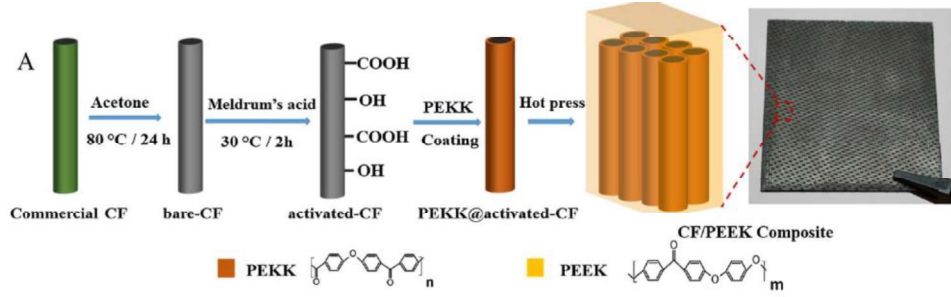


Şekil 5.3. Karbon kumaşın PEI ile kaplanması [56]

Hassan ve arkadaşları (2019), karbon fiber ve PEEK arasındaki zayıf bağlanmayı güçlendirmek için karbon fiber yüzeyini poliimit/CNT karışımı ile modifiye etmişlerdir. Modifiye edilen karbon fiber ve PEEK filmlerini baskılı kalıplama yöntemiyle kalıplamışlardır. Numunelerin ILSS, eğme mukavemetini ve modulus değerlerinin arttığını bildirmişlerdir [57].

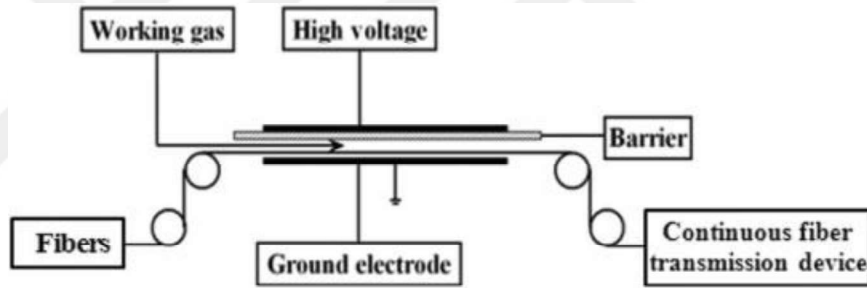
Cuiqin ve arkadaşları (2015), CF demetini farklı derişimlerdeki Meldrum asidi ile modifiye etmişlerdir. XPS, SEM, AFM, FTIR kullanarak modifikasyonu doğrulamışlardır. Epoksi ile kompozit oluşturarak ILSS ölçümünü yapmışlar ve SEM ile morfolojisini incelemişlerdir. Modifikasyonun arayüz etkileşimini arttırdığını tespit etmişlerdir [58].

Hassan ve arkadaşları (2018), CF kumaşı Meldrum asidi ile aktifleştirip PEKK ile kaplamışlardır. Ardından 8 kat modifiye edilmiş CF, 9 kat PEEK filmi kullanarak baskılı kalıplama ile kompozit üretmişlerdir (Şekil 5.4). SEM, XPS, FTIR, DMA, 3 nokta eğme, ILSS ve temas açısı ölçümü ile karakterize etmişlerdir. Bu yöntemle hazırlanan kompozitlerin PEEK/CF etkileşimini ve mekanik özellikleri arttırdığını bildirmişlerdir [59].



Şekil 5.4. Karbon kumaşın PEKK ile kaplanması [59]

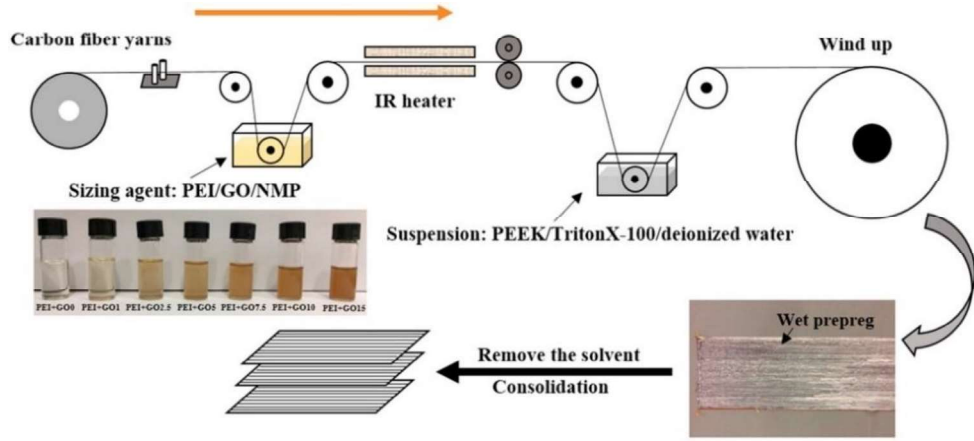
Xu ve arkadaşları (2016), karbon fiberi ve Polifenilen Sülfid (PPS) fiberi hava plazma yöntemiyle modifiye etmişlerdir (Şekil 5.5). SEM, XPS, monofilament çekme testi, temas açısı ölçümleriyle karakterize etmişlerdir. PPS/CF kompoziti ürettiklerinde ise aradaki etkileşimi mikro bağ testi ile incelemişlerdir. Ayrıca arayüz kayma dayanımı (IFSS) testi ile, plazma işleminin fiberler arası arayüz etkileşimini artırdığını raporlamışlardır [60].



Şekil 5.5. Karbon kumaşın plazma modifikasyonu [60]

Rhee ve arkadaşları (2012), CF kumaşı oksijen plazma yöntemiyle modifiye etmişlerdir. Temas açısı ölçümü ve XPS ile modifikasyon işlemini incelemişlerdir. Epoksi kullanarak kompozit hazırlamışlar ve kompozitlerin tribolojik özelliklerini incelemişlerdir. Plazma işleminin aşınma özelliğini geliştirdiğini tespit etmişlerdir [61].

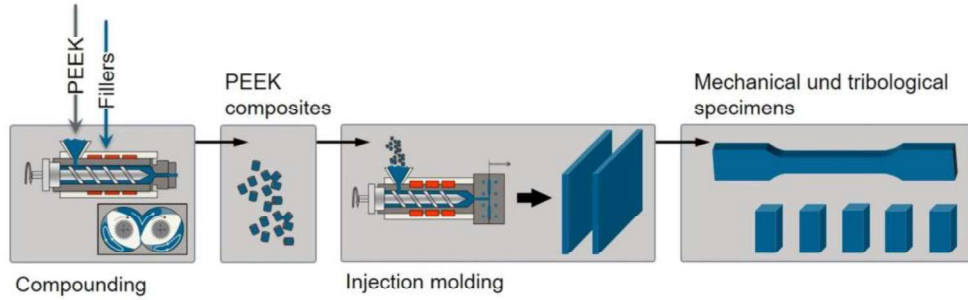
Chen ve arkadaşları (2018), karbon fiber (CF) takviyeli PEEK kompozitlerin arayüzey etkileşimlerini, farklı oranlarda polieter imid (PEI) ve grafen oksit (GO) uygulayarak iyileştirmişlerdir (Şekil 5.6) [3].



Şekil 5.6. PEEK/CF kompozit üretimi [3]

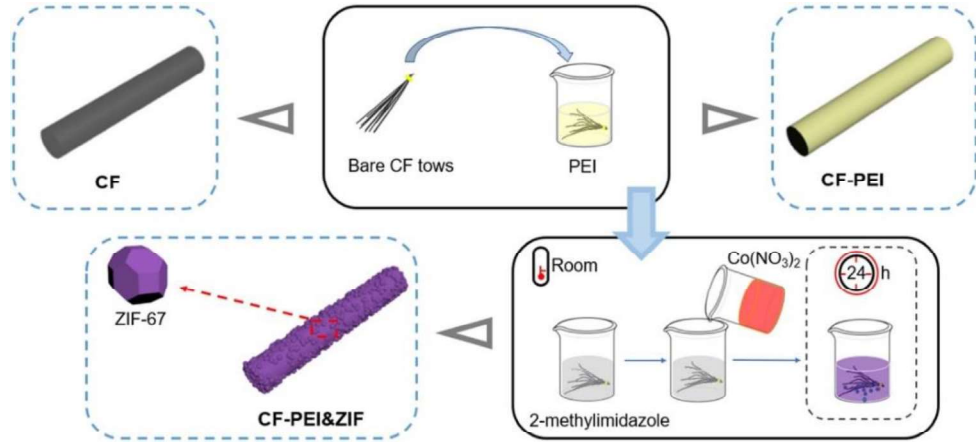
Wang ve arkadaşları (2020), poliimid kullanarak kısa karbon fiberi modifiye etmişlerdir. Ekstrüzyon ve enjeksiyon kalıplama yöntemleriyle PEEK/modifiye edilmiş karbon fiber kompozitleri üretmişlerdir. Modifiye işleminin çekme ve eğme dayanımını arttırdığı ayrıca karbon fiber ve PEEK arasındaki arayüzey bağlanmasını arttırdığını belirtmişlerdir [62].

Lin ve arkadaşları (2021), PEEK/CF/nanosilika kompozitleri üretmişlerdir (Şekil 5.7). %1 kadar nanosilika katkısının çekme dayanımını ve modulus değerini arttırdığını raporlamışlardır [63].



Şekil 5.7. PEEK/CF/nanosilika üretimi [63]

Liu ve arkadaşları (2019), PEI ve Zeolitik imidazolat çerçevenin (ZIF) sinerjik etkisini karbon fiber üzerine kaplamanın etkisini incelemişlerdir (Şekil 5.8). Karbon fiber sırasıyla PEI ve ZIF çözeltilerine daldırılarak kaplanmıştır. Karbon fiberin modifiye işleminden sonra çekme mukavemeti değişmezken, arayüzey bağlanmasını arttırdığını belirtmişlerdir. Ayrıca karbon fiber ve PEEK arasındaki interfazı geliştirdiğini bildirmişlerdir [64].



Şekil 5.8. CF modifiyesi [64]

Yang ve arkadaşları (2007), karbon fiberi nanosilika ile modifiye edilmiş epoksi ile kaplamışlardır. CF-matris arasındaki etkileşimi XPS, SEM ve ILSS testleri ile incelemişlerdir. Nanosilika ile modifiye edilen epoksinin CF yüzeyindeki hidroksil gruplarını arttırdığını raporlamışlardır [65].

Tian ve arkadaşları (2019), karbon fiberi nitrik asit ile farklı sürelerde muamele ederek yüzeye hidroksil grubu bağlamışlardır. SEM, FTIR, temas açısı ve XPS kullanarak modifiye işlemini doğrulamışlardır. Modifiye işleminin CF ve polipropilen arasındaki etkileşimi arttırdığı ve mekanik özellikleri iyileştirdiğini raporlamışlardır [66].

Martin ve arkadaşları (2016), karbon fiberler için çevre dostu bir yüzey işleme yöntemi geliştirmişlerdir. Bu araştırma için zift bazlı karbon fiberler kullanılmıştır. Araştırmacılar, PEEK karbon fiber kompozit için kristalinitenin saf PEEK ile karşılaştırıldığında %25 arttığını bildirmiştir. Yüzey işleme tabi tutulmuş kompozitin enine çekme dayanımı %17 artmıştır [67].

Pan ve arkadaşları (2016), karbon fiberlerdeki yüzey işlemlerinin, interlaminar kayma mukavemetini ve eğilme mukavemetini iyileştirmede önemli bir rol oynadığı üzerine araştırma yapmışlardır. Karbon fiberlerin yüzeyi, oksitleyici kimyasallarla ve silikon bazlı uyumlaştırıcılarla işlenerek iki farklı yöntemle modifiye edilmiştir. Uyumlaştırıcı olarak Silikophen P 80 kullanılarak, işlenmemiş karbon fiberle güçlendirilmiş PEEK kompozite kıyasla eğilme mukavemetinde yaklaşık %27 ve interlaminar kayma mukavemetinde %37 artış sağlanabileceği bildirilmiştir [68].

Niu ve arkadaşları (2018), UV radyasyonunun PEEK karbon kompozit üzerindeki etkisini araştırmışlardır. Bu araştırmacılar, atomik kuvvet mikroskobu kullanarak nano girinti yöntemi ile sertliği ve elastikiyet modülünü ölçmüşlerdir. UV radyasyonuna maruz

bırakıldığında, ilk 240 saat boyunca elastikiyet modülü ve sertlik sırasıyla %11,6 ve %48 oranında artmış ve özelliklerdeki iyileşme zincir kopmasına ve çapraz bağlanmaya atfedilmiştir. 1560 saat sonra elastikiyet modülü ve sertlik sırasıyla %38 ve %61 oranında azalmış ve bu duruma mikro deliklerin ve mikro çatlakların oluşumu sebep olarak gösterilmiştir. SEM mikrograflarıyla da doğrulanmıştır. PEEK/CF kompozit için termal yaşlandırma işleminin kullanılması ile sertliği %10 arttırdığı ve ayrıca özgül aşınma oranının yaklaşık %33 oranında azaldığı bildirilmiştir. Termal yaşlandırma işlemi nedeniyle, karbon fiber ile PEEK matrisi arasındaki arayüzde kristalleşme meydana gelmiştir [69].

6. KARBON KUMAŞ VE POLİMERİN KARAKTERİZASYONUNDA KULLANILAN YÖNTEMLER

6.1. SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu)

Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), çeşitli materyaller üzerinde yüksek çözünürlüklü görüntüler elde etmek için kullanılan bir cihazdır. Bu mikroskop türü, malzemelerin nano ve mikro ölçekteki yapısal özelliklerini incelemek için elektron demetleri kullanır. SEM, 300.000'e kadar olan büyütme oranları sunar ve bazı modern modellerde bu oran 1.000.000'e kadar çıkabilir. Bu cihaz, genellikle Enerji Dağılımlı X-ışını Spektroskopisi (EDX) ile entegre edilerek, incelenen örneklerin niteliksel ve yarı niceliksel kimyasal analizlerini sağlamaktadır. EDX ile kombinasyon halinde, SEM, sadece görsel bilgiler sağlar, aynı zamanda malzemelerin kimyasal bileşimleri hakkında değerli bilgiler sunar. Bu özellikleriyle SEM, malzeme bilimi, biyoloji, jeoloji ve yarı iletken endüstrileri gibi çok çeşitli disiplinlerde temel bir araçtır [70].

6.2. Raman spektroskopisi

Raman spektroskopisi, bir madde içindeki kimyasal bileşenleri ve moleküller arası bağları tespit etmek için, moleküllerin yapısal özelliklerini belirlemek için kullanılır. Raman spektroskopisinde, belirli dalga boyundaki bir lazer ışını numuneye gönderilir ve numunede moleküllerle etkileşime girerek saçılır. Çoğunlukla, saçılan ışın gelen ışıkla aynı frekansa sahiptir ve bu Rayleigh saçılması olarak bilinir; bu tür saçılma olaylarının %99,9'unu oluşturur. Ancak, saçılan ışınların küçük bir kısmı frekans değiştirerek Raman saçılması oluşturur, bu da moleküler titreşimlerden kaynaklanır. Raman spektroskopisinde, frekans kaymaları dalga boyunun tersi cinsinden (cm^{-1}) ifade edilir ve bu kaymalar spektrumun x ekseninde gösterilir [71, 72].

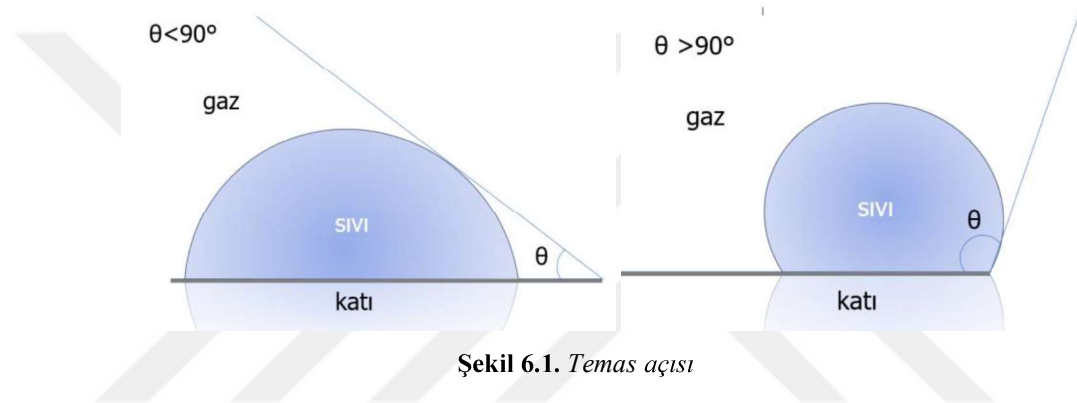
6.3. XPS (X-Işınları Fotoelektron Spektroskopisi)

Yayılan fotoelektronların bağlanma enerjileri her bir elemente ve kimyasal ortamlarına özgüdür. Ana fotoelektron pikleri herhangi bir enerji kaybı olmadan yayılan elektronlardan kaynaklanırken, yüzeyin daha derinlerinden gelen, saçılmaya ve enerji kaybına uğrayan diğer elektronlar kaynağa daha düşük kinetik enerjiyle ulaşır ve spektrumun arka planına katkıda bulunur. Bu nedenle, XPS spektrumları her bir tepe noktasının daha yüksek bağlanma enerjisi tarafına doğru arka planda karakteristik bir artış gösterir. Geleneksel olarak, iki tür spektrum, araştırma ve yüksek çözünürlüklü bölgeler kaydedilir. Daha düşük enerji çözünürlüğüne sahip araştırma spektrumu, tipik olarak 1-

1400 eV arasında geniş bir bağlanma enerjisi ölçeğini kapsar ve incelenen numunenin yüzeyinde bulunan her bir element için karakteristik pikler gösterir [73].

6.4. Yüzey Enerjisi Ölçümü

Yüzey ıslanabilirliği, bir sıvının katı bir yüzeye ne kadar iyi yayıldığını ve ona yapıştığını belirten bir özelliktir. Genellikle, bir yüzeyin ıslanabilirliği, sıvı damlasının katı yüzeye temas ettiğinde oluşturduğu temas açısıyla ölçülür. Temas açısı küçükse (genellikle 90 dereceden az), sıvı yüzeye iyi yapışır ve yüzey "iyi ıslanabilir" olarak kabul edilir; büyük temas açıları (90 dereceden fazla) ise yüzeyin düşük ıslanabilirliğini gösterir (Şekil 6.1).



Şekil 6.1. Temas açısı

Islanabilirlik, yüzey enerjisi gibi özelliklerle de ilişkilidir; yüzey enerjisi yüksek olan malzemeler genellikle daha iyi ıslanabilir özelliklere sahiptir. Islanabilirliği için, yüzeylerin temas açısı ve yüzey enerjisi (γ^S), polar bileşen (γ_p^S) ve dispersif bileşeni (γ_d^S) hesaplanır. Katıların yüzey enerjisini ölçmek için Owens ve Wendt metodunda aşağıdaki denklem 6.1 kullanılarak yararlanılır.

$$\gamma_l(1 + \cos\theta) = 2(\sqrt{\gamma_l^d \cdot \gamma_s^d} + \sqrt{\gamma_l^p \cdot \gamma_s^p}) \quad (6.1)$$

Bu denklemde, θ ölçülen temas açısıdır. Yüzey ile temas eden test sıvıları için γ_l , γ_l^d ve γ_l^p bilinmelidir. Katı yüzey enerjisinin dağılma ve polar bileşenlerini elde etmek için eğim ve kesişim noktasına sahip doğrusal bir denklem uygulanır ve γ^S , γ_p^S ve γ_d^S 'nin toplanmasıyla hesaplanabilir [56].

Yapışma kuvveti (W_a), iki malzeme arasındaki ara yüzeyde oluşan bağların kuvvetini tanımlamaktadır. Termodinamik olarak, yüzey enerjileri üzerinden Young-Dupré denklemi kullanılarak hesaplanır (Denklem 6.2).

$$W_a = \gamma_l(1 + \cos\theta) \quad (6.2)$$

Yapışma kuvveti, ara yüzeyde oluşan moleküler etkileşimlerin (van der Waals, hidrojen bağları veya kovalent bağlar) bir sonucu olarak ortaya çıkar ve malzeme yüzeylerinin modifikasyonu veya yüzey işlem teknikleri ile iyileştirilebilir. Polimer ve kompozit malzemelerin yüzey enerjisinin artırılması, yapışma kuvvetini artırarak mekanik performansı iyileştiren önemli bir parametredir [74].

6.5. Yoğunluk Ölçümü

Arşimet prensibi, bir nesnenin suya veya başka bir sıvıya batırıldığında, üzerine uygulanan kuvvetin, nesnenin yer değiştirdiği sıvının ağırlığına eşit olduğunu belirtir. Bu prensip, bir nesnenin yoğunluğunu (kütle birimi başına hacim) ölçmede kullanılır.

Nesnenin havadaki kuru ağırlığı (m_{hava}) hassas bir terazi kullanarak ölçülür, nesnenin yoğunluğu bilinen bir sıvı içindeki ağırlığı (m_{sivi}) ölçülür. Bu yöntem, nesnenin sıvı içindeki ağırlığının ölçülmesine dayanır ve yer değiştirdiği sıvının hacmi ile nesnenin yoğunluğu arasında denklem 6.3'teki gibi doğrudan bir ilişki kurar [75].

$$\rho = \frac{m_{hava}}{m_{hava} - m_{sivi}} * \rho_{sivi} \quad (6.3)$$

6.6. FTIR

FTIR (Fourier Transform Infrared Spectroscopy), malzemelerin moleküler yapılarını ve kimyasal bileşimlerini analiz etmek için kullanılan bir spektroskopi tekniğidir, örneklerdeki kimyasal grupların ve bağların tespit edilmesine olanak tanır. Bu yöntem, moleküler düzeyde nasıl bir yapıya sahip olduğunun anlaşılmasına yardımcı olur. FTIR, moleküllerin kızılötesi ışığı emilim şekillerini ölçerek çalışır. Her molekül, kendine özgü bir kızılötesi emilim spektrumuna sahiptir, bu da onları tespit etmek ve analiz etmek için kullanılabilecek bir "kimyasal parmak izi" gibi davranır [76].

6.7. Çekme Testi

Polimerlerin uygulanabilirliği ve hizmet süresi, fiziksel ve mekanik özelliklerinin bozulmasıyla sınırlıdır. Bir malzeme yüksek gerilim deformasyonuna maruz kalırsa, kalıcı olarak deforme olur (plastik deformasyon) ve sonunda başarısız olur. Yeterince düşük gerilimler ve gerilimler için, polimerik malzeme doğrusal elastik bir katı gibi davranır. Gerilim-gerinim eğrisindeki yerel maksimum, verim (akma) noktası olarak adlandırılır ve sisteme daha az yük verdiğini gösterir. Karşılık gelen gerilim ve uzamaya, akma dayanımı ve akma noktası uzaması denir. Akma noktasının ötesinde malzeme önemli ölçüde gerilir ve bu bölgeye plastik bölge denir. Daha fazla uzama, gerilim sertleşmesine ve malzemenin nihai kopmasına yol açar. Kopma noktasında karşılık gelen

gerilim ve gerilime, nihai dayanım ve kopmada uzama denir. Polimerik bir malzemenin gerilim-şekil değiştirme davranışı, moleküler özellikler, mikro yapı, gerinim hızı ve sıcaklık gibi çeşitli parametrelere bağlıdır [77].

6.8. Darbe Dayanımı Testi

Darbe testi, bir malzemenin ani bir yükleme altında tepkisini değerlendirmek amacıyla yapılan bir testtir. Bu test özellikle mühendislik malzemelerinin tokluk, kırılmalık, çentik hassasiyeti ve darbe mukavemetini ölçmek için kullanılır. Darbe testleri, malzemenin yüksek hızda yüke karşı dayanıklılığını belirlemeye yardımcı olur, bu da ürün sorumluluğu ve güvenlik açısından önemlidir. En yaygın darbe testleri Charpy ve Izod testleridir. Charpy testinde, çentikli bir numune yatay olarak iki dikey çubuk arasına yerleştirilir ve bir kaldıraç koluyla numunenin çentikli yüzüne vurulur. Izod testinde ise numune dikey olarak tutulur ve çentik çarpına dönük olacak şekilde yerleştirilir. Her iki test de numunenin kırılmasına neden olan darbe yükü altında emilen enerjiyi ölçer. Darbe testlerinin yapılmaması, malzemenin beklenmedik koşullar altında nasıl performans göstereceğini bilmemek anlamına gelir. Bu nedenle, özellikle savunma, havacılık, otomotiv ve inşaat gibi alanlarda malzemelerin darbe dayanıklılığını anlamak kritik önem taşır. Bu testler, malzemelerin tasarım ve kalite kontrol süreçlerinde de önemli bir rol oynar, çünkü malzemelerin beklenen performans standartlarını karşılayıp karşılamadığını doğrulamak için gereklidir [78].

6.9. ILSS

Tabakalar arası kayma mukavemeti (ILSS), fiber takviyeli polimer kompozitlerin kritik bir özelliği olarak kabul edilir ve kompozitin, katmanlar arası kayma gerilimlerine karşı gösterdiği dayanıklılığı ve bağların ayrışmadan (delaminasyon) korunma kabiliyetini yansıtır. Bu özellik, malzemelerin yüksek yük ve çevresel koşullar altında yapısal bozulma göstermeden kullanıldığı havacılık ve otomotiv gibi sektörlerde büyük önem taşır.

Yüksek bir ILSS değeri, fiberler ile matris arasında sağlam bir yapışmanın olduğunu ve bu yapışmanın malzemenin genel mekanik performansına önemli ölçüde katkıda bulunduğunu gösterir. Bu özellik, mekanik yüklerin katmanların birbirinin üzerinde kaymasına neden olabileceği uygulamalarda kritik öneme sahiptir ve bu durum yapısal başarısızlıklara yol açabilir. ILSS, fiber ve matrisin türü, fiber-matris arayüzeyi, fiber yönelimi ve kompozit içerisindeki boşluk veya kusurlar gibi çeşitli faktörlerden etkilenebilir.

Kompozit malzemelerin servis koşulları altında nasıl performans gösterdiğini anlamak ve öngörmek için fiber-matris arayüzünü kimyasal işlemler veya bağlayıcı ajanlar ile geliştirme üzerine yoğunlaşmaktadır. Bu sayede, kompozitlerin beklenen kullanım koşullarında performans göstermesi ve yapısal bütünlüğünü koruması sağlanmaktadır [79].

6.10. 3 Nokta Eğme Testi

Üç nokta eğme testi, fiber takviyeli polimer kompozitlerin mekanik özelliklerini değerlendirmek için kullanılan bir yöntemdir. Bu test, özellikle kompozitin eğilme mukavemeti ve modülünü belirlemek amacıyla kullanılır. Bir numunenin üzerine üç noktada yük uygulanarak yapılır: iki destek noktası ve ortada bir yükleme noktası.

Test sırasında, numune belirlenen bir hızda eğilirken, uygulanan kuvvet ve numunenin ne kadar eğildiği kaydedilir. Numunenin en yüksek gerilimi taşıyabileceği noktaya kadar yük uygulanır. Bu maksimum yük, malzemenin eğilme mukavemeti olarak kabul edilir. Ayrıca, numunenin eğilme sırasında gösterdiği elastik ve plastik deformasyonlar da değerlendirilir.

Üç nokta eğme testi, malzemenin yapısal bütünlüğünü ve yük altında performansını anlamak için kritik öneme sahiptir. Bu test, malzemenin mühendislik uygulamalarında nasıl davranacağını öngörmek için gerekli olan temel mekanik parametrelerin belirlenmesinde kullanılır [79].

6.11. LOI (Limit Oksijen İndeksi)

LOI testi, bir malzemenin yanabilirliğini değerlendirmek için kullanılır ve malzemenin yanabilmesi için gereken minimum oksijen konsantrasyonunun yüzdesini belirler. Bu test, bir malzemenin ne kadar zor yandığını gösterir ve özellikle havacılık, otomotiv ve inşaat gibi alanlarda güvenlik açısından önemlidir.

LOI testi, küçük bir malzeme örneğinin bir tüpe yerleştirildiği ve tüp içindeki oksijen ile azot oranının ayarlandığı kontrollü bir ortamda gerçekleştirilir. Test sırasında, örnek yavaşça ısıtılarak tutuşma noktasına kadar getirilir. İşlem sırasında, malzemenin tutuşabilmesi için gerekli minimum oksijen yüzdesi belirlenir. Eğer malzeme, atmosferde bulunan oksijen seviyesinden daha düşük bir seviyede bile yanmaya devam ederse, bu malzemenin alevlere karşı daha dirençli olduğu anlamına gelir [80].

6.12. DMA (Dinamik Mekanik Analiz)

DMA, malzemelerin mekanik ve viskoelastik özelliklerini, sıcaklık veya frekans gibi değişken parametrelere bağlı olarak ölçen bir test yöntemidir. DMA, sıcaklık

fonksiyonu olarak depolama modülü (E') ve tan delta ($\tan \delta$) değişimini ölçer. Bu ölçümler, kompozitlerin sertliğindeki artışları ve kompozit matrisi ile fiber arasındaki etkileşimlerin iyileşmesini gösterebilir.

6.13. TGA (Termogravimetrik analiz)

TGA, bir malzemenin farklı sıcaklık derecelerinde ağırlık değişimini ölçen bir teknik olarak tanımlanır. Bu yöntem, malzemelerin termal stabilitesini ve kompozisyonunu belirlemek için kullanılır. Örneğin, bir malzemenin hangi sıcaklıkta bozulmaya başladığını, bozulma sıcaklığını ve bozunma sırasında kaybedilen kütle miktarını tespit etmek için kullanılır. Ayrıca, malzemelerin termal özelliklerini daha ayrıntılı bir şekilde incelemek ve örneğin nemi, uçucu bileşenler veya dolgu maddeleri gibi bileşenlerin ayrıştırılmasını analiz etmek için de kullanılır. TGA yönteminde malzemelerin ısı işlem sırasında ağırlık kaybını veya kazancını kaydeden bir cihaz kullanılır. Örnek yerleştirilir ve kontrollü bir atmosfer altında, genellikle bir azot akışı altında, belirli bir sıcaklık programına tabi tutulur. Cihaz, örneğin ağırlığını sürekli olarak ölçer ve sıcaklık arttıkça ağırlık değişimlerini kaydeder. Bu veriler, örneğin çeşitli sıcaklıklarda nasıl davrandığını gösterir ve uçucu maddelerin buharlaşması, oksidasyon ya da diğer kimyasal değişimler gibi süreçleri izlemek için kullanılabilir [81].

6.14. DSC (Diferansiyel Taramalı Kalorimetri)

DSC, bir malzeme ve bir referansın ısı akış hızındaki farkının sıcaklık değişimi sırasında ölçüldüğü bir tekniktir. DSC, malzeme ve referansın kontrollü bir sıcaklık programına tabi tutulduğu bir durumda uygulanır. Bu yöntem, farklı maddelerin termal özelliklerini, örneğin faz geçişleri, oksidasyon veya diğer kimyasal reaksiyonları incelemek için kullanılır.

DSC cihazları temel olarak iki ana tipte bulunur: ısı akışı ve güç kompanzasyonu DSC'leri. Her iki tip de numune ve referans arasında sıcaklık farkını ölçer ve bu fark üzerinden numunenin ısı akışını hesaplar. Isı akışı DSC'lerinde, numune ve referans genellikle bir ısıtıcı bloğa yerleştirilir ve bu blok üzerindeki sıcaklık farkları ölçülür. Güç kompanzasyonu DSC'lerinde ise, numune ve referans için ayrı ısıtıcılar kullanılır ve her biri için gerekli ısıtma gücü doğrudan ölçülür.

DSC analizinin temel prensibi, numune üzerinde meydana gelen fiziksel veya kimyasal değişikliklerin ısı emilimi veya salınımı yoluyla tespit edilmesidir. Örneğin, bir polimerin camsı geçiş sıcaklığı, erime ve kristalleşme sıcaklıkları gibi termal özellikler

DSC kullanılarak tespit edilebilir. DSC ayrıca, reaksiyon kinetiği, çözünürlük sıcaklığı ve çapraz bağlanma gibi olayları incelemek için de kullanılır [81].

Polimerlerin ve kompozitlerin kristallenme derecelerinin (X_c) hesaplanması aşağıdaki denklem 6.4 ile gerçekleştirilir. Burada α matrisin kütle oranını, ΔH_m erime entalpisini, ΔH_c erime entalpisini ΔH_m^0 polimerin teorik kristallenme entalpisini gösterir. PEEK için ΔH_m^0 değeri 130 J/g kabul edilmiştir [82, 83].

$$X_c = \frac{\Delta H_m}{\Delta H_m^0 \alpha} \times 100\% \quad (6.4)$$

7. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

7.1. Kullanılan Malzemeler

Bu çalışmada kullanılan malzemelerin özellikleri Tablo 7.1’de verilmiştir.

Tablo 7.1. *Deneyisel çalışmada kullanılan malzemelerin özellikleri*

Malzeme	Özellikleri
Karbon kumaş (CF) (Dost Kimya)	Alan ağırlığı: 200 g/m ² Kalınlık: 0,327 mm Çekme dayanımı: 3950 MPa Dokuma tipi: 2x2 twill Filament sayısı: 3000 twill
PEEK (Röchling, SUSTAPEEK natural)	Yoğunluk: 1,3 g/cm ³ Su absorpsiyonu: % 0,2 Akma gerilimi: 110 MPa Kopmada uzama: %20 Erime sıcaklığı: 343°C Termal iletkenlik: 0,25 W/(m.K)
PEI (Sigma-Aldrich)	Yoğunluk: 1,27 g/mL Erime indeksi: 18 g/10 dk (337°C/6,6 kg) Camsı geçiş sıcaklığı: 216°C Young modülü: 2900-3000 MPa
Aseton (Honeywell)	Saflık: >99,5% Kaynama sıcaklığı: 65°C
Meldrum asidi (Tokyo Chemical Industry Co.),	Saflık: ≥98% Erime sıcaklığı: 94-97°C
Nitrik asit (Carlo Erba Reagents)	Saflık: >65% Yoğunluk: 1,38-1,40 g/cm ³
Etanol (ISOLAB Chemicals)	Saflık: ≥99,9% Kaynama sıcaklığı: 78°C
N-Metil-2-Pirrolidon (NMP, Thermo Scientific)	Saflık: %99 Kaynama sıcaklığı: 202°C
Silika (SiO ₂ , Thermo Scientific)	Spesifik yüzey alanı: 175-225 m ² /g
Kalıp ayırıcı (Frekote)	Kullanım sıcaklığı: 400°C
Etilen glikol (VWR Chemicals)	Yoğunluk: 1,11 g/cm ³ Kaynama sıcaklığı: 196-198°C
1-Bromonaftalin (Tokyo Chemical Industry)	Saflık: >%95 Kaynama sıcaklığı: 282°C

7.2. Karbon Kumaşın Modifiyesi

7.2.1. Karbon kumaşın yüzey modifikasyonu

Karbon kumaşın yüzey işlemlerinde kullanılan işlem-sıcaklık-süre parametreleri Tablo 7.2’de, fotoğrafları Görsel 7.1’de verilmiştir. Karbon kumaşın yüzeyindeki kirlilikleri gidermek amacıyla asetonla muamele edilmiştir. İşlem görmemiş karbon kumaş CF (X) olarak isimlendirilirken oda sıcaklığında asetonla bekletilen numune CF, 80°C’de asetonla temizlenen numune CF-W olarak isimlendirilmiştir. Meldrum asidi (CF-M) ve nitrik asitle (CF-N) muamele işlemleri asetonla temizlendikten sonra ve karbon yüzeyinde hidroksil ve karboksil bağları oluşumunu sağlamak amacıyla uygulanmıştır. 80°C’de yapılan asetonla yıkama işlemi ve tüm nitrik asit modifiye işlemleri geri soğutuculu sisteme bağlanarak yapılmıştır.

Tablo 7.2. Karbon kumaşın modifikasyonu için yapılan işlemler ve parametreler

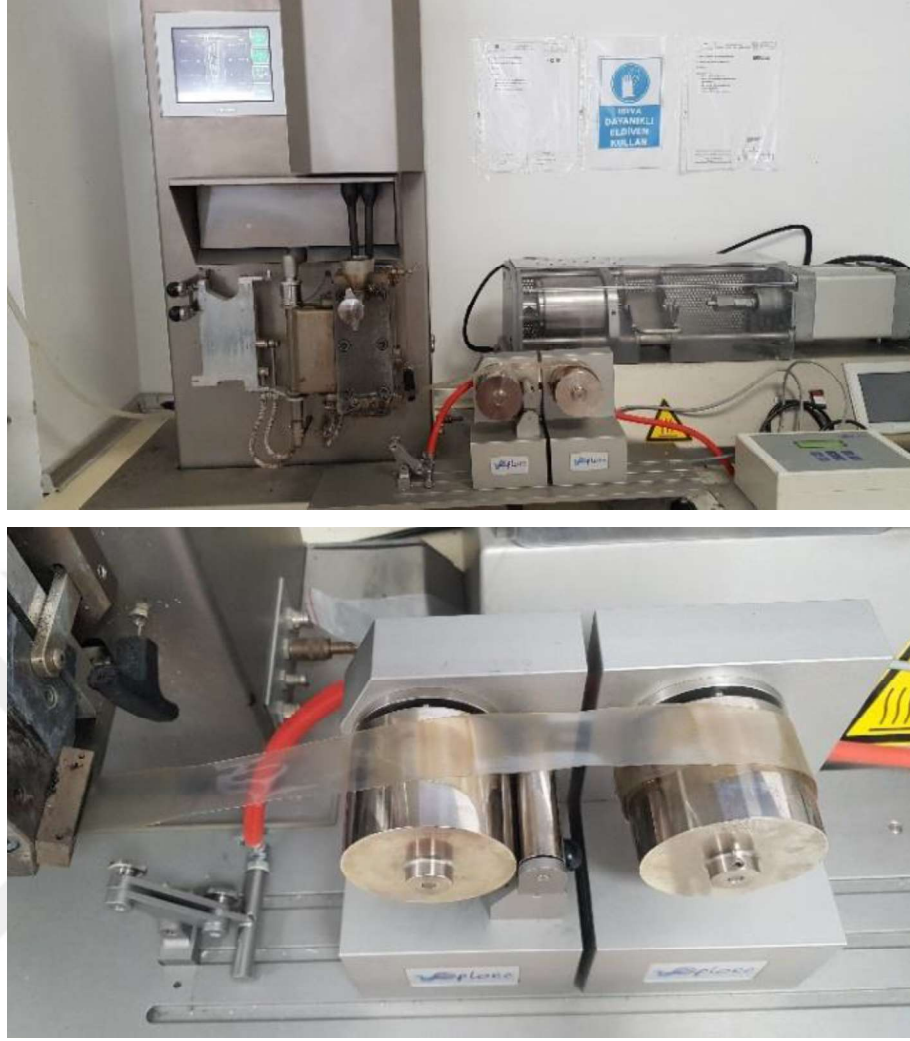
	Numune	Yapılan işlem	Sıcaklık	Süre	Modifiye işlemi sonrası yıkama
1	CF (X)	İşlem görmemiş	-	-	-
2	CF	Asetonda yıkama	20°C	24 saat	Su
3	CF-W	Asetonda yıkama	80°C	24 saat	Su
4	CF-M (2)	Meldrum asidi modifikasyonu	30°C	2 saat	Su
5	CF-M (2)- A	Meldrum asidi modifikasyonu	30°C	2 saat	Aseton, 3 saat, 30°C
6	CF-M (3)	Meldrum asidi modifikasyonu	30°C	3 saat	Su
7	CF-M (3)- A	Meldrum asidi modifikasyonu	30°C	3 saat	Aseton, 3 saat, 30°C
8	CF-N	Nitrik asit modifikasyonu	110°C	2 saat	Su
9	CF-N-M (2)	Nitrik asit + Meldrum asidi modifikasyonu	Nitrik asit: 110°C + Meldrum asidi: 30°C	Nitrik asit: 2 saat + Meldrum asidi: 2 saat	Su
10	CF-N-M (3)	Nitrik asit + Meldrum asidi modifikasyonu	Nitrik asit: 110°C + Meldrum asidi: 30°C	Nitrik asit: 2 saat + Meldrum asidi: 3 saat	Su



Görsel 7.1. CF modifikasyonunda kullanılan deney düzenekleri a) CF, b) CF-W, c) CF-M (3)-A, d) CF-N

7.2.2. Karbon kumaşın PEI ile modifiyesi

Karbon kumaşın modifiyesi için karbon kumaşa karşı ıslanabilirliği yüksek bir malzeme olan PEI kullanılmıştır [84]. Karbon kumaşı PEI ile modifiye etmek için iki farklı işlem; ekstrüzyon ve elektroegirme yöntemleri denenmiştir. Tüm işlemlerden önce PEI'nin nemini gidermek amacıyla gece boyu etüvde 80°C'de bekletilmiştir. PEI granülleri DSM Xplore marka çift vidalı (Micro 15 cc Twin Screw Compounder) ekstrüdere beslenip 3 dakika karıştırılmıştır. Ekstrüder çıkışı, DSM Xplore film çekme aparatına bağlanarak 0,1 mm kalınlıkta oda sıcaklığında soğutularak PEI filmleri elde edilmiştir. Ekstrüzyon sıcaklığı 370°C, vidaların dönme hızı 100 rpm olarak ayarlanmıştır (Görsel 7.2).



Görsel 7.2. Ekstrüder ve film çekme aparatı

Diğer bir modifikasyon yöntemi olarak elektroegirme yöntemi kullanılmıştır (Görsel 7.3). Bu yöntem ile karbon kumaşın her iki yüzeyi de kaplanmıştır. Şırıngaya konulmak üzere 30 mL çözelti hazırlanmıştır. Çözelti hazırlarken PEI granülleri NMP içerisinde manyetik karıştırıcıda 60°C’de gece boyu çözünmeye bırakılmıştır.

PEI kaplamasına ilave olarak nanoparçacık eklenmesi arayüzeydeki bağlanmaları ve dolayısıyla ILSS, eğme mukavemeti gibi değerleri arttırmaktadır [85]. Bu sebeple bu çalışmada PEI/silika kullanılmıştır. Silika katkılı numunelerde PEI ile birlikte PEI’nin ağırlıkça %1 ve %2’si kadar silika eklenip manyetik karıştırıcı kullanılarak 60°C’de gece boyu çözünmeye bırakılan çözelti, 2 dakika sonikasyon cihazında homojenize edilmiştir. Çözelti şırınga içerisinde elektroegirme sistemine yerleştirilmiştir. Karbon kumaş cihaz içerisinde yukarı sabitlenmiş, şırıngaya bağlı iğne ucu ve karbon kumaş arasındaki mesafe 20 cm olarak sabit tutularak voltaj verilmiştir. Taylor konisi oluşmaya başladığı an karbon

kumaşların üzeri PEI nanofiberlerle kaplanmaya başlanmıştır [45]. Kaplama süresince kaplama süresi 60 ve 120 saniye, PEI derişimi %10-%25, voltaj 16 kV-45 kV, ayrıca şırınga akış hızı 0,15 mL/sa-1,15 mL/sa aralıklarında denenmiştir. Tüm parametreler denendikten sonra SEM’de nanofiber oluşumları gözlenmiştir ve CF modifiyelerine bu koşullarda devam edilmiştir.



Görsel 7.3. Elektroğirme cihazı

7.3. Karbon Kumaşın Karakterizasyonu

7.3.1. SEM Analizi

Karbon kumaşların yüzey morfolojisi ZEISS SUPRA VP50 marka taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelenmiştir. Yüzey morfolojisi incelenmeden önce numuneler AGAR sputter kaplama cihazında 15 saniye altın-paladyumla kaplanmıştır. Numuneden 1 kX ve 2 kX büyütmelemlerde 5 kV voltaj altında görüntüler alınmıştır. Karbon kumaşların elementel bileşimlerinin belirlenmesinde EDX (Enerji Dağılımlı X-ışını Spektroskopisi) kullanılmıştır. Numunelerin 30 saniyelik yüzey taramaları yapılmış ve elde edilen karakteristik X-ışını sinyalleri doğrultusunda elementel dağılım ölçülmüştür.

7.3.2. Raman Spektroskopisi

Karbon kumaşların yüzey kimyası Görsel 7.4’te verilen RENISHAW inVia Raman Microscope marka cihazda, 532 nm lazer (2,33 eV) uyarımı ve 100 objektif lens kullanılarak incelenmiştir. Numunenin zarar görmesini engellemek için lazer gücü 1

mW'ın altında tutulmuştur. I_D/I_G oranının istatistiksel histogramını oluşturmak için her örnek için ve 50 spektrum kaydedilmiştir.



Görsel 7.4. Raman spektroskopisi cihazı

7.3.3. XPS (X-Işınları Fotoelektron Spektroskopisi)

Karbon kumaşların yüzey kimyası Thermo Scientific K-Alpha marka ve modele sahip X-Işınları Fotoelektron Spektroskopisi (XPS) ile incelenmiştir. Analizler monokromatik bir Al-K α X-ışını kaynağı ve 300 μ m çapında bir ışın büyüklüğü ile 50 eV geçiş enerjisi uygulayan 1 eV tarama hızı ile -10 ile 1350 eV bağlanma enerjileri arasında gerçekleştirilmiştir.

7.3.4. Yüzey Enerjisi Ölçümü

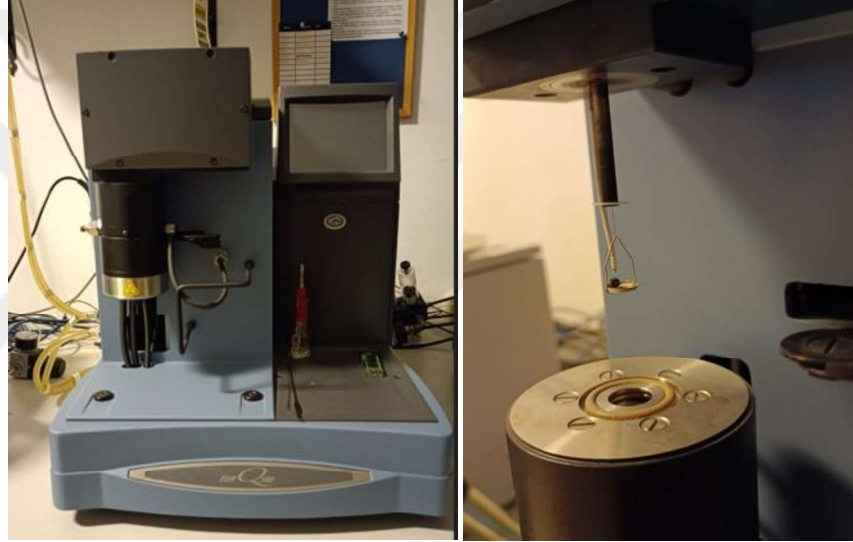
PEEK filmi ve CF'lerin temas açısı ölçümleri Attension Tensiometer cihazında yapılmıştır. Ölçümler için numuneler 3x3 cm boyutlarında kesilerek numune tutucuya yerleştirilmiş ve mikrosırınga ile 2 μ l sıvı, numunelerin üzerine damlatılarak ölçüm alınmıştır. Üç ölçüm yapıp ortalamaları alınarak temas açıları bulunmuştur. Elde edilen temas açısı değerleri, Owens-Wendt-Rabel ve Kaelble (OWRK) yöntemi kullanılarak yüzey enerjisi bileşenlerine ayrıştırılmıştır. Polar bileşen için saf su, hem dispersif hem polar bileşen için etilen glikol, dispersif bileşen için bromonaftalinin Tablo 7.3'teki değerleri kullanılmıştır. Bu yöntemle, polar ve dispersan bileşenlerin katkıları hesaplanarak toplam yüzey enerjisi belirlenmiştir [21].

Tablo 7.3. Sıvıların yüzey enerjileri [86]

Sıvı	γ_l^d (mJ/m ²)	γ_l^p (mJ/m ²)	γ_l (mJ/m ²)
Su	21,8	51,0	72,8
Etilen Glikol	29,0	19,0	48,0
Bromonaftalin	44,6	0	44,6

7.3.5. TGA

Karbon kumaşların termogravimetrik analizi Görsel 7.5'te verilen TA Instruments Q500 cihazı kullanılarak yapılmıştır. 5 mg numune tartılarak platin pan içerisinde 10°C/dk ısıtma hızıyla 850°C'ye kadar azot ortamında ısıtılmıştır.



Görsel 7.5. TGA cihazı ve numunenin pana yerleştirilmesi

7.4. PEEK-CF Kompozit Üretimi

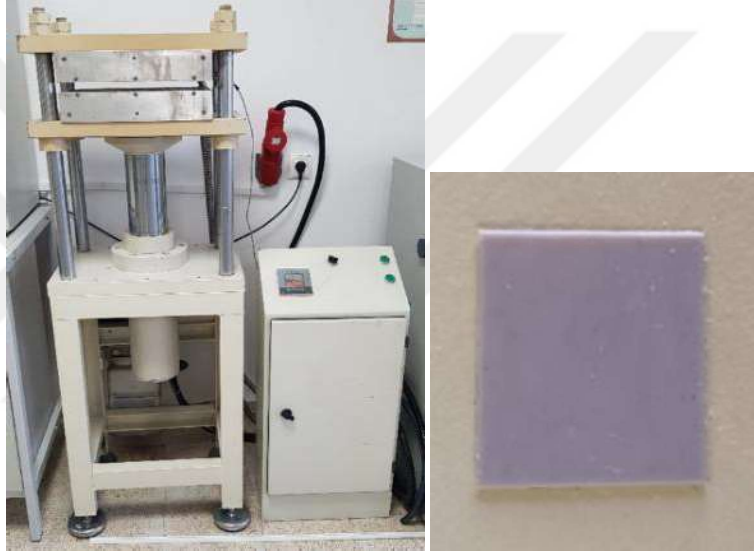
PEEK film üretimi

Havacılık sanayinde kullanılan PEEK'in CNC atıkları (Görsel 7.6-a, plastik kırıcı makineyle öğütülerek granül haline getirilmiştir (Görsel 7.6-b).

PEEK granülleri Görsel 7.7-a'da görülen sıcak preste 350°C sıcaklık ve 20 bar basınçta baskılı kalıplama yöntemiyle Görsel 7.7-b'de görülen 0,2 mm kalınlığında PEEK filmleri haline getirilmiştir. 10 gram tartılan PEEK granülleri 20x20 cm boyutunda 120 µm kalınlıktaki 2 alüminyum folyo arasında 10x10 cm çelik çerçeve kullanılarak film haline getirilmiştir. 5 dakika ön ısıtma yapılmış, 5 dakika süre ile ise basınç uygulanmış ve oda sıcaklığında soğutulmuştur.



Görsel 7.6. PEEK



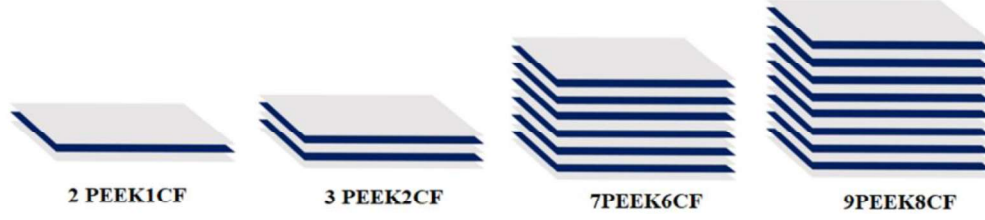
Görsel 7.7. Sıcak pres ve üretilen PEEK filmi

PEEK-CF kompozit üretimi

Modifiye edilmemiş ve modifiye edilmiş karbon kumaşlar ve PEEK sıcak preste 350°C sıcaklık ve 120 bar basınçta sırasıyla PEEK film-karbon kumaş-PEEK film olacak şekilde baskılı kalıplama yöntemiyle üretilmiştir. PEEK, CF ve PEI içeren çok katmanlı kompozitler için literatürde 350°C sıcaklık kullanılarak üretim yapılmıştır. Bu sıcaklığın PEEK'in erime noktasının üzerinde olması polimerin akışkanlığını sağlarken kompozitin delaminasyonunu önleyecek kadar güçlü bir arayüz oluşmasını sağlamaktadır [84].

Karbon kumaşlar 10x10 cm ölçülerinde kesilmiştir ve PEEK-CF kompozitleri 40x40 cm boyutunda 120 µm kalınlıktaki 2 alüminyum folyo arasında 10x10 cm çelik çerçeve kullanılarak film haline getirilmiştir. Şekil 7.1'de gösterildiği gibi 3, 5, 13, 17 katmanlı kompozitler elde edilmiştir ve sırasıyla 2PEEK1CF, 3PEEK2CF, 7PEEK6CF

ve 9PEEK8CF olarak isimlendirilmişlerdir. Kompozitler oda sıcaklığında soğutulmuştur. Kompozitlerin kalınlıkları Tablo 7.4'te verilmiştir.

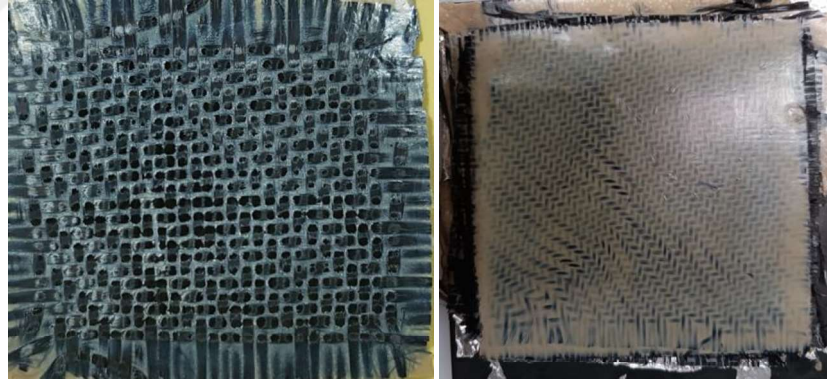


Şekil 7.1. 3, 5, 13 ve 17 katmanlı PEEK-CF kompozitleri

Tablo 7.4. Kompozit kalınlıkları

Katman sayısı	Kompozit ismi	Kalınlık (mm)
1 katman	PEEK	0,47±0,03
3 katman	2 PEEK 1 CF	0,38±0,02
5 katman	3 PEEK 2 CF	0,60±0,02
13 katman	7 PEEK 6 CF	2,29±0,08
17 katman	9 PEEK 8 CF	2,53±0,08

Görsel 7.8'de üretilen 3 ve 13 katlı numunelerin fotoğrafları verilmiştir.



Görsel 7.8. 3 ve 13 katmanlı PEEK-CF kompozitleri

Kompozitler Görsel 7.9'da görülen CNC router freze ile 0-90° yönünde istenilen boyutlarda kesilmiştir. Çekme numuneleri ISO 527-2 5A standardına göre 75 mm boyunda dog-bone şeklinde, darbe ve LOI numuneleri için ISO 180-1A standardına göre 10 mm * 80 mm, 3 nokta eğme testi için ASTM D790 standardına göre 25 mm * 127 mm, ILSS testi için ASTM D2344 standardında 6,35 mm * 25,4 mm, DMA için EN 6032 standardında 10 mm * 35 mm boyutlarında numuneler hazırlanmıştır.

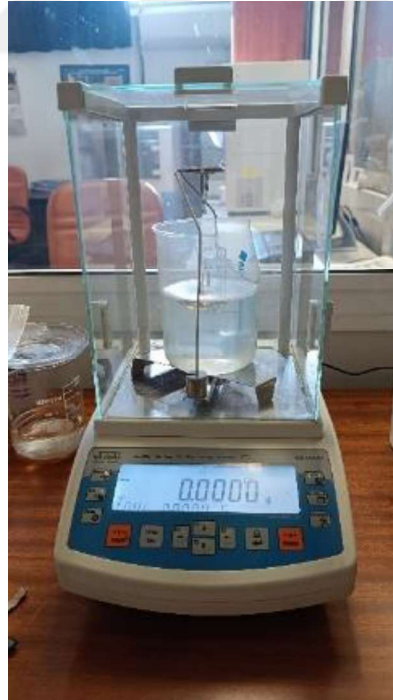


Görsel 7.9. CNC freze

7.5. PEEK-CF Kompozit Karakterizasyonu

7.5.1. Yoğunluk Ölçümü

PEEK ve kompozitlerin yoğunlukları için Görsel 7.10’da görülen Radwag AS 220.R2 analitik terazi kullanılmıştır. Metal bir askı ile malzemenin havadaki ve suyun içerisindeki ağırlığı ölçülerek aradaki fark ile yoğunluk hesabı yapılmıştır.



Görsel 7.10. Analitik terazi

7.5.2. FTIR

FTIR spektrumları Görsel 7.11’de verilen Thermoscientific Nicolet iS10 model FTIR spektrometresi kullanılarak alınmıştır. Ölçümler ATR modunda, 4000 cm^{-1} ile 650 cm^{-1} dalga sayısı aralığında, 4 cm^{-1} çözünürlükte yapılmıştır.



Görsel 7.11. FTIR cihazı

7.5.3. SEM

PEEK ve 3 tabakalı kompozitlerin çekme testi sonucu kırık yüzeyleri ZEISS SUPRA VP50 marka model taramalı elektron mikroskobunda (SEM) incelenmiştir. Yüzey morfolojisi incelenmeden önce numuneler AGAR sputter kaplama cihazında 30 saniye altın-paladyumla kaplanmıştır. Numuneden 3000X büyütme oranlarında 15 kV voltaj altında görüntüler alınmıştır.

7.5.4. Çekme Testi

Görsel 7.12-a’da gösterilen PEEK ve PEEK/CF kompozitlerinin çekme dayanımı ve Young modülü değerleri Görsel 7.12-b’de gösterilen Instron 5581 model çekme cihazı kullanılarak ölçülmüştür. Testler 1 mm/dk çekme hızıyla ASTM D638 standartlarında yapılmıştır.



Görsel 7.12. Çekme testi numuneleri ve çekme testi cihazı

7.5.5. Darbe Dayanımı Testi

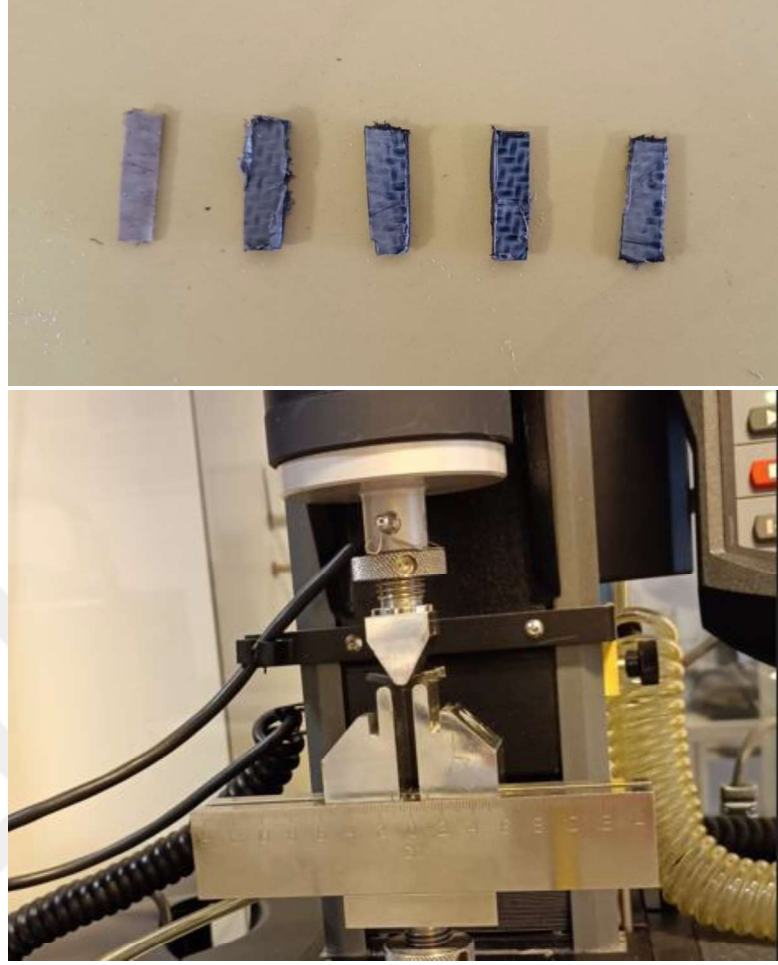
ASTM D4508 standardına göre hazırlanan PEEK ve PEEK/CF kompozitlerinin Izod çentiksiz darbe dayanımı testleri Görsel 7.13'te gösterilen Izod Darbe Test Cihazı DVT CD C ile 6 J'lük aparatla oda sıcaklığında incelenmiştir.



Görsel 7.13. Darbe dayanımı numuneleri ve cihazı

7.5.6. ILSS

PEEK ve PEEK/CF kompozitlerinin tabakalar arası kayma mukavemeti Instron 5944 model çekme cihazında ASTM D2344 standardına göre yapılmıştır (Görsel 7.14). Bu standarda göre span to depth oranı 4:1 ve hızı 1 mm/dk olarak ayarlanmıştır.



Görsel 7.14. *ILSS numuneleri ve test düzeneği*

7.5.7. 3 Nokta Eğme Testi

PEEK ve PEEK-CF kompozitlerinin 3 nokta eğme mukavemeti Instron 5944 model çekme cihazında ASTM D790 standardına göre yapılmıştır (Görsel 7.15). Bu standarda göre span to depth oranı 16:1 ve hızı 2 mm/dk olarak ayarlanmıştır.



Görsel 7.15. *3 nokta eğme testi*



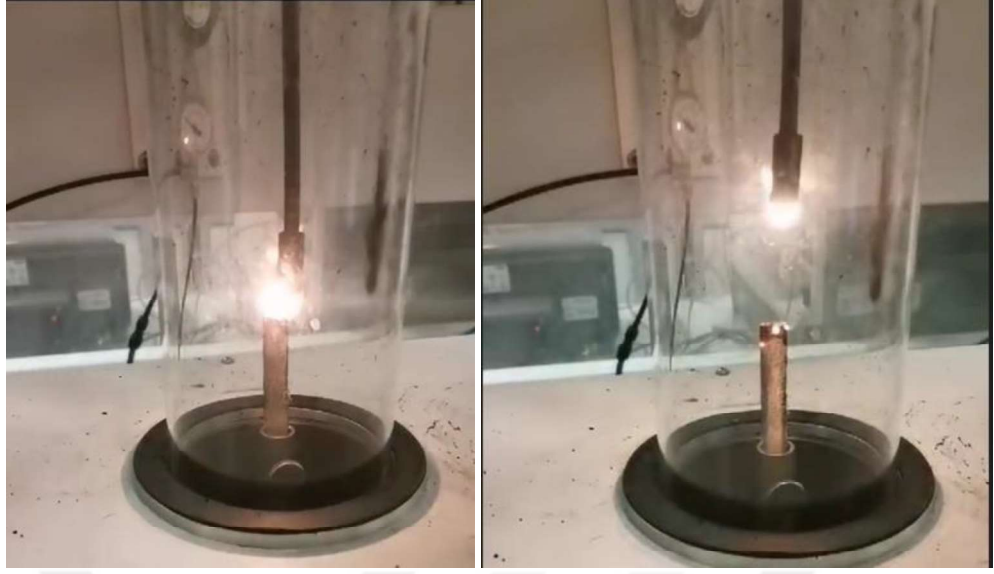
Görsel 7.15. (Devam) 3 nokta eğme testi

7.5.8. LOI

PEEK ve PEEK-CF kompozitlerinin tutuşması ve sonrasında yanmaya devam edebilmesi için gerekli olan minimum oksijen miktarı Dynisco marka LOI test cihazı kullanılarak ASTM D2863-10 standartlarına uygun olarak belirlenmiştir (Görsel 7.16).



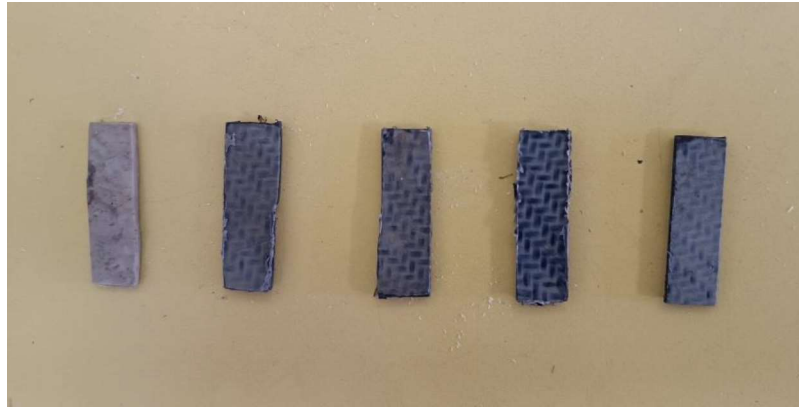
Görsel 7.16. LOI testi



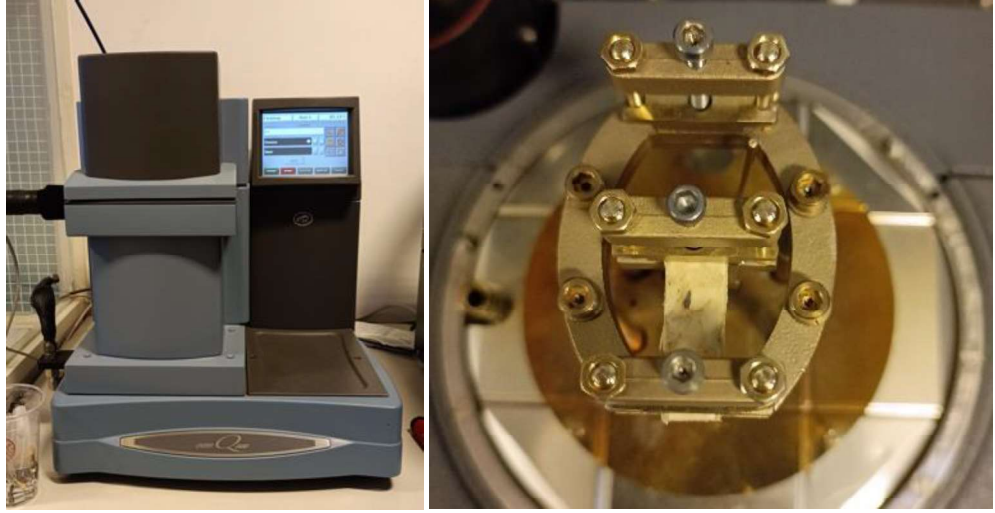
Görsel 7.16. (Devam) LOI testi

7.5.9. DMA

PEEK ve PEEK-CF kompozitlerinin mekanik özelliklerini sıcaklık ve frekans değişimlerine bağlı olarak incelemek için dinamik mekanik analiz (DMA) kullanılmıştır. TA Instruments Q800 cihazında Görsel 7.17’de görülen çift kantilever modunda viskoelastik özellikleri ve camı geçiş sıcaklıkları (T_g) incelenmiştir. Numuneler, oda sıcaklığından 250°C'ye kadar, 5°C/dk ısıtma hızı ile test edilmiştir. Analizler 1, 10, 50 ve 100 Hz frekans değerinde yapılmıştır.



Görsel 7.17. DMA cihazı, cihaz içinde numunenin kantilevera yerleştirilmesi



Görsel 7.17. (Devam) DMA cihazı, cihaz içinde numunenin kantilevera yerleştirilmesi

7.5.10. TGA

Kompozitlerin termogravimetrik analizi TA Instruments Q500 cihazı kullanılarak yapılmıştır. 10 mg numune tartılarak platin pan içerisinde $10^{\circ}\text{C}/\text{dk}$ ısıtma hızıyla 850°C 'ye kadar azot ortamında ısıtılmıştır.

7.5.11. DSC

Kompozitlerin erime ve kristallenme sıcaklıkları, entalpileri ve kristallenme dereceleri Görsel 7.18'de görülen TA Instruments Q2000 cihazı kullanılarak belirlenmiştir. Isıtma-soğutma-ısıtma prosedürü kullanılarak $10^{\circ}\text{C}/\text{dk}$ ısıtma hızıyla 380°C 'ye ısıtılıp, 20°C 'ye soğutulup tekrar 380°C 'ye ısıtılmıştır. İlk ısıtma numunelerin termal geçmişini silmek için yapılmıştır, erime sıcaklığı ve entalpisi için ikinci ısıtmadaki değerler kullanılmıştır.



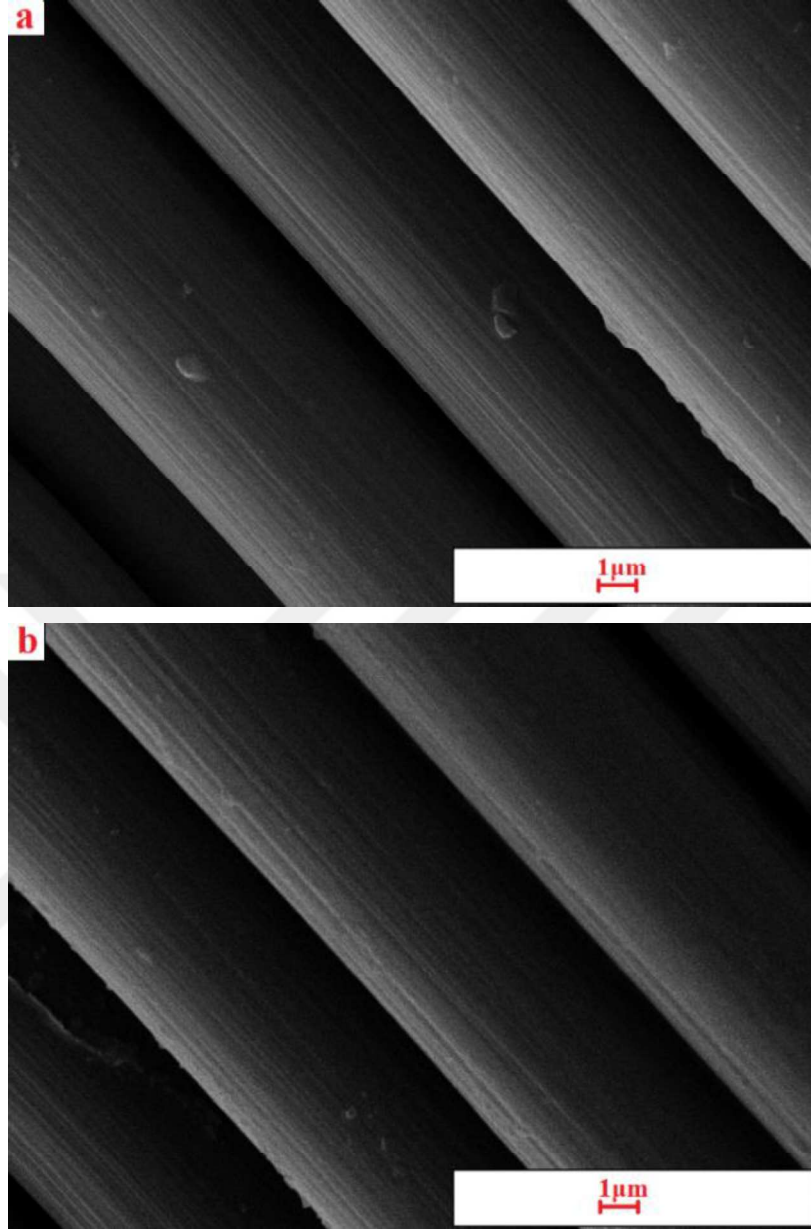
Görsel 7.18. DSC cihazı ve numunelerin hücreye yerleştirilmesi

8. BULGULAR

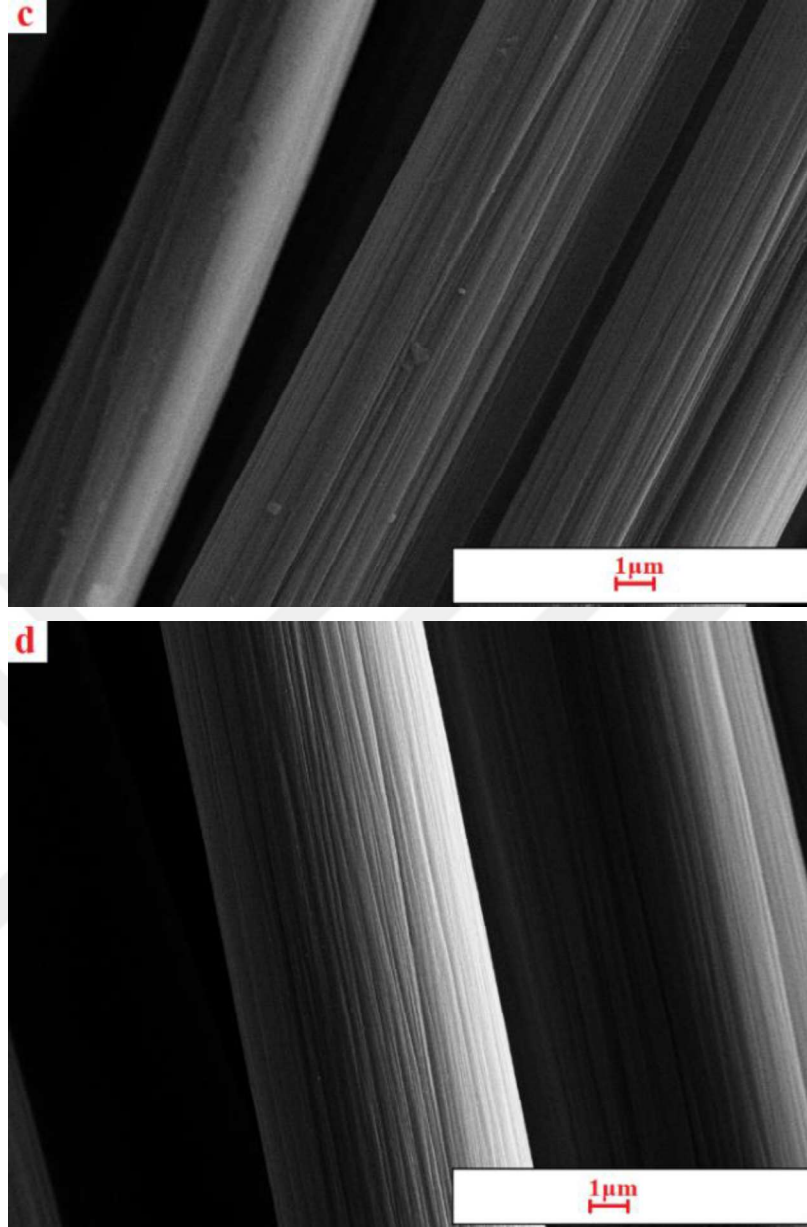
8.1. CF'nin Karakterizasyonu

8.1.1. SEM

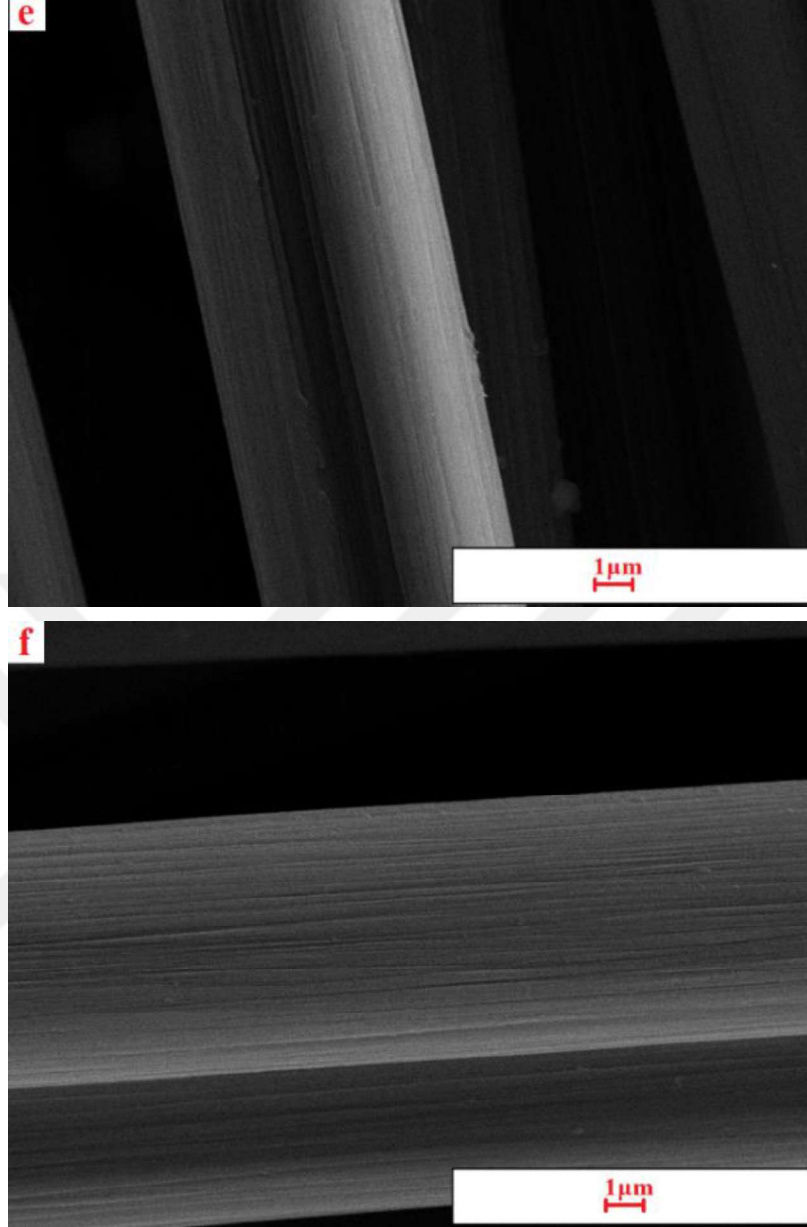
Şekil 8.1'de farklı parametrelerle modifiye edilmiş CF'lerin yüzey morfolojilerinin incelendiği SEM mikrografları verilmiştir. Deneysel çalışmalar için satın alınan ticari CF(X) yüzey kaplamasına (sizing) sahiptir. Şekil 8.1-a'da işlem görmemiş ancak yüzey kaplamasına sahip CF(X) numunesinin SEM mikrografında yüzeyinde safsızlıklar olduğu görülmektedir. Aynı numunede oda sıcaklığında asetonla yıkamadan (CF) sonra kirliliklerin giderildiği görülmüştür (Şekil 8.1-b) [87]. İşlem görmemiş karbon fiberlerin (CF(X)) yüzeyinde görülen safsızlıkların, asetonla yapılan temizleme işlemi sonrasında giderilmesi, yüzeyin daha temiz ve homojen hale gelmesini sağlamıştır. Bu durum, kompozit malzemelerde istenmeyen iç gerilmelerin ve yüzey hatalarının önlenmesini sağlayacaktır. Temizlenmiş yüzeylerin matris malzeme ile daha iyi bir bağlanma ve dolayısıyla daha yüksek mekanik performans sağlayabileceği de bilinmektedir [35]. Öte yandan, CF-W numunesinde CF(X)'in yüzey özellikleri 80°C'de asetona daldırılıp 24 saat bekletildikten sonra değişmeden kalmıştır (Şekil 8.1-c). SEM mikrograflarında Meldrum asidi ve nitrik asitle modifiye edilen CF yüzeylerinde belirgin farklılıklar görülmemiştir (Şekil 8.1-d-f). Modifikasyon işlemlerinin bir sonucu olarak CF yüzeyindeki pürüzlülükteki artışın ve uzun oluklar oluşmasının temas alanını ve dolayısıyla iki yüzey arasındaki mekanik bağlanmayı artırması beklenmiştir [50], [88]. Kim ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada nitrik asitle yapılan modifikasyonda, bu çalışmada olduğu gibi SEM görüntülerinde bir fark görülme de XPS ölçümlerinde modifikasyon doğrulanmıştır [89]. Cuiqin ve arkadaşlarının Meldrum asidiyle yaptığı çalışmada matris ve fiber arasındaki bağlanmayı arttıracak uzunlamasına oluklar gözlenmiştir [58].



Şekil 8.1. SEM görüntüleri a) CF (X), b) CF, c) CF-W, d) CF-M (3)- A, e) CF-N, f) CF-N-M (3) (15 kX)



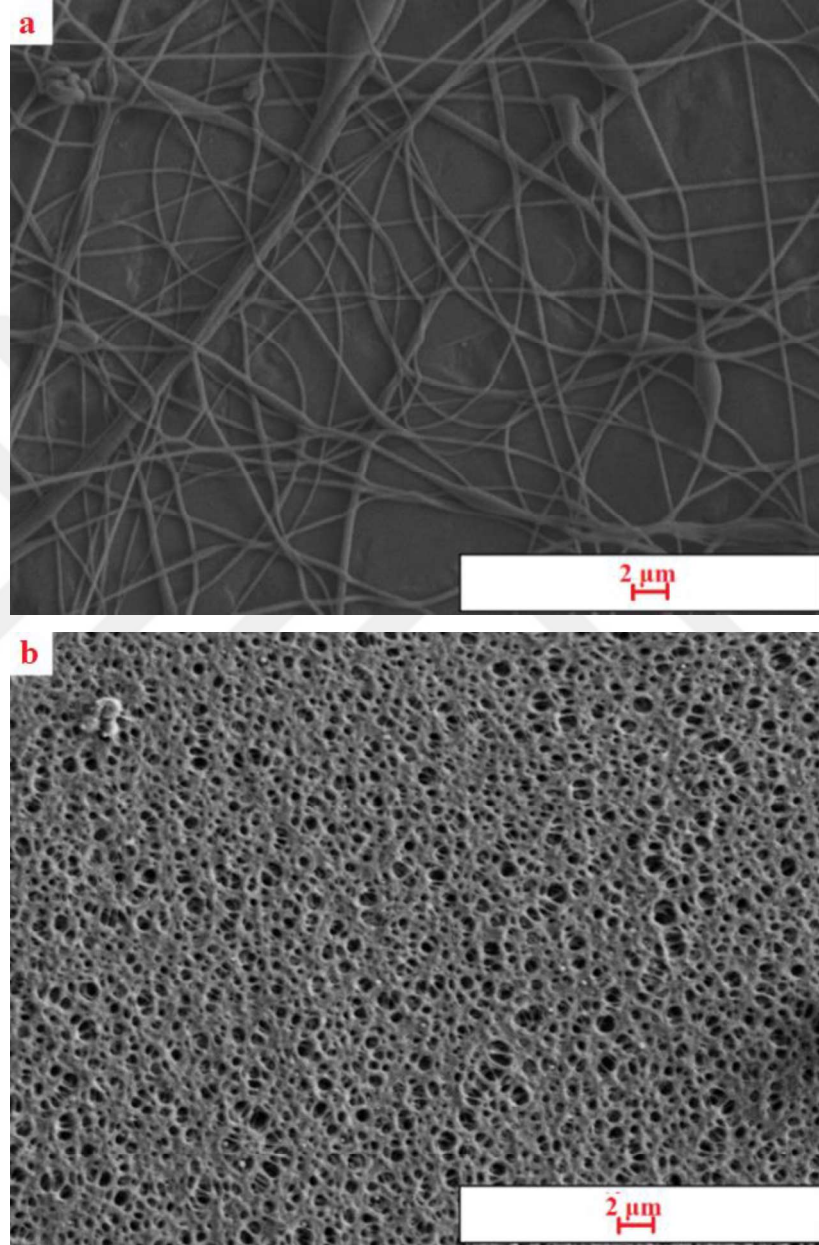
Şekil 8.1. (Devam) SEM görüntüleri a) CF (X), b) CF, c) CF-W, d) CF-M (3)- A, e) CF-N, f) CF-N-M (3) (15 kX)



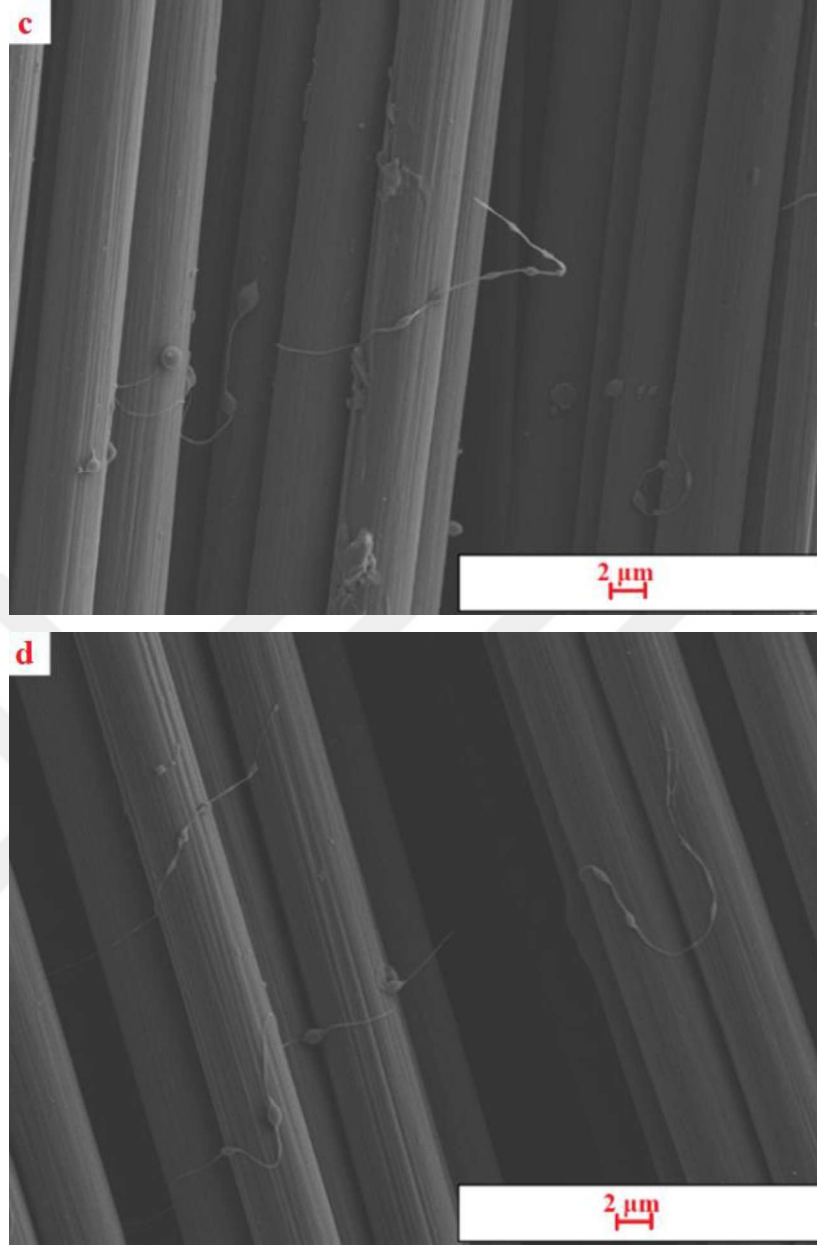
Şekil 8.1. (Devam) SEM görüntüleri a) CF (X), b) CF, c) CF-W, d) CF-M (3)- A, e) CF-N, f) CF-N-M (3) (15 kX)

Elektroegirme yöntemi ile PEI nanofiberleri %15 w/v PEI/NMP derişiminde, 30 kV voltajda elde edilmiştir. Şekil 8.2-a'da 60 saniye boyunca (1,15 mL/dk şırınga akış hızında) elektroegirme ile nanofiber haline getirilmiş PEI'ler görölmektedir. Şekil 8.2-b'de 120 saniye boyunca elektroegirme işlemi sonrası PEI'lerin nanofiber haline geldiği ancak nanofiberlerin üst üste gelerek gözenekli bir membran yapısı oluşturduğu görölmüştür [90]. Bu sebeple karbon kumaş modifiyesi için elektroegirme ile PEI-silika nanofiberleri %15 w/v PEI/NMP derişiminde, 30 kV voltajda ve (1 mL/dk şırınga akış hızında) 60 saniye süre ile kaplanarak elde edilmiştir. Şekil 8.2-c'de CF-PEI-1SiO₂, Şekil 8.2-d'de CF-PEI-2SiO₂ numunelerinin elektroegirme sonucunda nanofiber halinde

CF'leri kapladığı görülmüştür. Bakar ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada da benzer şekilde PEI nanofiberleri karbon substrat üzerine kaplanarak elde edilmiştir [91]. Song ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada ise PEI-SiO₂ çözeltisi elektroegirme yöntemiyle nanofiber membran haline getirilmiştir [92].



Şekil 8.2. SEM görüntüleri a) CF-PEI (60 s), b) CF-PEI (120 s), c) CF-PEI-1SiO₂, d) CF-PEI-2SiO₂ (5 kX)



Şekil 8.2. (Devam) SEM görüntüleri a) CF-PEI (60 s), b) CF-PEI (120 s), c) CF-PEI-1SiO₂, d) CF-PEI-2SiO₂ (5 kX)

Tablo 8.1’de EDX sonuçlarına bakıldığında modifiye sonrası oksijen oranlarının modifiye edilmemiş CF numunesine göre arttığı görülmüştür. Elektroeğirme sonrası silikanın varlığı CF-PEI-2SiO₂ numunesinde %3,8 olarak ölçülmüştür.

Tablo 8.1. Karbon ve oksijen miktarları

Numune	C (%)	O (%)	Si (%)
CF	99,1	0,9	0
CF-M (3)- A	98,1	1,9	0
CF-N	95,4	4,6	0
CF-PEI	84,1	15,9	0
CF-PEI-2SiO ₂	63,4	32,8	3,8

8.1.2. Raman spektroskopisi

CF yüzeyindeki modifikasyon FTIR analizi ile doğrulanamamıştır. Bu nedenle CF ve CF-N numunesi Raman spektroskopisi ile incelenmiştir.

İşlem görmemiş karbon fiberlerin (CF(X)) yüzeyinde görülen safsızlıkların, asetonla yapılan temizleme işlemi sonrasında giderilmesi, yüzeyin daha temiz ve homojen hale gelmesini sağlamıştır. Temizlenmiş yüzeyler, matris malzeme ile daha iyi uyumluluk ve dolayısıyla daha yüksek mekanik performans sağlamaktadır [35].

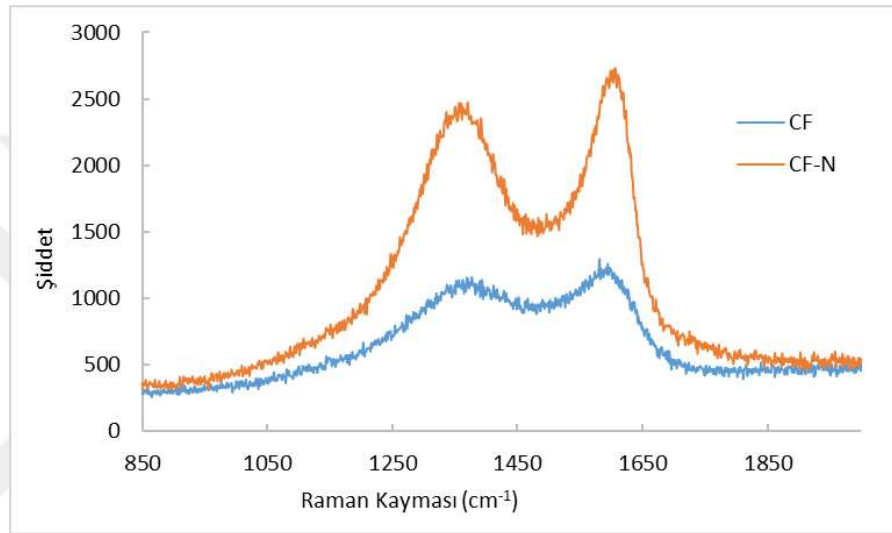
Şekil 8.3'te görüldüğü gibi, nitrik asit modifiyesiyle karbon kumaşın Raman piklerinde kayma ve pik şiddetlerinde artış olmuştur (Tablo 8.2). D-line (Disorder line) malzemenin artan bozukluklarını ve amorf yapılarını yansıtırken G-line (Graphite line) grafitik düzen hakkında bilgi vermektedir. Raman spektrumundaki D-line ve G-line piklerinin değişimi, nitrik asit ile modifiye edilmiş karbon fiberlerde yapısal değişiklik olduğunu göstermektedir. Bu sonuç, karbon kumaşın modifikasyonunu doğrulamaktadır [93].

Raman spektroskopisinde I_D/I_G oranı, karbon bazlı malzemelerdeki yapısal bozuklukları ve grafit benzeri yapıları ölçmek için kullanılan önemli bir parametredir. I_D/I_G oranı yüksek olduğunda, bu malzemenin daha fazla bozukluk veya kusur içerdiği anlamına gelir. Düşük bir I_D/I_G oranı ise, malzemenin daha düzenli bir grafitik yapıya sahip olduğunu işaret eder [94]. Ancak, bu çalışmada I_D/I_G oranı saf karbon fiber ile modifiye edilen karbon fiberler karşılaştırıldığında neredeyse hiç fark göstermemiştir. Bu durum karbon fiberlerin yüzey yapısının nitrik asit tarafından değiştirilmediğini göstermektedir. L_a (kristalin boyutu) değeri ise grafit kristallerinin yığınlarının ortalamalı boyutunu ifade eder ve bu değer artması daha iyi elektriksel iletkenlik ve mekanik mukavemet ile ilişkilendirilir [95]. Ayrıca L_a değerinin artması, ısıtma, yüksek basınç gibi işlemler veya kimyasal buhar biriktirme gibi belirli sentez yöntemleriyle yapısal iyileşmeler ve grafitleşme sürecinin gerçekleştiğini göstermektedir [96, 97].

Raman spektroskopisi CF yüzeyindeki değişiklikler hakkında yeterli bilgi vermediği için diğer numunelerin detaylı kimyasal analizi için karakterizasyona XPS analizi ile devam edilmiştir.

Tablo 8.2. Raman spektroskopisi

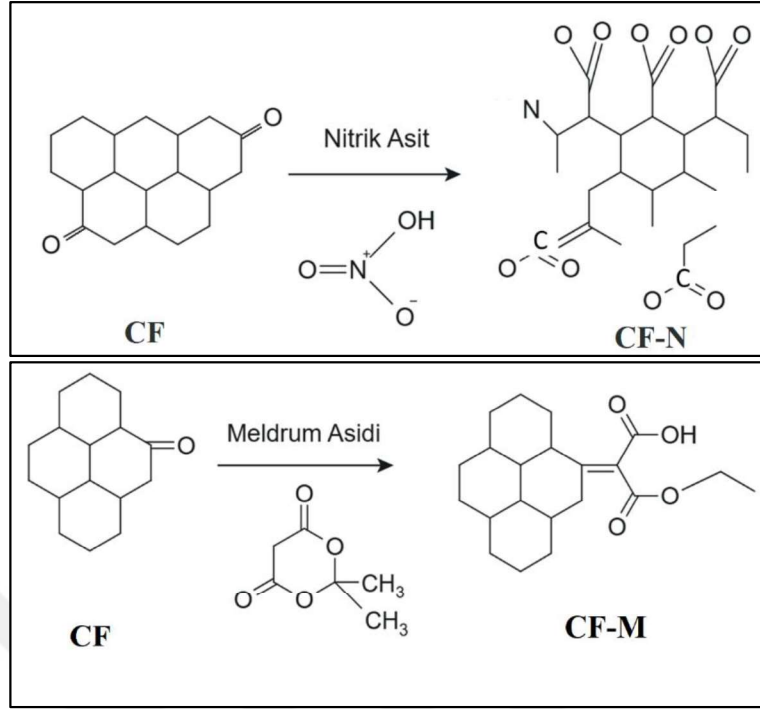
	D-line	G-line	I _D /I _G	L _a (Å)
CF	1376	1589	0,945	49,27
CF-N	1361	1605	0,902	54,08



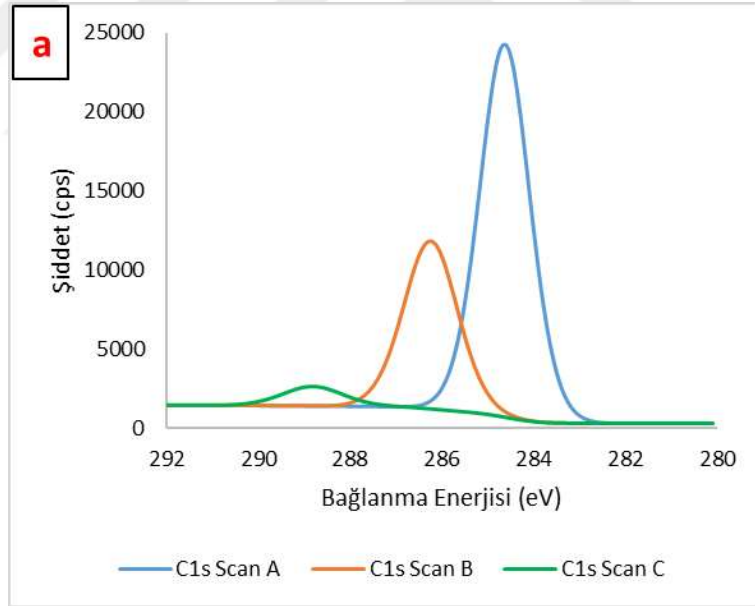
Şekil 8.3. CF ve CF-N numunelerinin Raman spektroskopisi

8.1.3. XPS

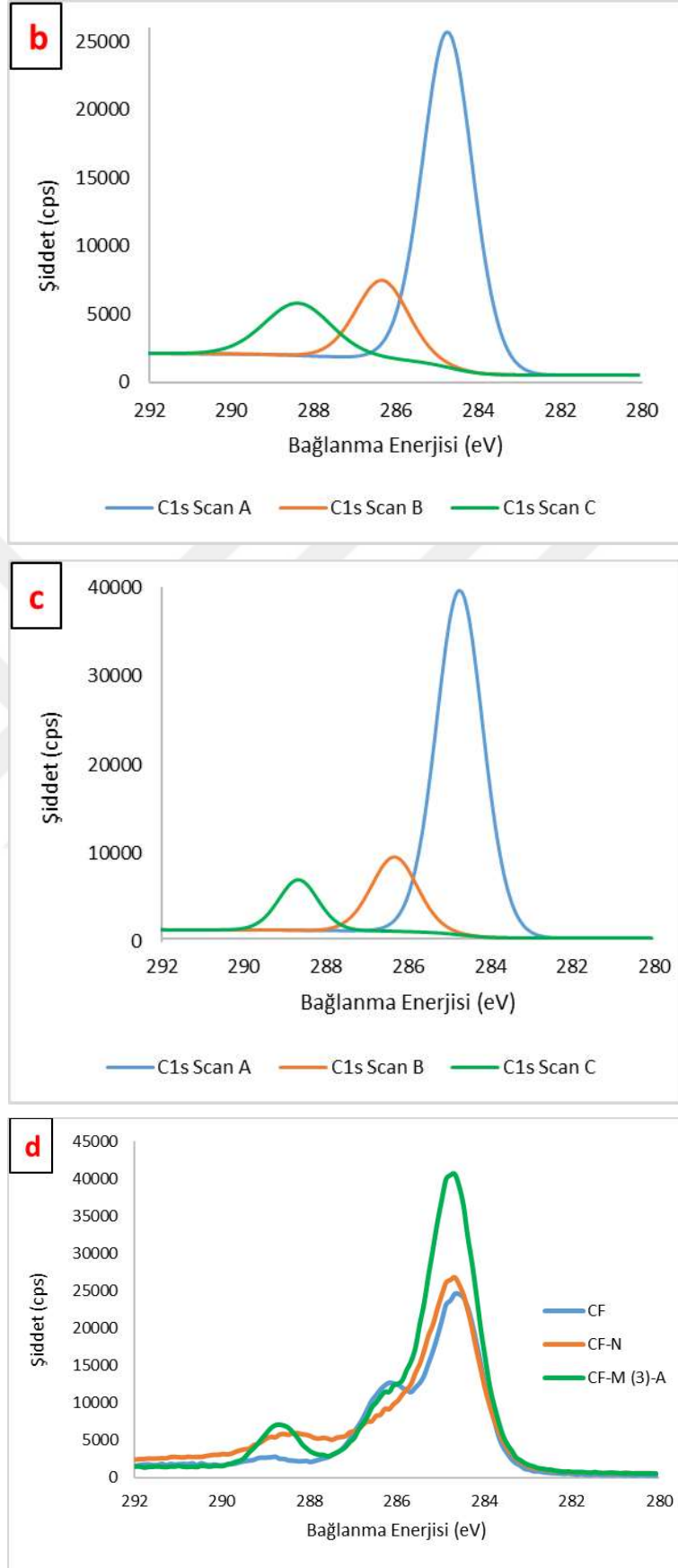
CF'nin nitrik asit ve Meldrum asidiyle modifiyesinde Şekil 8.4'te verilen etkileşimler beklenmektedir. CF, CF-N, CF-M (3)-A numunelerinin yüzeyleri XPS ile incelendiğinde (Tablo 8.3'te ve Şekil 8.5) CF-N ve CF-M(3)-A numunelerinde hidroksil (-OH) grubunun azaldığı görülmektedir. -OH grubunun azalması, modifikasyonun yüzeyde etkili olduğunu ve kimyasal bağlanmaların bu gruplar üzerinden gerçekleştiğini göstermektedir. Nitrik asit ve Meldrum asidi ile modifiye işlemleri kimyasal bağ yapılarında seçici etkileşimlere yol açmıştır. Hidroksil grubundaki azalma, fiberlerin nem alma potansiyelini de düşürmekte, bu da uzun vadeli stabilite sağlamaktadır. Karbonil (C=O) ve karboksil (COOH) gruplarındaki ağırlıkça yüzde değerlerinin artışı yüzeyde daha polar bir yapı oluştuğunu ve karbon fiberin PEEK matrisiyle daha güçlü etkileşimler kurabileceğini göstermektedir [58, 98-100].



Şekil 8.4. CF'nin ve nitrik asit ve Meldrum asidiyle etkileşimi



Şekil 8.5. XPS C1s spektumu a) CF, b) CF-N, c) CF-M (3)-A, d) Tüm numuneler



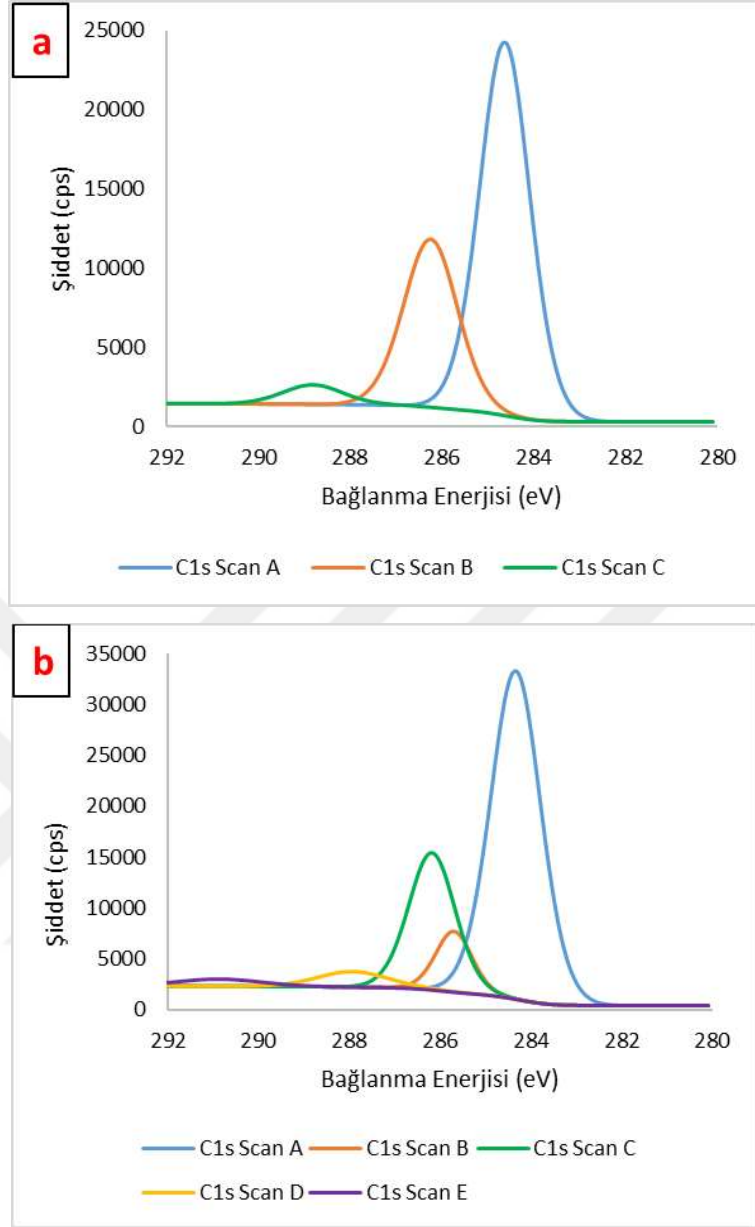
Şekil 8.5. (Devam) XPS C1s spektumu a) CF, b) CF-N, c) CF-M (3)-A, d) Tüm numuneler

Karbon kumaşın önce Meldrum asidi sonra aseton ile modifiyesi CF-M (3)-A numunesinde literatürdeki gibi karboksil gruplarını arttırmamıştır [98, 101, 102]. CF-N numunesinde ise diğer numunelere göre karboksil gruplarında daha fazla artış görülmesi PEEK matris ile arayüzey bağlantısını arttırması beklenmektedir [6, 58].

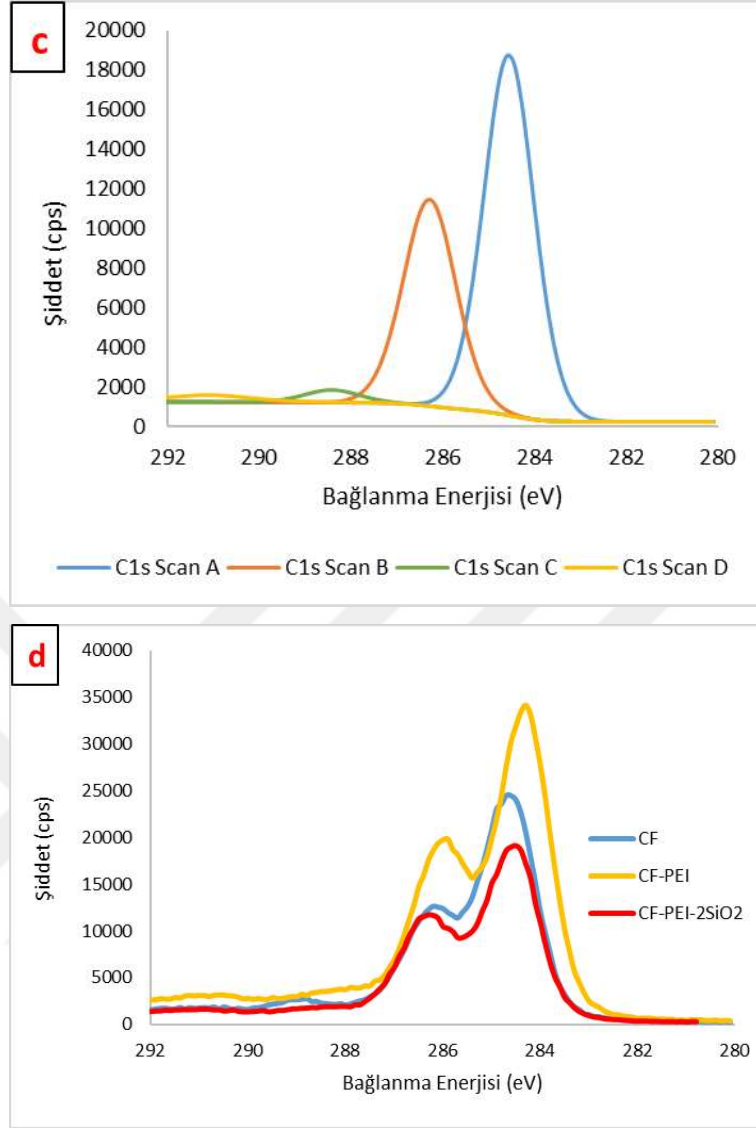
Tablo 8.3. Nitrik asit ve Meldrum asidiyle modifiye edilen CF kimyasal içerikleri C1s sonuçları

	CF (%)	CF-N (%)	CF-M (3)-A (%)
C-C (~284,7 eV) Karbon	63,7	67,1	74,9
C-OH (~286,5 eV) Hidroksil	30,8	16,2	15,9
C=O (~287,5 eV) Karbonil	3,9	13,8	9,2
COOH (~289 eV) Karboksilik asit	1,6	2,9	0

CF, CF-PEI ve CF-PEI-2SiO₂ numunelerinin yüzeyleri XPS ile incelendiğinde (Tablo 8.4'te ve Şekil 8.6) CF-PEI numunesinde hidroksil (-OH) grubunun azaldığı görülmektedir. (-OH) grubunun azalması, modifikasyonun yüzeyde etkili olduğunu ve CF ile PEI arasındaki bağlanmaların bu gruplar üzerinden gerçekleşeceğini göstermektedir. Hidroksil grubundaki azalma, fiberlerin nem alma potansiyelini de düşürmekte, bu da uzun vadeli stabilite sağlamaktadır. Karbonil (C=O) ve karboksil (COOH) gruplarındaki ağırlıkça yüzde değerlerinin artışı yüzeyde daha polar bir yapı oluştuğunu ve karbon fiberin PEEK matrisiyle daha güçlü etkileşimler kurabileceğini göstermektedir. Özellikle PEI ile kaplama sonrası karbonil gruplarındaki artış, polimer matriste π - π etkileşimleri sağlamakta ve mekanik bağlanmayı artırmaktadır. CF-PEI-2SiO₂ sonuçlarında, yüksek hidroksil oranı (%36,1) ve düşük karbonil grubu içeriği (%2,3), silika katkısı ile yüzeyde hidrojen bağlarının oluştuğunu göstermektedir. Bu hidrojen bağının fiber yapısına olumlu etkisi olduğu, stabilizasyon sağladığı ve PEEK ile mekanik bağlanmaya katkı sağlayacağı düşünülmektedir. Diğer taraftan düşük karbonil içeriğinin CF ile PEEK arasında adhezyonu azaltabileceğini, bunun da kompozitlerin mekanik özelliklerine olumsuz etkisi olabileceği literatürdeki çalışmalarda belirtilmiştir [65, 98-100].



Şekil 8.6. XPS C1s spektrumu a) CF, b) CF-PEI, c) CF-PEI-2SiO₂, d) Tüm numuneler



Şekil 8.6. (Devam) XPS C1s spektrumu a) CF, b) CF-PEI, c) CF-PEI-2SiO₂, d) Tüm numuneler

Tablo 8.4. PEI modifiye öncesi ve sonrası CF kimyasal içerikleri C1s sonuçları

Numune	CF (%)	CF(X) (%)	CF-PEI (%)	CF-PEI-1SiO ₂ (%)	CF-PEI-2SiO ₂ (%)
C-C (~284,7 eV) Karbon	63,7	62,9	61,4	59,2	59,7
C-OH (~286,5 eV) Hidroksil	30,8	34,9	8,1	10,9	36,1
C=O (~287,5 eV) Karbonil	3,9	0,3	23,9	24,3	2,3
COOH (~289 eV) Karboksilik asit	1,6	1,2	4,1	3,1	1,9
O-C=O (288,5 eV) Ester	0	0,7	2,5	2,5	0

8.1.4. Yüzey Enerjisi Ölçümü

Yüzey enerjisi ölçümlerinde, PEEK filmin ve karbon kumaşların üç farklı sıvıyla etkileşiminin (su, etilen glikol ve bromonaftalin) temas açıları ve hesaplanan yüzey enerjileri değerleri Tablo 8.5'te verilmiştir. Yüzey enerjisi değerleri, Owens-Wendt yöntemiyle hesaplanmıştır ve modifikasyon sonrası yüzeydeki kimyasal grupların ve bu grupların sıvılarla etkileşimlerinin değişimini göstermektedir. Dispersif bileşen (γ_a^S) London dispersiyon kuvvetlerini, polar bileşen (γ_p^S) hidrojen bağlarını ve dipol-dipol etkileşimlerini, toplam yüzey enerjisi ise (γ^S) dispersif ve polar bileşen değerlerinin toplamını ifade etmektedir. Yüksek yüzey enerjisi değerleri, genellikle daha polar ve daha hidrofilik yüzeylere işaret etmektedir [21].

CF ve PEEK arasındaki uyumu arttırmak amacıyla CF modifiye edilmiştir. CF'nin dispersif ve polar bileşen yüzey enerjisi değerlerinin PEEK'in dispersif ve polar değerlerine yaklaşması beklenmiştir. Nitrik asitle modifiye edilen CF-N numunesi dışında diğer numunelerin yüzey enerjisi değerleri PEEK'e yaklaşmıştır. Yüzey enerjisi değerlerinde gözlenen artışa benzer şekilde yapışma kuvveti (W_a) değerlerindeki artış da modifikasyon işlemlerinin ıslanabilirlik üzerinde olumlu etkiler yarattığını göstermektedir [74].

En yüksek yüzey enerjisi ve yapışma kuvveti değerleri CF-M numunesinde görülmüştür, bu numunelerin daha polar ve daha hidrofilik yüzeylere sahip olduğunu göstermektedir. PEEK matrisi ile CF-N ve CF-N-M'nin birbirine yakın olan yüzey

enerjileri Van der Waals gibi dispersif etkileşimler ve polar grupların etkileşimiyle aralarında etkili bir bağlanma sağlayabileceğini göstermektedir [56].

Tablo 8.5. Nitrik asit ve Meldrum asidiyle modifiye edilen CF'lerin yüzey enerjisi ölçümleri ve yapışma kuvveti

	Temas açısı			Yüzey enerjisi			
	θ_{SU} (°)	$\theta_{ETİLEN}$ GLİKOL (°)	$\theta_{BROMONAFTALİN}$ (°)	γ_d^S (mJ/m ²)	γ_p^S (mJ/m ²)	γ^S (mJ/m ²)	W_a (mJ/m ²)
CF	48,44±1,39	50,61±1,54	20,8±2,38	7,56	55,95	63,51	130,03
CF-M	54,68±1,88	30,99±2,27	7,45±1,17	4,75	65,93	70,69	138,25
CF-N	42,83±2,32	40,14±2,82	8,79±0,39	8,70	60,53	69,23	135,57
CF-N-M	55,63±2,88	37,62±0,67	8,12±1,05	4,45	64,64	69,09	136,71
PEEK	59,78±2,24	42,76±2,82	9,24±2,34	3,24	64,48	67,72	

CF ve PEEK arasındaki uyumu arttırmak amacıyla CF yüzeyi PEI ve silika ile modifiye edilmiştir (Tablo 8.6).

En yüksek yüzey enerjisi ve yapışma kuvveti değerleri CF-PEI numunesinde görülmüştür, bu numunelerin daha polar ve daha hidrofilik yüzeylere sahip olduğunu göstermektedir. PEEK ve CF-PEI'nin birbirine yakın olan yüzey enerjileri Van der Waals gibi dispersif etkileşimler ve polar grupların etkileşimi yoluyla iki malzeme arasında etkili bir bağlanma sağlayabileceği yapılan başka bir çalışmada da gözlenmiştir [56].

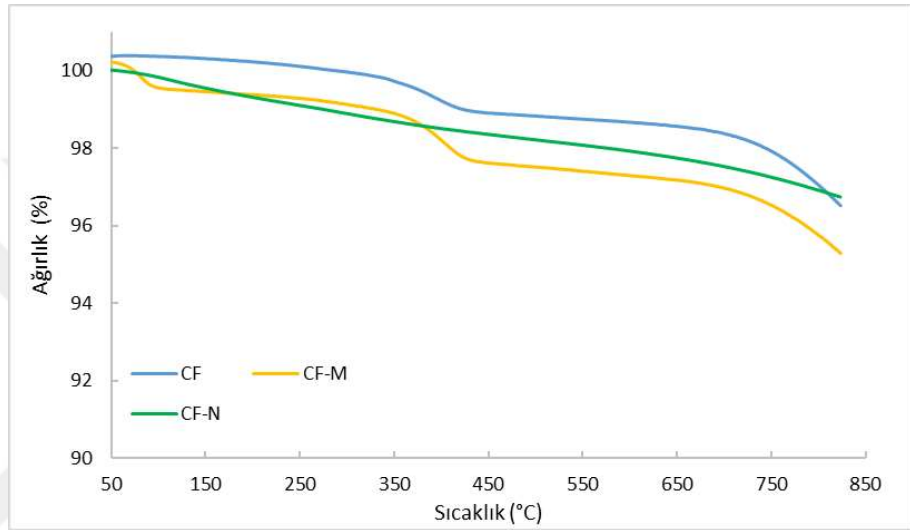
Tablo 8.6. PEI ve silika ile modifiye edilen CF'lerin yüzey enerjisi ölçümleri ve yapışma kuvveti

	Temas açısı			Yüzey enerjisi			
	θ_{SU} (°)	$\theta_{ETİLEN}$ GLİKOL (°)	$\theta_{BROMONAFTALİN}$ (°)	γ_d^S (mJ/m ²)	γ_p^S (mJ/m ²)	γ^S (mJ/m ²)	W_a (mJ/m ²)
CF	48,44±1,39	50,61±1,54	20,80±2,38	7,56	55,95	63,51	130,03
CF-PEI	104,82±2,55	31,78±2,66	36,30±2,56	2,04	71,91	73,96	141,33
CF-PEI-1SiO₂	54,70±1,92	42,89±2,62	4,54±1,40	4,58	63,52	68,10	135,70
CF-PEI-2SiO₂	54,96±2,64	55,93±1,63	2,75±0,12	4,41	59,91	64,32	131,87
PEEK	59,78±2,24	42,76±2,82	9,24±2,34	3,24	64,48	67,72	

8.1.5. TGA

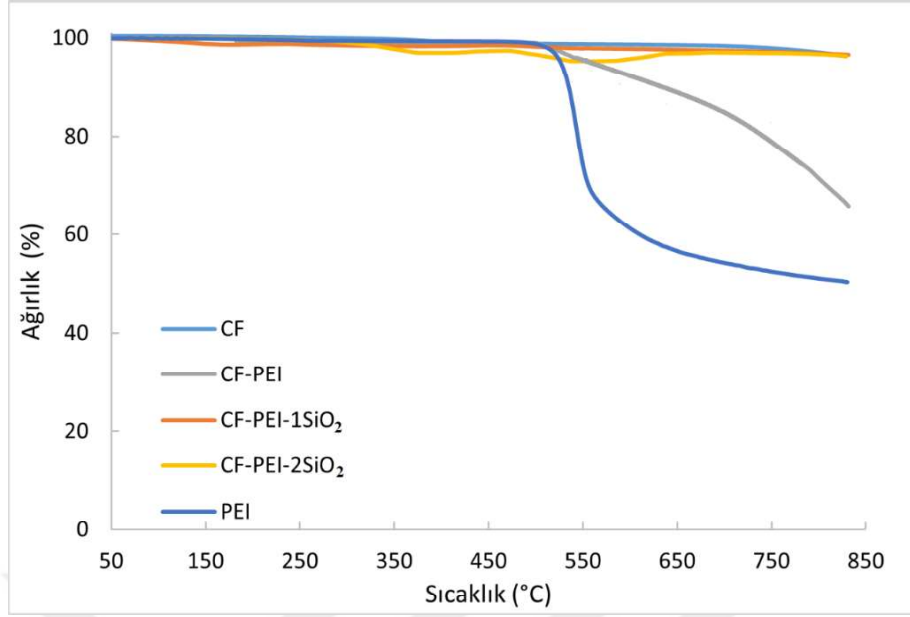
TGA ile CF'lerin termal bozunmaları ve kararlılıkları incelenmiştir. Şekil 8.7'de modifiye edilmiş CF'lerin bozunma eğrileri verilmiştir. Karbon fiberler kararlı grafit yapısı nedeniyle yüksek sıcaklıkta karardır. 800°C'lerde bile CF numuneleri önemli bir ağırlık kaybı yaşamamıştır, genel olarak modifiyeden önce ve sonra CF'lerin termal

kararlılığını koruduğu söylenebilir [58]. 40-120°C’lerde gerçekleşen ilk ağırlık kaybı CF yüzeyinden buharlaşan suyun varlığıdır. 650°C’den yüksek sıcaklıklarda karbon fiberlerin ayrışmaya başlamasıyla ağırlık kaybı hızlanmıştır [98, 103]. Ağırlık kaybının amorf karbondan, uçucu karbonlu safsızlıklardan kaynaklandığı düşünülmektedir. Modifiye sonrası CF-N numunesinde ağırlık kaybı CF’den farklı olmamakla birlikte CF-M numunesinde bazı kararsız oksijen içeren grupların daha fazla ağırlık kaybı gösterdiği düşünülmektedir [104].



Şekil 8.7. CF'lerin TGA termogramları

TGA ile elektroegirme yöntemiyle PEI ve silika ile modifiye edilen CF'lerin termal bozunmaları ve kararlılıkları incelenmiştir. Şekil 8.8'de modifiye edilmiş CF'lerin bozunma eğrileri verilmiştir. Karbon fiberler Şekil 8.5'te incelendiği üzere kararlı grafit yapısı nedeniyle yüksek sıcaklıkta karardır. PEI'nin 500°C'lerde bozunmaya başlaması sebebiyle CF-PEI numunesi daha fazla bozunma göstermiştir. Ancak silikanın yüksek termal kararlılığı CF-PEI-1SiO₂ ve CF-PEI-2SiO₂ numunelerinin termal kararlılığını olumlu etkilemiştir [99].

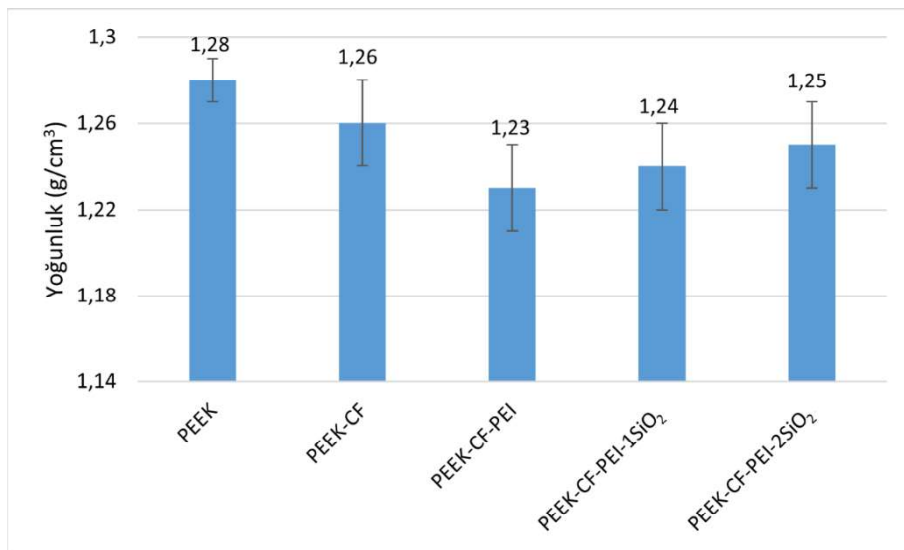


Şekil 8.8. PEI ve silika modifikasyonlu CF'lerin TGA termogramları

8.2. PEEK/CF Kompozit Karakterizasyonu

8.2.1. Kompozitlerin Yoğunluk Ölçümü

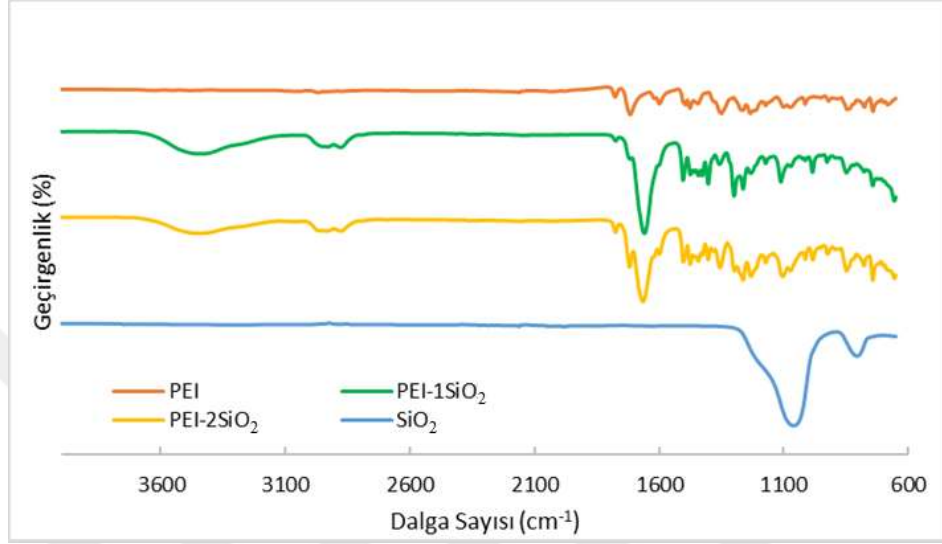
Şekil 8.9'da PEEK ve 13 katmanlı kompozitlerin Arşimet prensibiyle ölçülen yoğunlukları verilmiştir. PEEK'in yoğunluğu literatürle uyumlu olarak $1,28 \text{ g/cm}^3$ ölçülmüştür [14]. Karbon fiberin yoğunluğunun PEEK matrisine göre daha düşük olması sebebiyle PEEK-CF numunesinin yoğunluğu bir miktar azalmıştır. Polieterimidin yoğunluğunun düşük olması sebebiyle ($1,27 \text{ g/cm}^3$) PEEK-CF-PEI kompozitinin yoğunluğunda düşüş olmuştur. Silika katkısıyla ise yoğunluk artışı gözlenmiştir. Bu artış silikanın yüksek yoğunluğundan ($2,65 \text{ g/cm}^3$) kaynaklanmaktadır [105].



Şekil 8.9. 13 katmanlı kompozitlerin yoğunluk değerleri

8.2.2. Kompozitlerin FTIR Analizi

Şekil 8.10'da PEI, SiO₂ ve PEI-SiO₂ numunelerinin FTIR spektrumları görülmektedir. PEI'nin FTIR spektrumunda 1716 cm⁻¹'de karbonil grubunu gösteren gerilme piki gözlenmiştir. Bu pikteki kayma ve büyüme PEI ve SiO₂ arasındaki muhtemel hidrojen bağları etkileşimini göstermektedir [92].

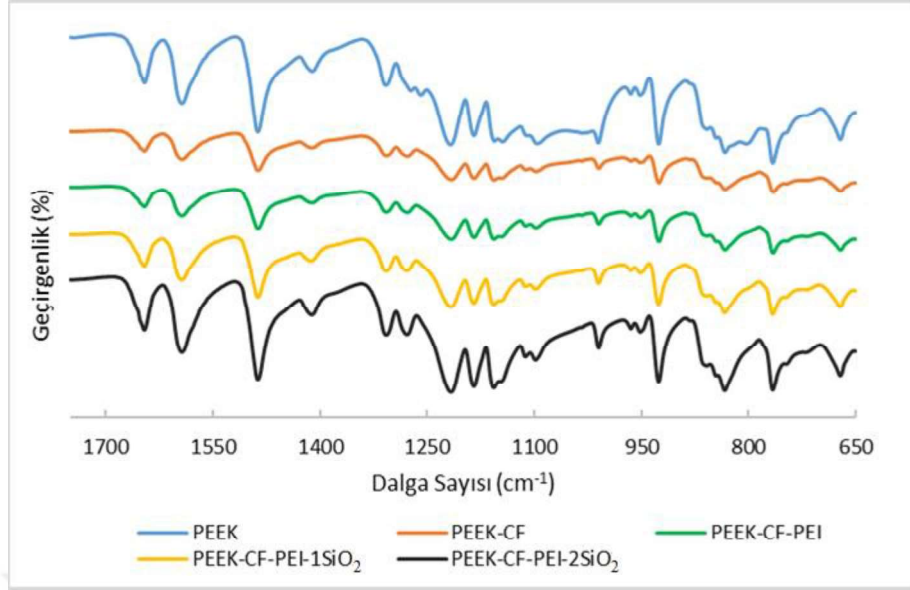


Şekil 8.10. PEI, SiO₂ ve PEI- SiO₂ numunelerinin FTIR spektrumu

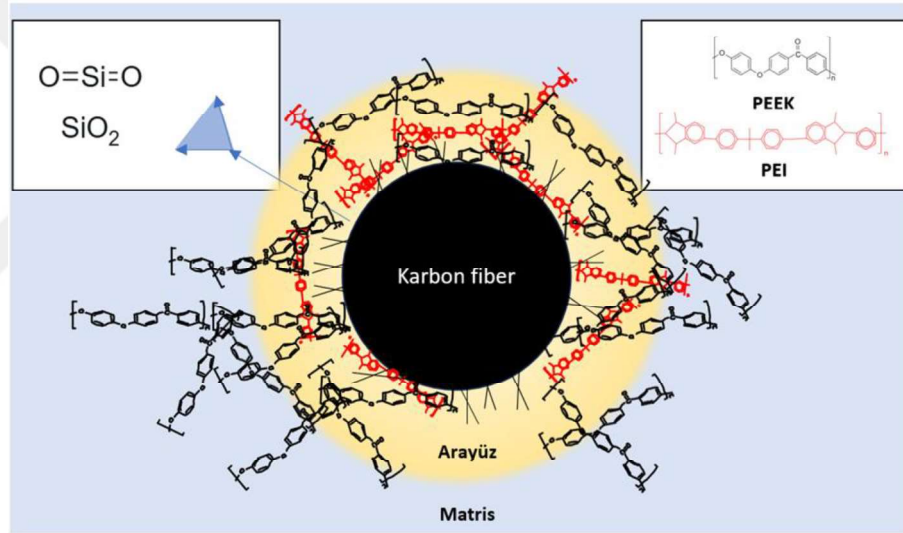
PEEK'in FTIR spektrumunda literatürle uyumlu olarak karakteristik pikleri gözlenmiştir (Şekil 8.11). 1800 ile 1600 cm⁻¹ arasında görülmesi beklenen karbonil grubu (C=O) 1645 cm⁻¹'deki pikte gözlenmiştir. 1350 ile 1100 cm⁻¹ arasında eter (C-O-C) pikleri görülmüştür. 1593 cm⁻¹, 1486 cm⁻¹ ve 1410 cm⁻¹'deki fenil halkası gerilme pikleri ve 1307 cm⁻¹'deki (C-C(=O)-C) grubunun bükülme piki belirgindir. 1277 cm⁻¹, 1216 cm⁻¹ ve 1185 cm⁻¹'de difenil eter grubunun asimetrik gerilmesi görülmüştür. Karbon kumaş eklenmesiyle elde edilen PEEK-CF kompozit numunesinde belirgin spektroskopik değişimler olmamıştır [82].

Kompozitlerde polimer matrisin aromatik ve karbonil pikleri korunmuş ve bu bölgelerde karakteristik pikler gözlenmiştir. PEI ve silika katkıları, spesifik pik bölgelerinde yoğunluk veya pik konumunda kaymalara neden olmuş ve bu değişimler spektrum üzerinde gözlemiştir. PEEK-CF-PEI-SiO₂ arasında beklenen etkileşimler Şekil 8.12'de verilmiştir.

Silikanın varlığı FTIR spektrumunda 1000-1100 cm⁻¹ bölgesinde Si-O-Si asimetrik gerilmesinden kaynaklanan piklerin yoğunluğunun artışına neden olmuştur. Silika yüzdesi arttıkça bu piklerin yoğunluğunda artış gözlenmiştir [106].



Şekil 8.11. PEEK ve kompozitlerin FTIR spektrumu

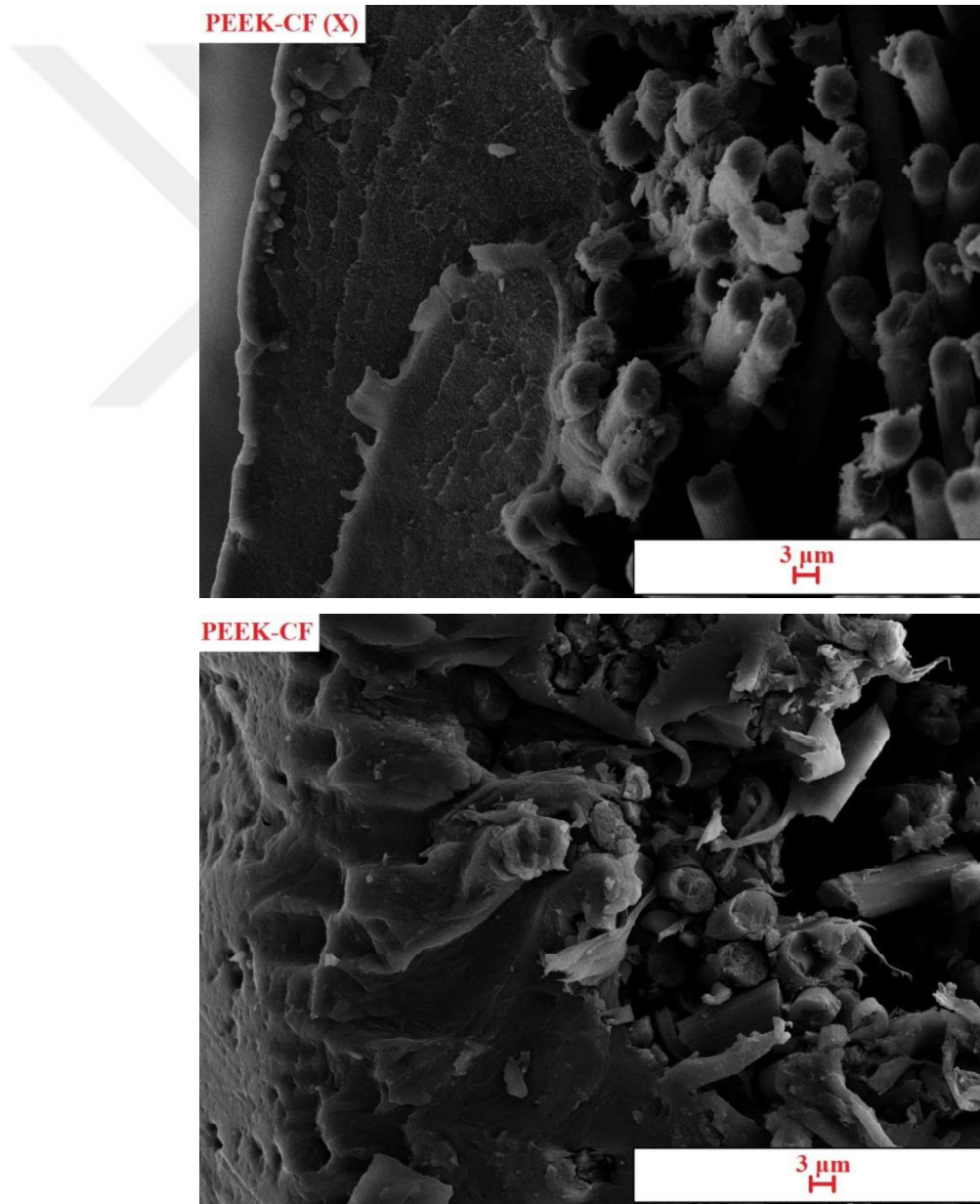


Şekil 8.12. PEEK-CF-PEI-SiO₂ arasında beklenen etkileşimler

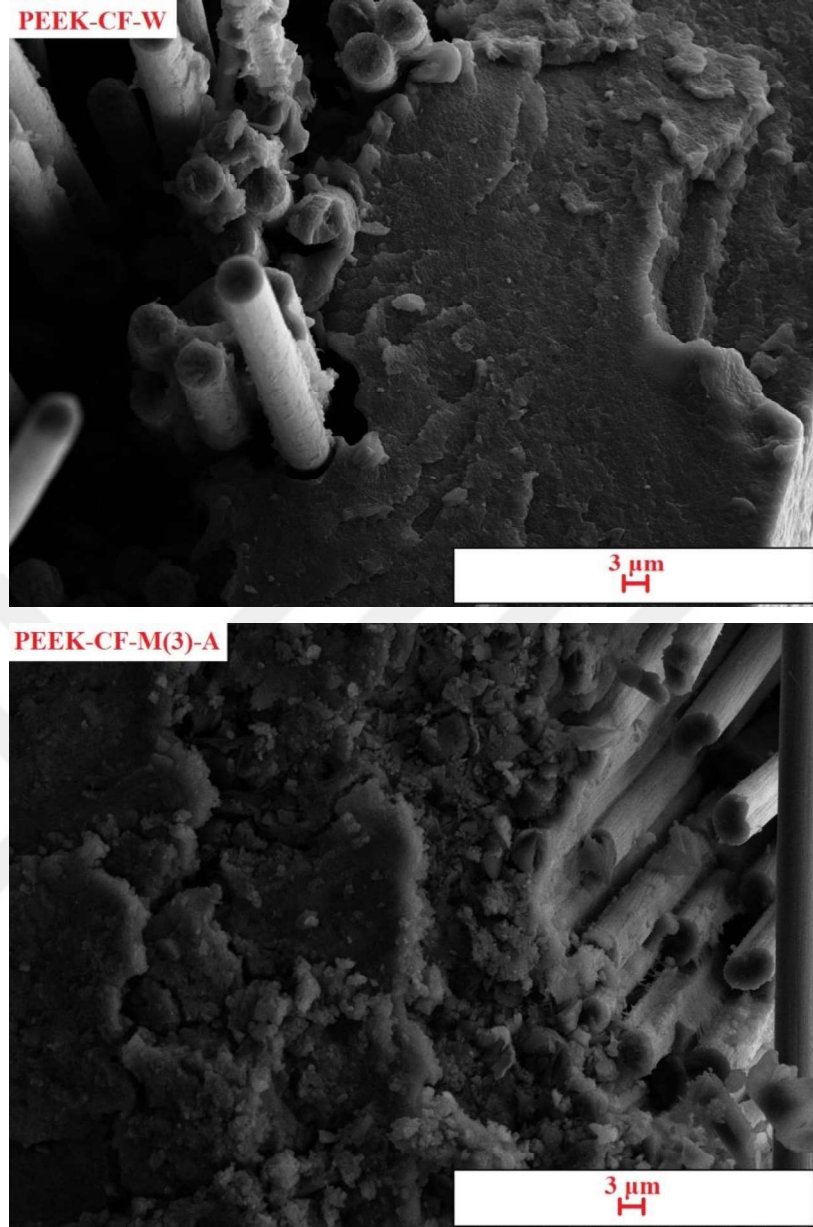
8.2.3. Kompozitlerin SEM Analizi

Kompozitlerin çekme testi sonucunda oluşan kırık yüzey morfolojileri SEM ile incelenmiştir (Şekil 8.13). CF'ler üzerindeki stres, arayüz aracılığıyla PEEK'e aktarılmaktadır. CF'ler ile PEEK matrisi arasındaki arayüz kayma mukavemeti küçükse, aralarında uyumluluk zayıftır ve arayüz hasarı önce meydana gelir ve çekilen fiberler o kadar uzun olur. PEEK-CF (X) (Şekil 8.13-a) ve PEEK-CF-W'da (Şekil 8.13-c) fiberler ile matris arasında CF'nin PEEK matrisinden çekildiğini ve kırılmayı gösteren bazı boşluklar görülmüştür. Bu, PEEK ile CF arasında yeterli etkileşim olmadığı anlamına gelmektedir. Şekil 8.13-b'de oda sıcaklığında asetonla yıkanmış CF ile üretilen PEEK-

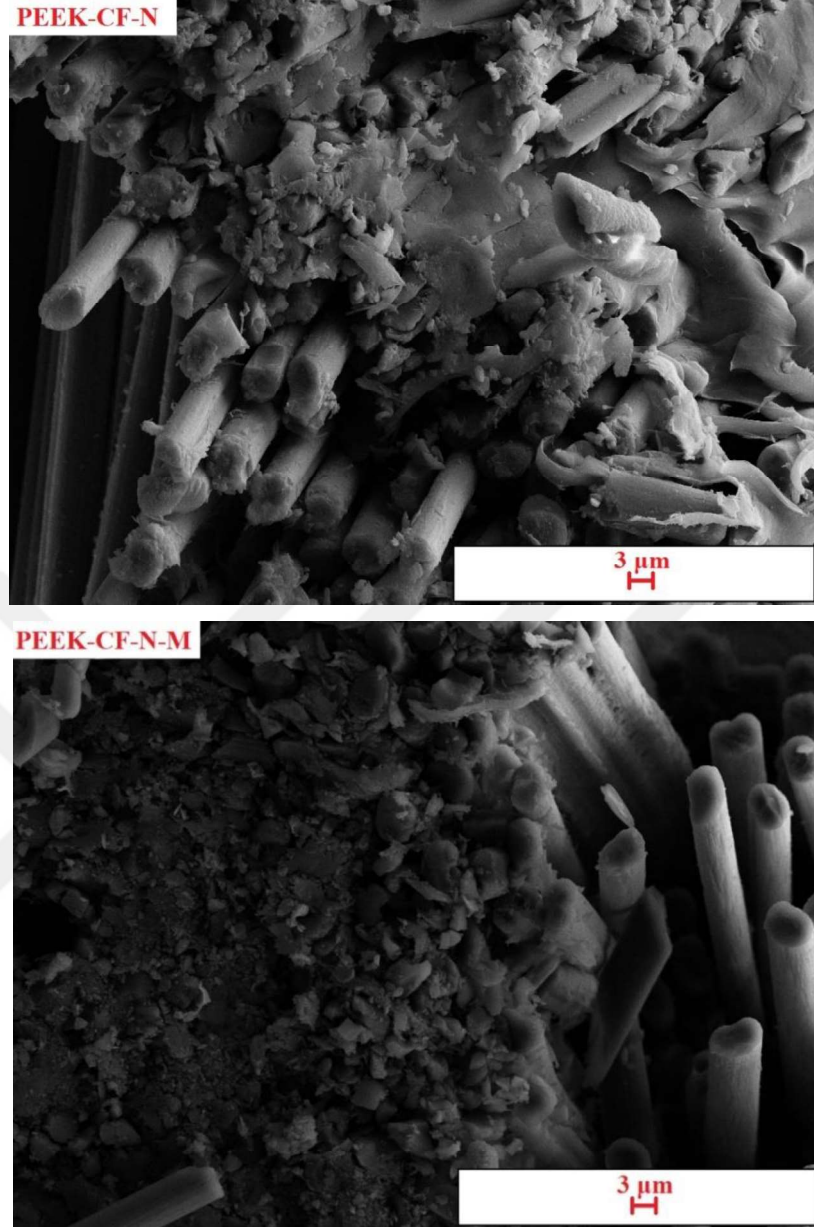
CF kompozitinde ve 8.13-d, 8.13-e ve 8.13-f'deki modifiye edilmiş CF'yi çevreleyen küçük miktarlarda PEEK gözlemlenmiştir. PEEK/CF-M(3)-A'da CF çekilmesi en azı inmiştir, bu durum etkileşimin sağlandığı anlamına gelmektedir (Şekil 8.13-f) [107, 108]. Şekil 8.13-g'de PEEK-CF-PEI numunesinde CF'yi çevreleyen PEEK'in PEEK-CF-N ve PEEK-CF-N-M numunelerine göre fazla olması PEEK ile CF arasındaki etkileşimin PEI modifiyesi ile arttığını göstermektedir. Şekil 8.13-h ve 8.13-i'de PEI-silika ile modifiye edilen PEEK-CF-PEI-1SiO₁ ve PEEK-CF-PEI-2SiO₂ numunelerinde de CF'leri çevreleyen PEEK'ler, silikanın PEEK ve CF arasındaki etkileşimi arttırdığını doğrulamaktadır.



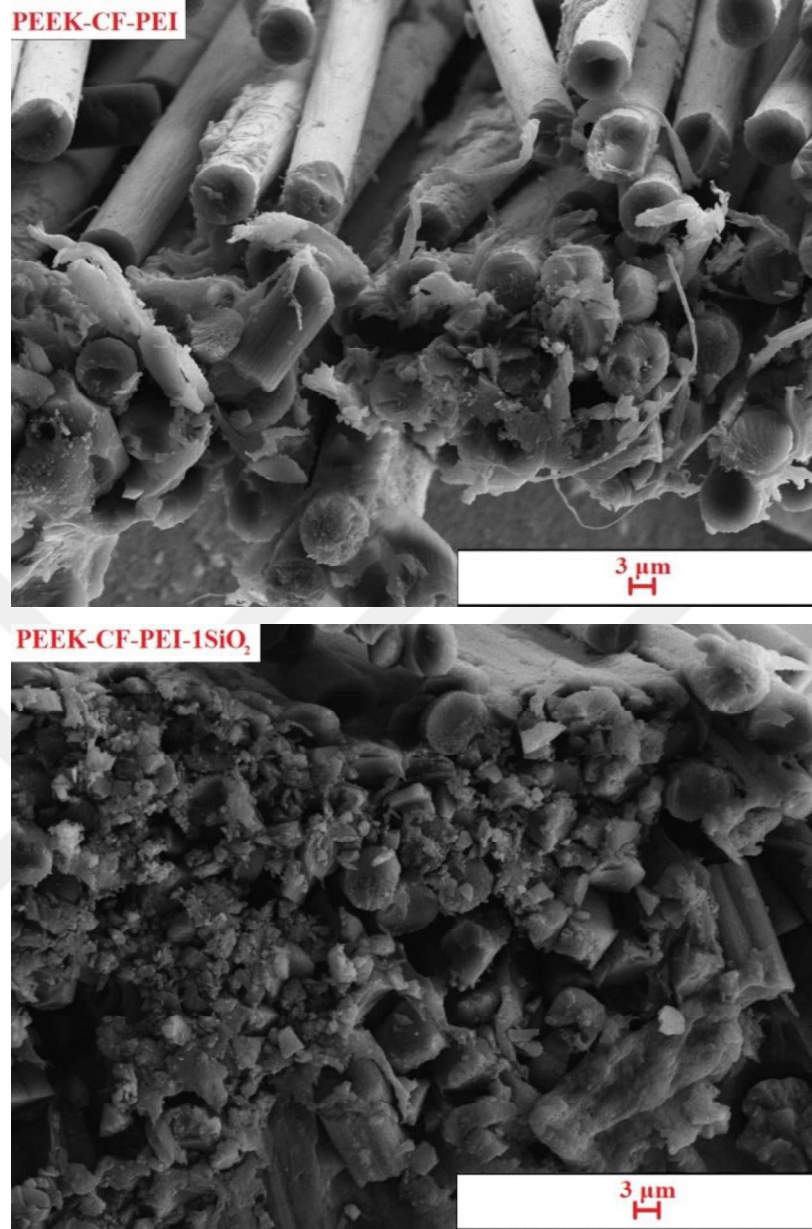
Şekil 8.13. Kompozitlerin SEM görüntüleri (3 kX)



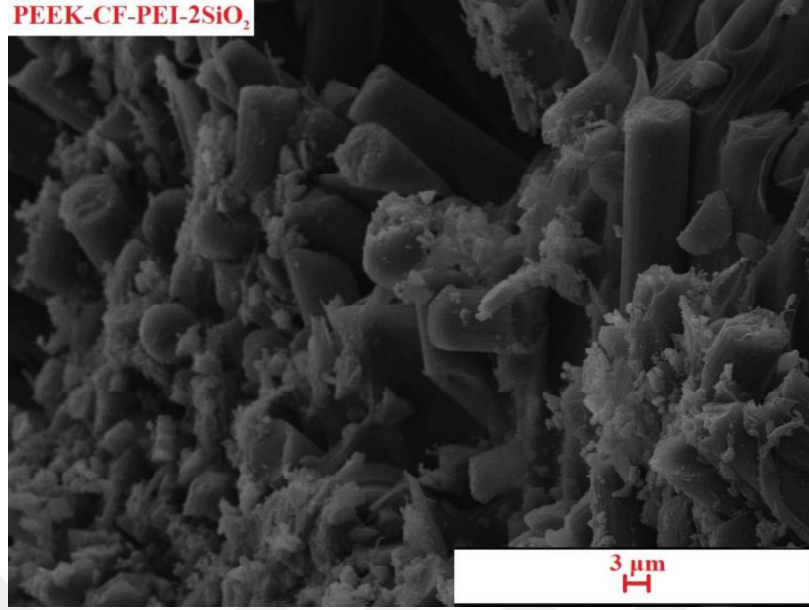
Şekil 8.13. (Devam) Kompozitlerin SEM görüntüleri (3 kX)



Şekil 8.13. (Devam) Kompozitlerin SEM görüntüleri (3 kX)



Şekil 8.13. (Devam) Kompozitlerin SEM görüntüleri (3 kX)



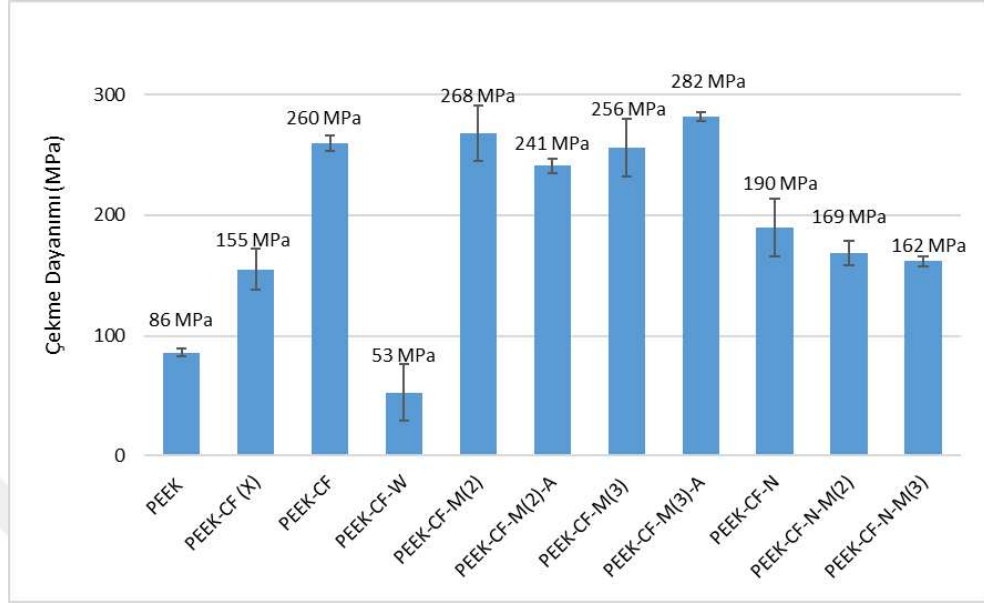
Şekil 8.13. (Devam) Kompozitlerin SEM görüntüleri (3 kX)

8.2.4. Kompozitlerin Çekme Testi Sonuçları

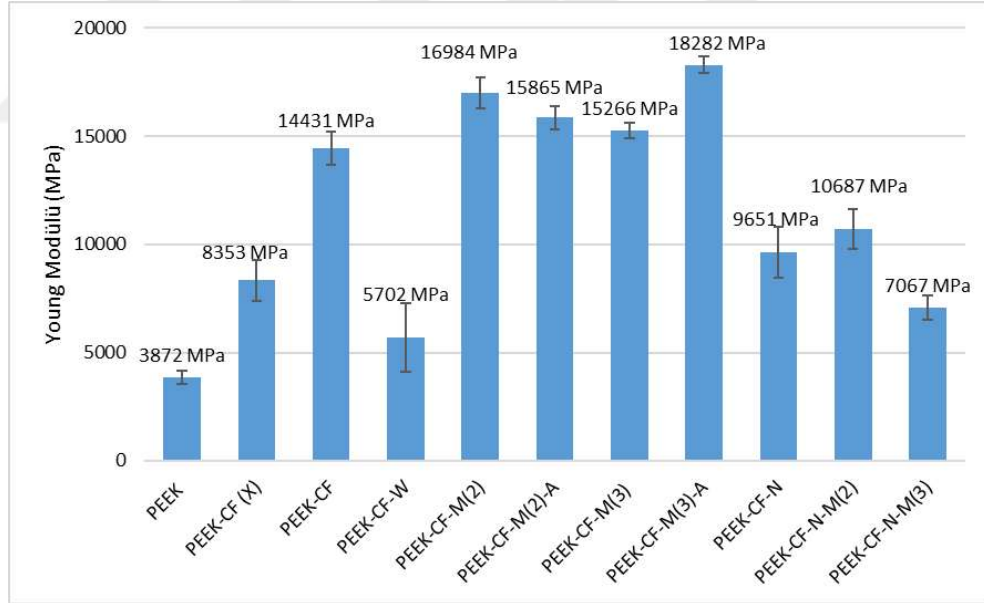
Nitrik asit ve Meldrum asidiyle modifiye edilen PEEK-CF 3 katmanlı kompozitlerin çekme testi sonuçları

PEEK ve 3 katmanlı PEEK-CF numunelerinin çekme dayanımı ve Young modülleri Şekil 8.14 ve 8.15'te görülmektedir. CF modifiyelerinin etkisini mekanik olarak incelemek için öncelikle 3 katlı numuneler üretilmiştir ve sonuçları incelenmiştir. PEEK matrisinin çekme dayanımı 86,1 MPa, Young modülü 3871,9 MPa olarak bulunmuştur. Karbon kumaş takviyesiyle PEEK-CF'nin çekme dayanımı literatürle uyumlu olarak 260,8 MPa'a, Young modülü 8352,6 MPa'a yükselmiştir [107]. Asetonla temizlenmeyen PEEK-CF (X) numunesinin çekme dayanımı PEEK-CF kadar yüksek çıkmamıştır, bu da asetonla temizleme işleminin arayüzey etkileşimini olumlu etkilediğini, mekanik özellikleri iyileştirdiğini göstermektedir. Yüksek sıcaklıkta asetonla muamele gören PEEK-CF-W numunesinin ise çekme dayanımı oldukça düşük çıkmıştır. Şekil 8.1'deki SEM görüntülerinde de görüldüğü gibi temizleme işlemi oda sıcaklığındaki kadar etkili olmamıştır. Ayrıca bu sıcaklıkta karbon kumaş dokumasının bozulmasının da etkili olduğu düşünülmektedir. Nitrik asit ve Meldrum asidiyle yapılan CF modifikasyonlarında Tablo 8.3'te verilen XPS sonuçlarına ve Tablo 8.5'teki yüzey enerjisi sonuçlarına göre PEEK ile daha iyi bir bağlanma olması beklenmiştir. Meldrum asidiyle modifiye edilen CF-M(3)-A numunesinin çekme dayanımı ve Young modülü değeri beklendiği gibi artmıştır. Ancak CF nitrik asitle yüzey işlemine tabi tutulurken, sıcaklık, işlem süresi arttıkça, yüzey erozyonu ve CF yüzeyindeki karbon oksijen ile

reaksiyona girerek karbon fiberin bozulmasına ve mekanik mukavemet kaybına neden olmuş olabilir [89].



Şekil 8.14. 3 katmanlı kompozitlerin çekme dayanımları

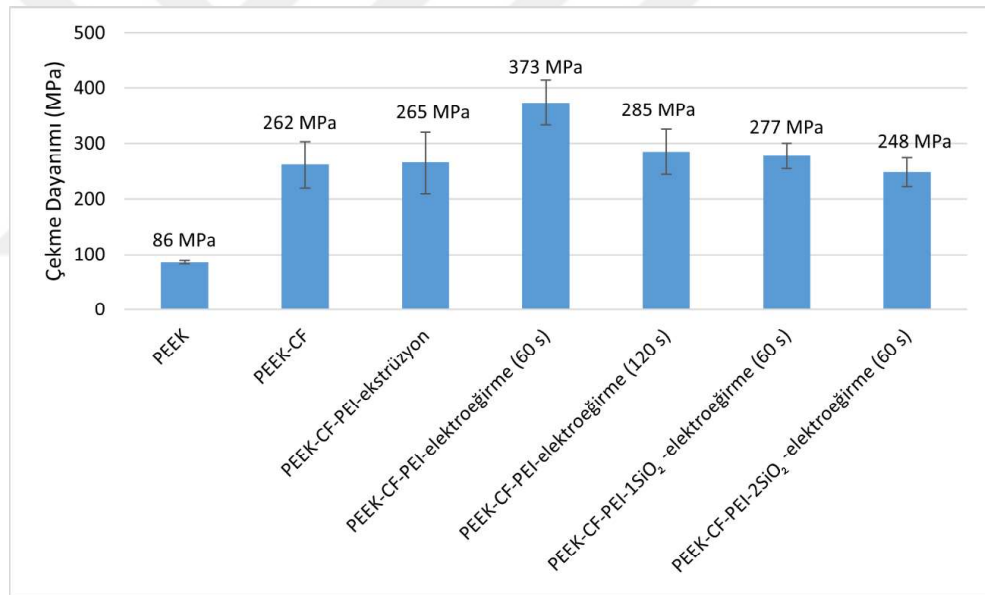


Şekil 8.15. 3 katmanlı kompozitlerin Young modülleri

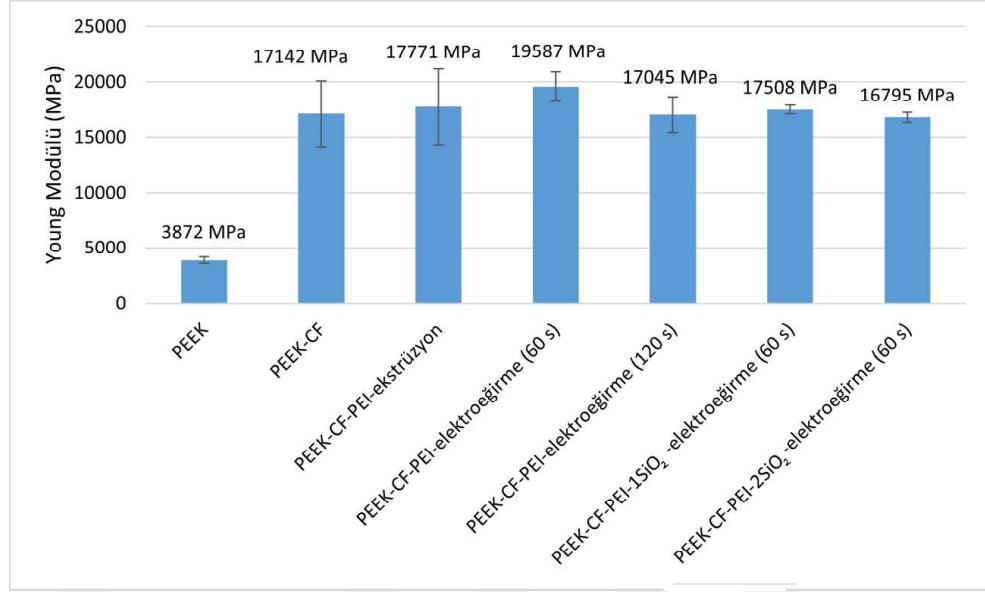
PEI ile modifiye edilen PEEK-CF 3 katmanlı kompozitlerin çekme testi sonuçları

Şekil 8.16 ve 8.17’de üç katmanlı numunelerin çekme dayanımı ve Young modülü değerleri karşılaştırılmıştır. CF’lerin PEI ile modifiyesinde kullanılan iki farklı yöntem ekstrüzyon ve elektroegirme mekanik özellikler bakımından karşılaştırılmıştır. Ekstrüzyonla üretilen PEEK-CF-PEI numunesinde çekme dayanımında PEI ilavesiz PEEK-CF numunesine kıyasla bir değişim olmamıştır. 60 saniye boyunca elektroegirme

ile yapılan modifikasyon işleminde elde edilen CF-PEI numunesi ile oluşturulan kompozit PEEK-CF-PEI-elektroegirme (60 s) en yüksek çekme dayanımı ve Young modülü değeri elde edilmiştir. Bu sonuç Tablo 8.4'te verilen XPS sonuçlarında görülen PEI ile modifiye edilen CF-PEI'nin CF'ye göre karbonil grubundaki artışla uyumludur. Tablo 8.6'da verilen CF-PEI, CF-PEI-1SiO₂ ve CF-PEI-2SiO₂ numunelerinin yüzey enerjilerinin CF'yle kıyaslandığında PEEK'e yaklaşması da bu sonucu doğrulamaktadır. Bu sebeple CF-PEI modifikasyonları için elektroegirme yöntemi 60 saniye uygulama ile kullanılmıştır. Wang ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada PEI miktarının artması çekme özelliklerine negatif etki göstermiştir [99]. Bu çalışmada silika içeren numunelerde beklenenin tersine çekme dayanımı ve modulus değerleri silika artışı ile düşmüştür. Silika içeren CF-PEI numunelerinin yüzey enerjilerinin de düşük olduğu görülmüştür (Tablo 8.6).



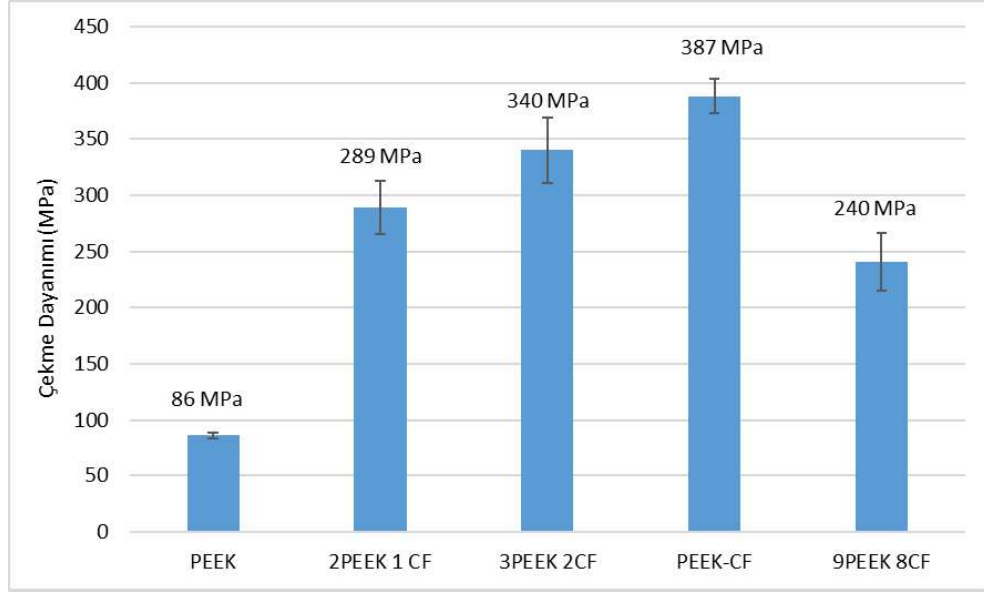
Şekil 8.16. Farklı yöntemlerle üretilen 3 katmanlı kompozitlerin çekme dayanımları



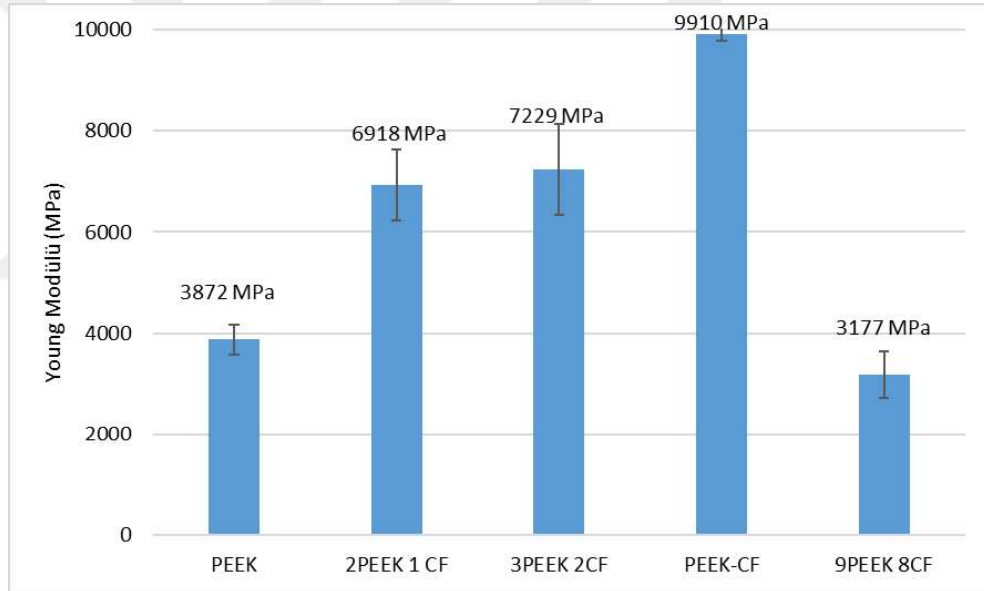
Şekil 8.17. Farklı yöntemlerle üretilen 3 katmanlı kompozitlerin Young modülleri

Farklı katman sayılarında üretilen PEEK-CF kompozitlerinin çekme testi sonuçları

Şekil 8.18 ve Şekil 8.19’da farklı katman sayıları ile hazırlanan kompozitlerin çekme testi sonuçları verilmiştir. 13 katmanlı 7 PEEK ve 6 CF’den oluşan kompozitin en iyi çekme dayanımına sahip olduğu görülmektedir. Karbon kumaş katman sayılarının artması PEEK matrisine yüksek rijitlik ve mukavemet kazandırmıştır [8]. Bu ölçüm sonuçlarına göre 13 katmanlı PEEK-CF kompozitleriyle üretilmeye devam edilmiştir. 17 katmanlı numunede, katman sayısının artmasıyla katmanlar arası bağlantının zayıflaması, delaminasyon riskinin artması, esnekliğin azalması ve boşlukların oluşma olasılığının artması çekme dayanımının düşmesine sebep olmuştur. Literatürde de karbon fiber oranı artışının mekanik özelliklere olumsuz etkisi olduğu tespit edilmiştir [109]. Fiber oranının artışına bağlı olarak matrisin işlevini kaybetmesi ve kompozitin mekanik dayanımının azaldığı söylenebilir [110].



Şekil 8.18. Kompozitlerin katman sayısına göre çekme dayanımları

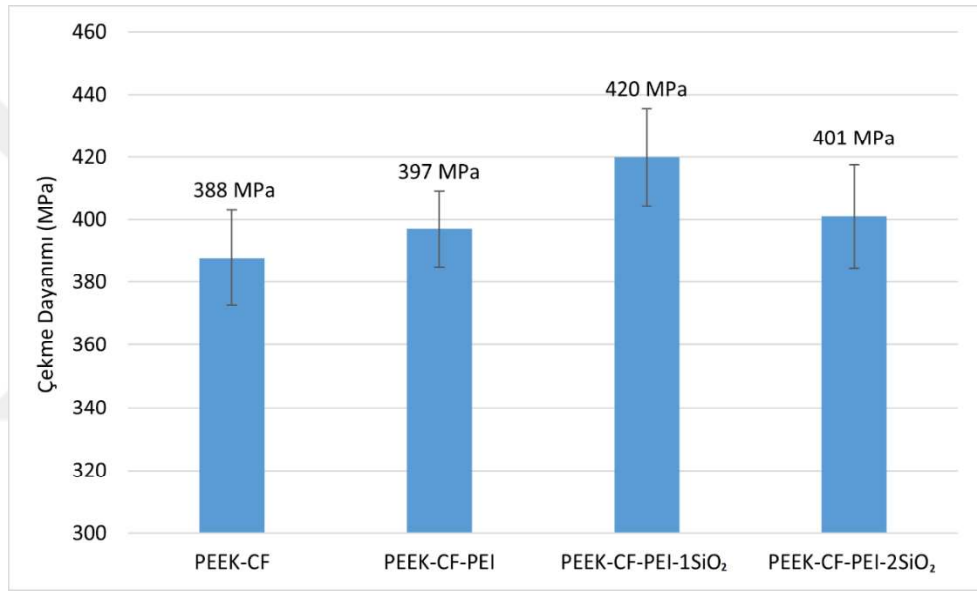


Şekil 8.19. Kompozitlerin katman sayısına göre Young modülleri

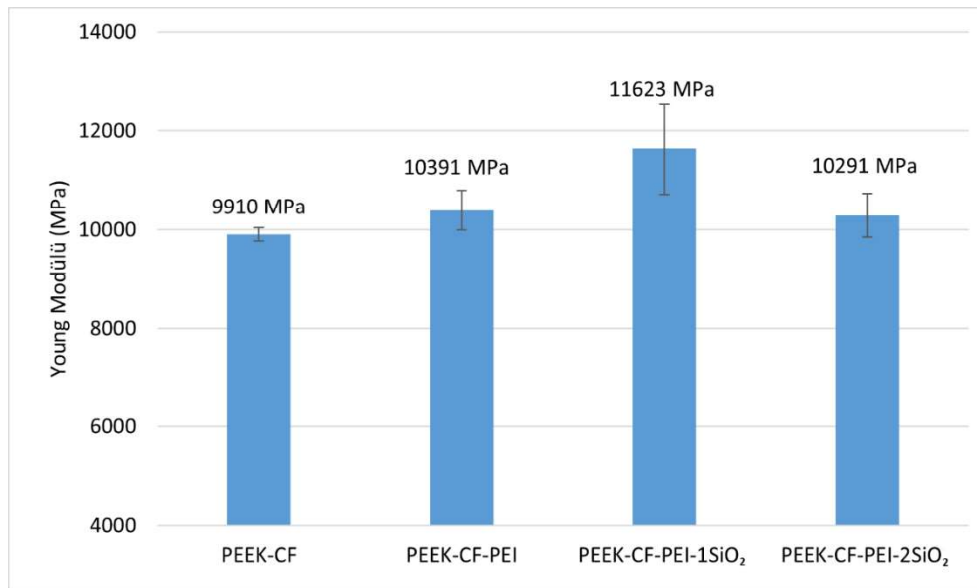
PEI-silika ile modifiye edilen 13 katmanlı kompozitlerin çekme testi sonuçları

13 katmanlı kompozitlerin çekme testi sonuçları Şekil 20-21’de verilmiştir. Karbon fiber katkısıyla PEEK’in çekme dayanımı 387,8 MPa’a ulaşarak yüksek mukavemet ve rijitlik kazanmıştır. PEI modifiyesiyle çekme dayanımı kısmen artarak 397,0 MPa’a ulaşmıştır. %1’lik silika katkısı PEEK-CF-PEI-1SiO₂ numunesinde çekme dayanımını daha da artırmış, Tablo 8.6’da incelendiği üzere PEEK ve CF arasındaki arayüzey bağlanmasını iyileştirmiştir. %2 silika katkılı PEEK-CF-PEI-2SiO₂ kompozitinde ise silika fazlası olumsuz etki göstermiştir. PEI ile silika katkısının dengeli olarak kullanılması mekanik özelliklerde iyileşmeye sebep olduğunu göstermektedir. Saeed ve

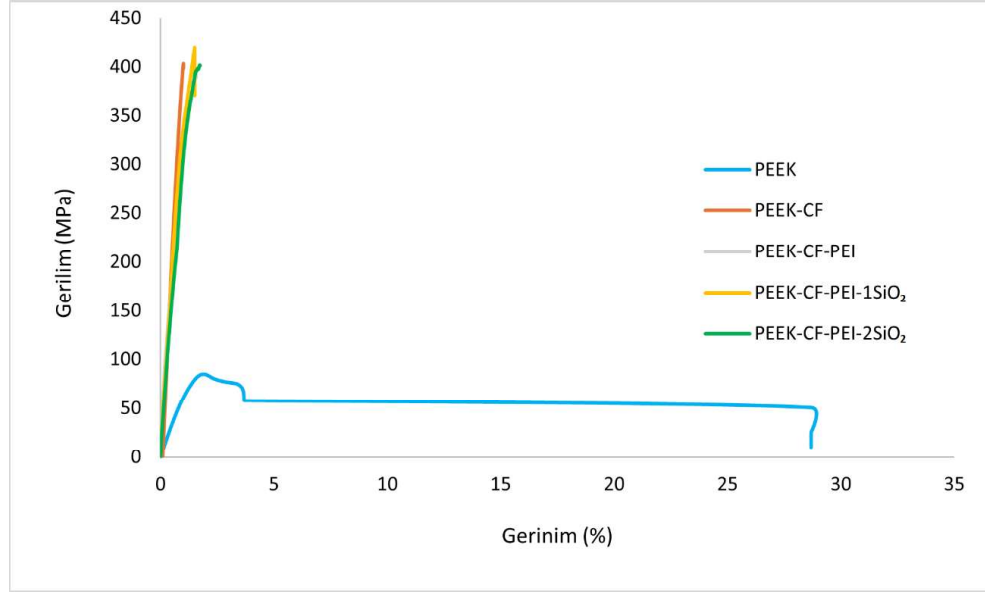
arkadaşları yaptıkları çalışmada PEEK'e %3 oranda silika katkısıyla ekstrüderde eriyik karıştırma yöntemiyle üretilen PEEK-silika numunelerinde silikanın çekme dayanımını düşürdüğünü raporlamışlardır [111]. 3 katmanlı kompozitlerde silika ilavesi mekanik özellikleri azaltırken, çok katmanlılarda artırmıştır. Az katmanlı kompozitlerde, silika ilavesi matrisin sertliğini artırarak, matris ve fiberler arasındaki etkileşimi azaltabilir. Bu da yük transferini zayıflatır ve mekanik özellikleri düşürebilir. Ancak, çok katmanlı kompozitlerde silika ilavesi katmanlar arası daha iyi bir adhezyon ve mekanik kilitlenmeye yol açarak yük taşıma kapasitesini artırabilir. Çok katmanlı kompozitlerde, daha fazla kilitlenme noktası oluşup malzemenin mukavemetini ve sertliğini artırmıştır.



Şekil 8.20. 13 katmanlı kompozitlerin çekme dayanımları



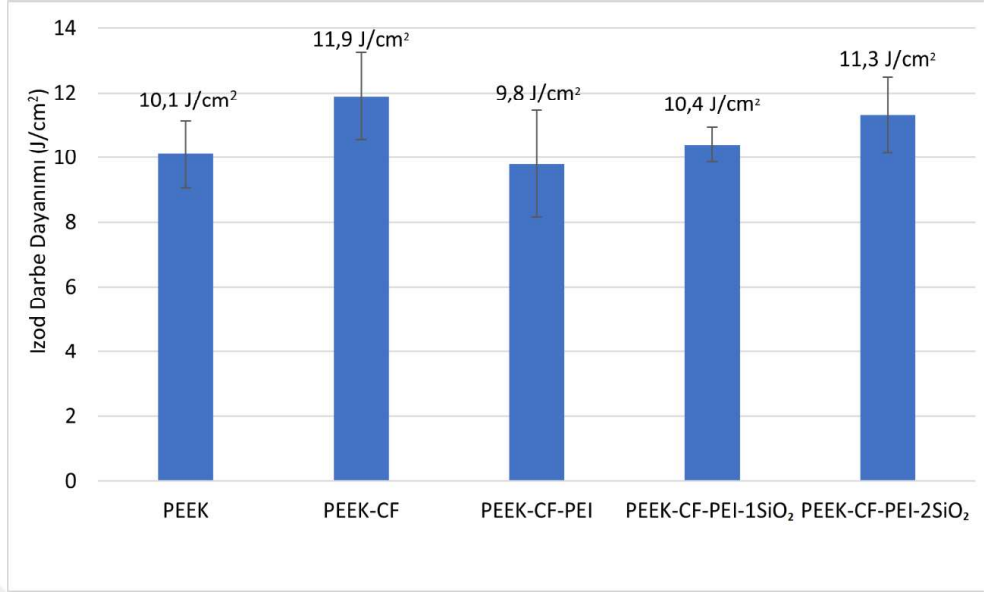
Şekil 8.21. 13 katmanlı kompozitlerin Young modülleri



Şekil 8.22. 13 katmanlı kompozitlerin gerinim-gerilim eğrileri

8.2.5. Kompozitlerin Darbe Dayanımı Testi

PEEK ve 13 katmanlı kompozitlerin çentiksiz Izod darbe dayanımları incelenmiştir (Şekil 8.23). CF katkısı PEEK'in darbe dayanımını beklediği üzere arttırmıştır [112]. Ancak PEI'nin sert ve rijit yapısı, çekme dayanımını iyileştirirken, darbe dayanımının düşmesine sebep olmuştur. Darbe enerjisinin emilmesi için esneklik gereklidir [113]. Silika katkısı ile darbe dayanımlarında tekrar artış olmuştur. Bu da PEEK ve CF'nin uyumunda PEI ve silikanın birlikte kullanılmasının mekanik özelliklere olumlu etkisinden kaynaklanmaktadır. PEEK-CF kompozitlerinin düşük sıcaklıklarda azalması beklenen darbe enerjisini arttırmak için silika katkısı, darbe enerjisi emilimini artırarak literatürde de daha iyi performans sağlamıştır [80].



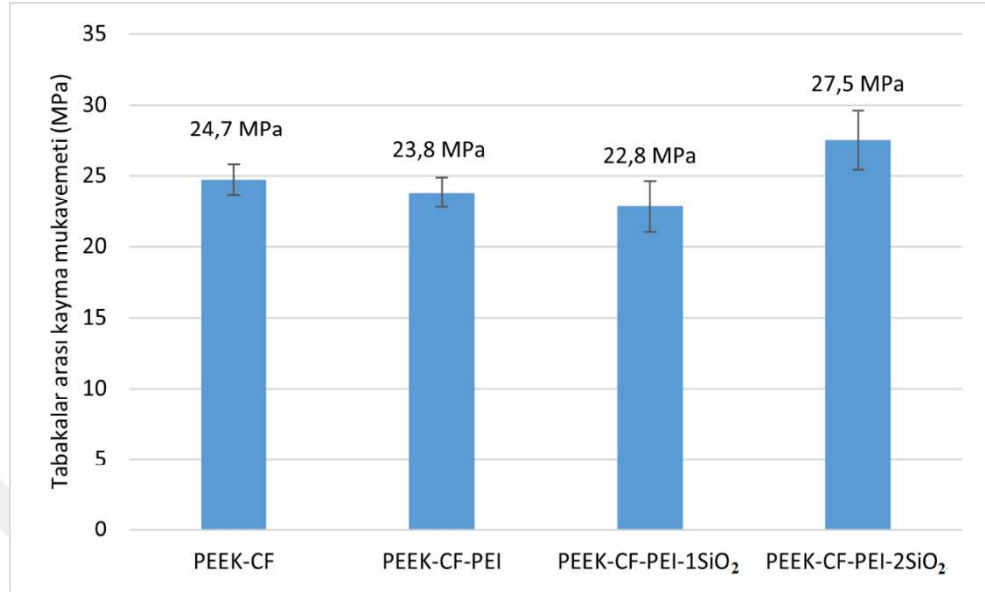
Şekil 8.23. 13 katmanlı kompozitlerin darbe dayanımları

8.2.6. ILSS

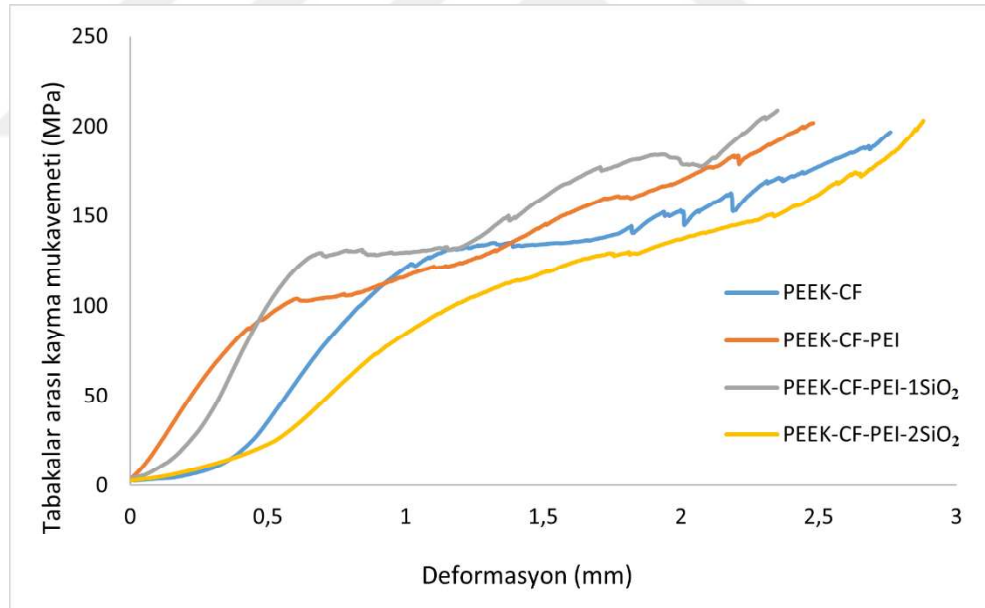
ILSS ölçümü kompozit malzemelerdeki katmanlar arası adhezyonu değerlendirmek için kullanılır. Bu nedenle, saf PEEK için ILSS değeri (97 MPa) teorik bir referans olarak kabul edilebilir ve kompozitlerin ILSS değerleri ile karşılaştırmanın uygun olmadığı düşünülmektedir. Şekil 8.24 ve Şekil 25 incelendiğinde PEEK-CF numunesinin ILSS değeri literatürle uyumlu olarak 24,65 MPa bulunmuştur [57]. Karbon kumaş ve PEEK matrisi arasındaki zayıf adhezyon, delaminasyona daha yatkındır. Silika CF yüzeyinde gözenekli bir yapı oluşturarak kumaş ile matris arasındaki temas alanının artmasını sağlar. SiO₂ ve PEI, PEEK moleküllerinin penetrasyonunu destekleyebilen ve ıslanabilirliği artırabilen önemli bir etkiye sahiptir. Fiberden matrise stres transferine katkıda bulunarak güçlü bir etkileşim yaratır. PEI ve %1 silika katkısıyla birlikte ILSS değeri PEEK-CF-PEI numunesinin ILSS değeriyle neredeyse aynı kalmıştır. PEEK-CF-PEI-2SiO₂ numunesinde ILSS değerinde PEEK-CF-PEI numunesine göre artış olmuştur. %2 silika katkısının arayüzey mukavemetini arttırdığı söylenebilir [3]. Yang ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada epoksi ve karbon fiber arasındaki tabakalar arası kayma mukavemetinin silika modifiyesiyle 77,8 MPa'dan 88,7 MPa'a kadar yükseldiği görülmüştür [65]. Wang ve arkadaşları vinilester ve karbon fiber kompozitinin ILSS eğrisinde ani bir kırılma noktasının oluştuğunu ve sonrasında tabakalar arası kayma mukavemetinin düştüğünü raporlamışlardır [114].

Hassan ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada ise CF'nin PEI ile modifiyesi elektroegirme yönteminden farklı olarak PEI diklorometanda çözdürdükten sonra

daldırma yöntemiyle yapılmıştır. PEEK matrisinde üretilen kompozitlerin ILSS değerinde PEI modifikasyonu ile artış görülmüştür [87].



Şekil 8.24. 13 katmanlı kompozitlerin ILSS değerleri



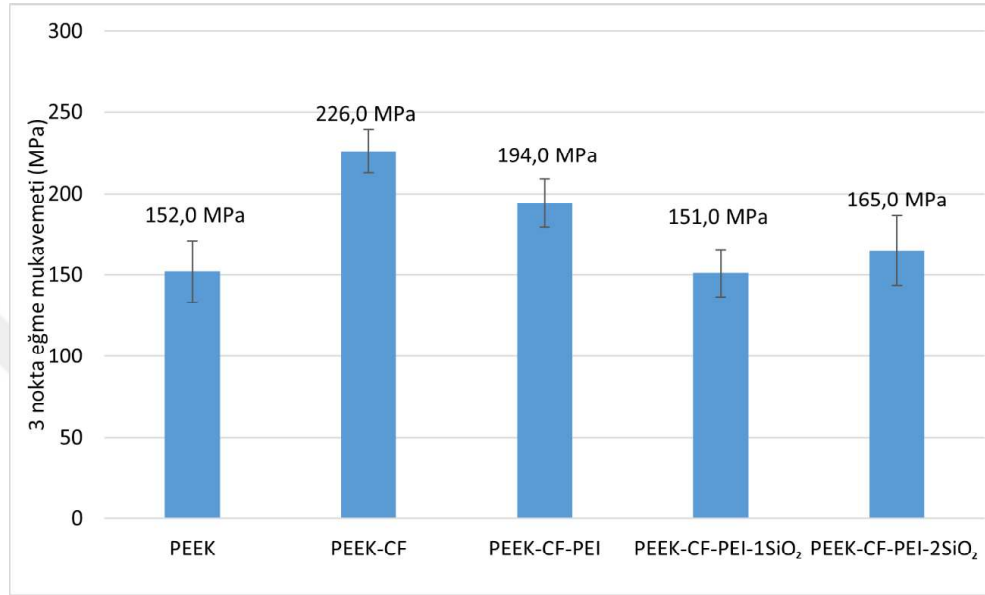
Şekil 8.25. 13 katmanlı kompozitlerin ILSS eğrileri

8.2.7. 3 Nokta Eğme Testi

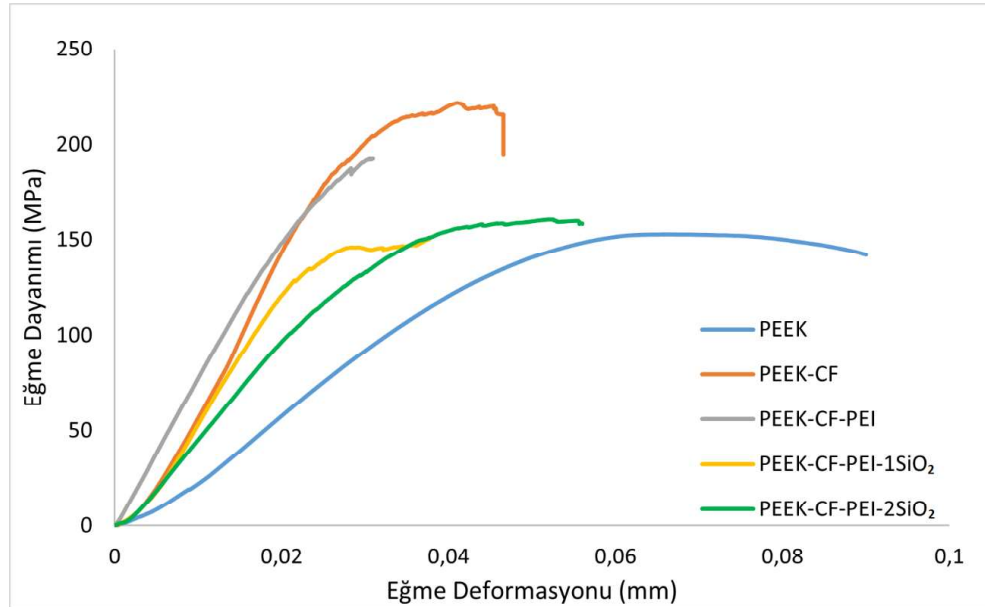
Şekil 8.26 ve Şekil 8.27’de PEEK ve kompozitlerin üç nokta eğme dayanımları incelendiğinde saf PEEK’te 152 MPa eğme mukavemeti görülürken, karbon fiber eklenmesiyle mukavemet artmış PEEK-CF’de bu değer 226 MPa’a literatürle uyumlu olarak yükselmiştir [108]. Ancak, PEI ve silika ilavesiyle mukavemet düşmüş, PEEK-

CF-PEI-1SiO₂'de saf PEEK seviyesine gerilemiştir. PEEK-CF-PEI-2SiO₂'de ise bir miktar iyileşmeyle 165 MPa'a çıkmıştır.

Hassan ve arkadaşlarının yaptıkları farklı bir çalışmada ise CF'nin PEI ile modifiyesi ile birlikte eğme mukavemeti değerlerinde modifiye edilmemiş CF'nin kullanıldığı kompozitlere göre artış görülmüştür [87].



Şekil 8.26. 13 katmanlı kompozitlerin 3 nokta eğme değerleri



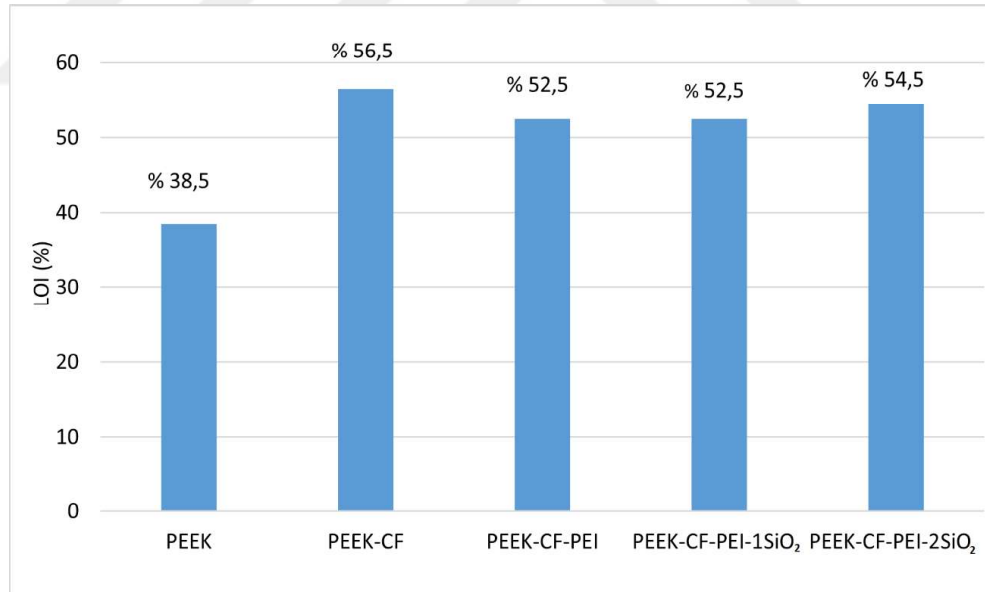
Şekil 8.27. 13 katmanlı kompozitlerin 3 nokta eğme eğrileri

8.2.8. LOI

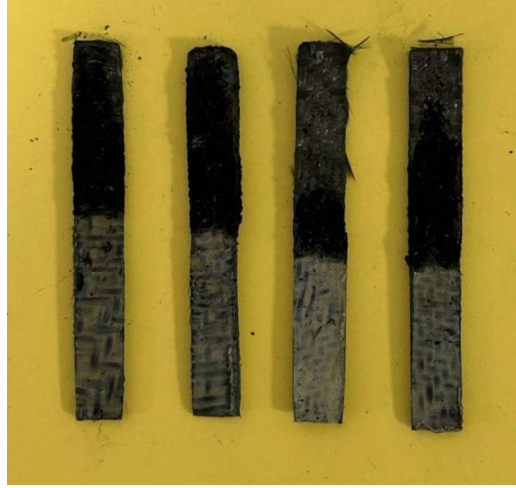
LOI değeri, bir malzemenin yanmaya devam etmesi için gerekli minimum oksijen yüzdesini ifade eder, bu değer ne kadar yüksekse, malzeme o kadar az yanıcıdır. Şekil 8.28 incelendiğinde saf PEEK'in LOI değeri %38,5 olması PEEK'in kendi başına düşük yanıcılık özelliğine sahip olduğunu göstermektedir. Karbon kumaş eklenmesi, LOI değerini önemli ölçüde artırmış, %56,5 olarak ölçülmüştür. Karbon kumaşın alev geciktirici özelliği olduğu bilinmektedir ve bu, kompozitin yanma direncini artırarak daha güvenli bir malzeme haline getirir. Patel ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada da saf PEEK'in LOI değeri %37,5 iken karbon fiber katkılı PEEK'in LOI değeri %45,5'a yükselmiştir [115]. Sudhin ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada da saf PEEK'in LOI değeri %35 iken karbon fiber katkılı PEEK'in LOI değeri %47'ye yükselmiştir [116].

PEI katkılı numunenin LOI değeri, karbon fiberli örneğe göre düşmüş ve %52,5 olarak ölçülmüştür. Bunun sebebi PEI'nin LOI değerinin %34,2 olmasıdır [117].

Silika katkısının bu çalışmada yanmazlığa kısmen olumlu etkisi olmuştur. Silika yanmaz bir malzeme olması sebebiyle literatürde sıklıkla kullanılmaktadır [118].



Şekil 8.28. 13 katmanlı kompozitlerin LOI değerleri ve test sonrası numunelerin görüntüsü



Şekil 8.28. (Devam) 13 katmanlı kompozitlerin LOI değerleri ve test sonrası numunelerin görüntüsü

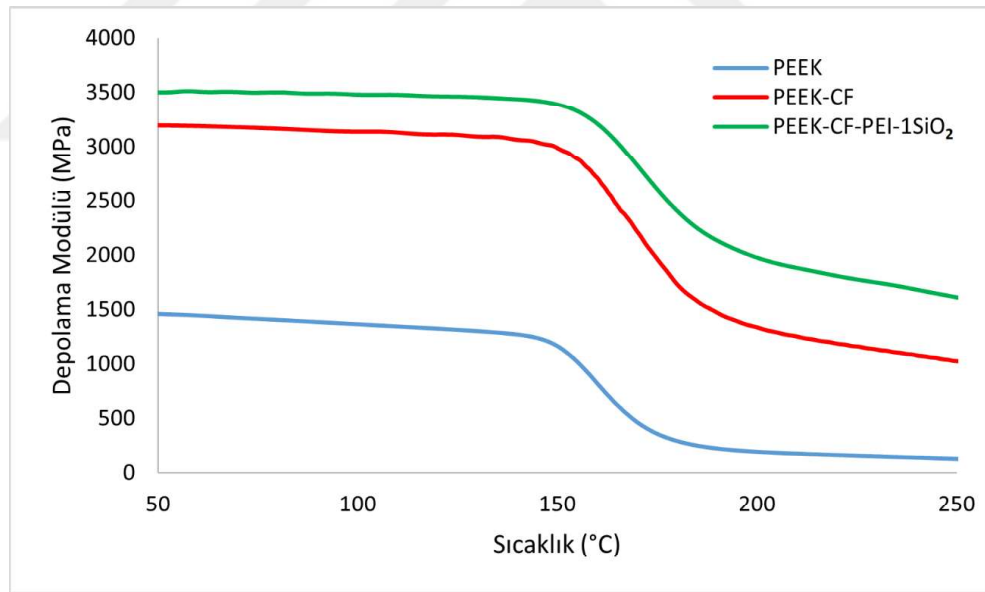
8.2.9. DMA

Şekil 8.29-33'te sırası ile 1, 10, 50 ve 100 Hz frekanslarda ölçülen kompozitlerin depolama modülü, kayıp modülü ve Tan delta eğrileri karşılaştırılmıştır. Depolama modülü, malzemenin elastik yanıtını ve enerji depolama kapasitesini gösterir. Yüksek depolama modülü değeri malzemenin daha rijit olduğunu ve daha fazla mekanik enerji depolayabildiğini gösterir. CF katkılı PEEK-CF numunesinin, PEI ve silika ile modifiye edilen PEEK-CF-PEI-1SiO₂ numunesinin depolama modülünün tüm frekans değerlerinde PEEK'e göre yüksek olması, PEEK matrisini önemli ölçüde güçlendirdiğini ve kompozitlerin termomekanik performansını artırdığını göstermektedir. Kayıp modülü, malzemenin viskoz yanıtını ve enerji dağılımını ölçer. Yüksek kayıp modülü, malzemenin daha fazla enerjiyi viskoz sürtünme yoluyla dağıttığını gösterir, bu da daha fazla iç sürtünme ve ısı üretimi anlamına gelir. CF, PEI ve silika eklenmesiyle üretilen PEEK-CF-PEI-1SiO₂ numunesinin kayıp modülünde PEEK'e göre artış olmuştur, bu da katkı maddelerinin malzemenin viskoz özelliklerini ve iç sürtünmeyi artırdığını göstermektedir. Tan delta, kayıp modülünün depolama modülüne oranıdır ve malzemenin sönümleme özelliğini gösterir. Yüksek bir tan delta değeri, malzemenin daha fazla enerjiyi sönümlediği ve daha fazla viskoelastik davranış gösterdiği anlamına gelir. Tan delta pikleri, camı geçiş sıcaklığını (T_g) belirlemek amaçlı kullanılır. Bu pik, malzemenin yapısında viskoelastik geçişlerin olduğunu ve bu sıcaklıkta mekanik özelliklerin değiştiğini gösterir. PEEK-CF ve PEEK-CF-PEI-1SiO₂ numunelerinin saf PEEK'e kıyasla daha düşük bir tan delta pikine sahip olduğu görülmüştür. Bu düşüş zincir hareketlerinin kısıtlandığı, ara yüzey etkileşiminin arttığı anlamına gelmektedir [62, 119].

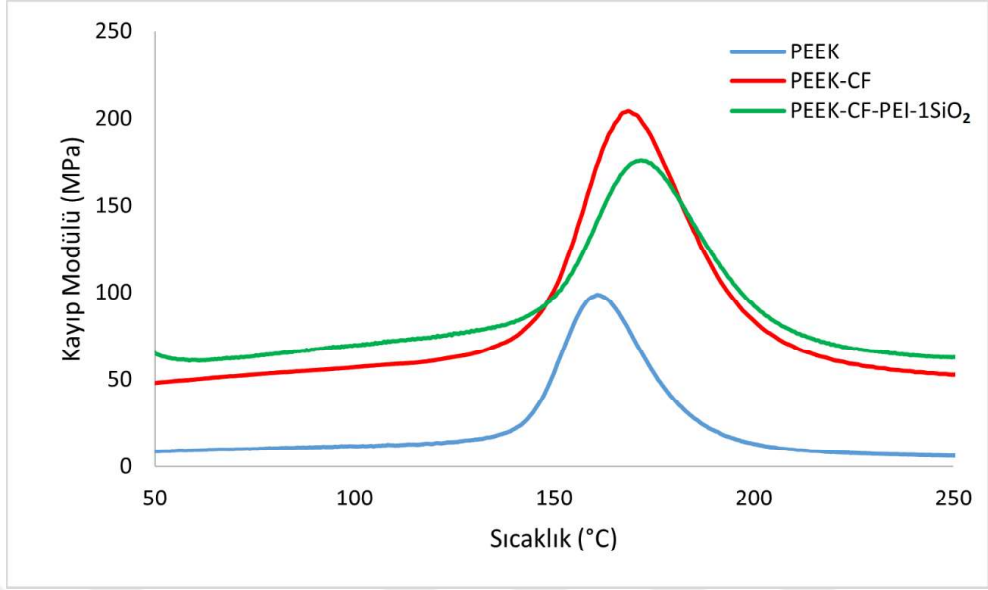
Chen ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada PEI ve grafen oksit (GO) katkısının karbon fiber-PEEK ara yüzey bağlarını güçlendirerek, bu çalışmayla benzer şekilde depolama modülünü artırdığı ve tan delta değerini düşürdüğü belirtilmiştir [3].

Rahman ve Xu tarafından yapılan çalışmada ise polipropilen matrisli kompozitlerde fiber yöneliminin sönümlleme davranışı üzerinde belirleyici olduğu, ancak frekans artışının modül üzerindeki etkisinin sınırlı kaldığı raporlanmıştır [120].

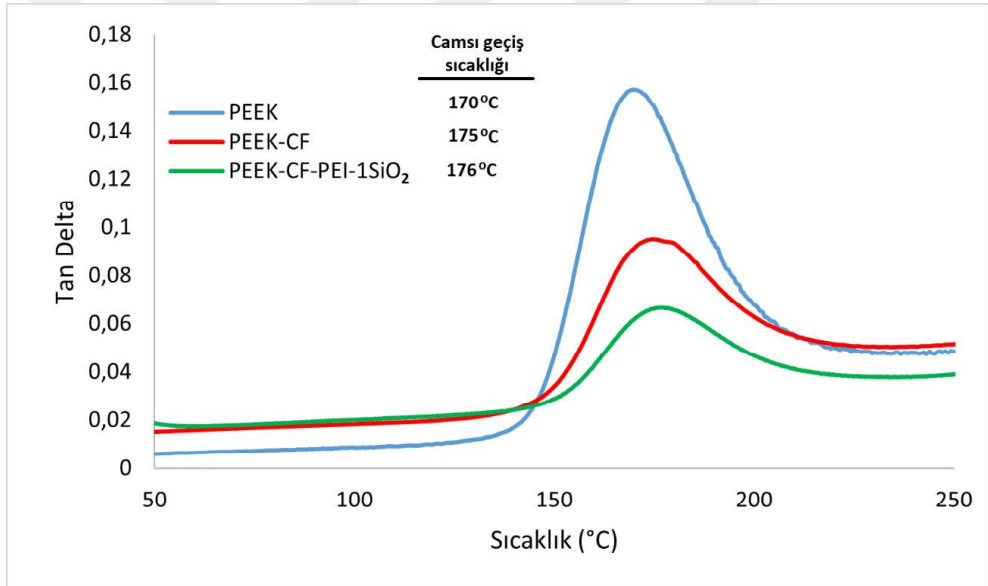
Arif ve arkadaşları, grafen nanoparçacıkları (GNP) ve karbon nanotüpler (CNT) ile takviye edilmiş PEEK kompozitlerinin termomekanik davranışını incelemiş ve yatay yönlü üretilmiş numunelerde katkı maddelerinin camsı geçiş sıcaklığı altındaki depolama modülünü artırdığını, ancak T_g üstü sıcaklıklarda bu etkinin sınırlı olduğunu raporlamışlardır. Ayrıca tan delta eğrilerinde T_g değerinin sabit kaldığını, ancak tan δ pik şiddetinde belirgin bir azalma gözlemlendiğini belirtmişlerdir. Bu durum, katkı maddelerinin matrise düzgün dağılmasıyla polimer zincirlerinin hareket kabiliyetini sınırlandırdığı ve yapı içerisinde daha rijit bir sistem oluştuğunu göstermektedir [121].



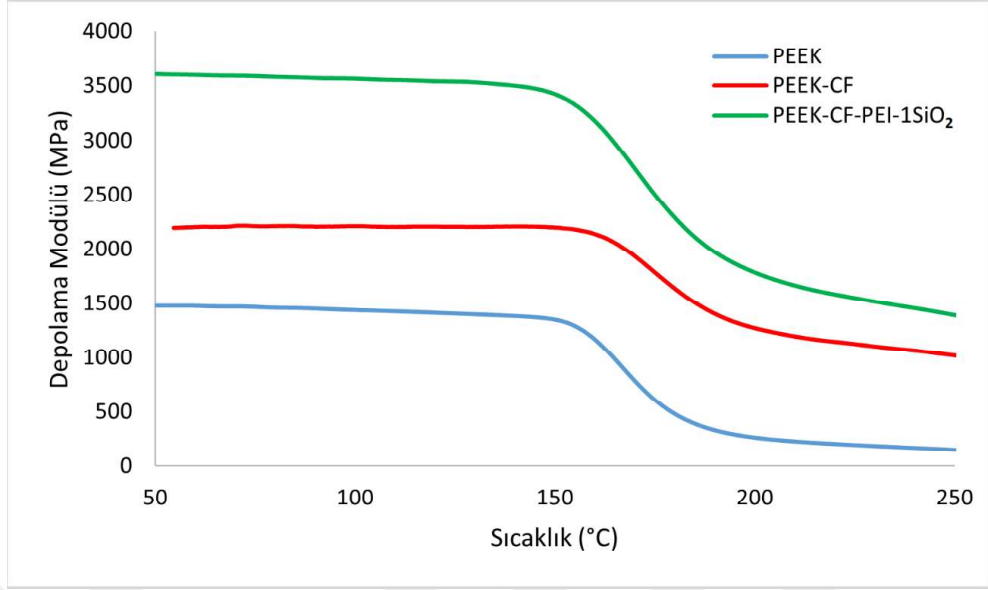
Şekil 8.29. 13 katmanlı kompozitlerin depolama modülü eğrileri (1 Hz)



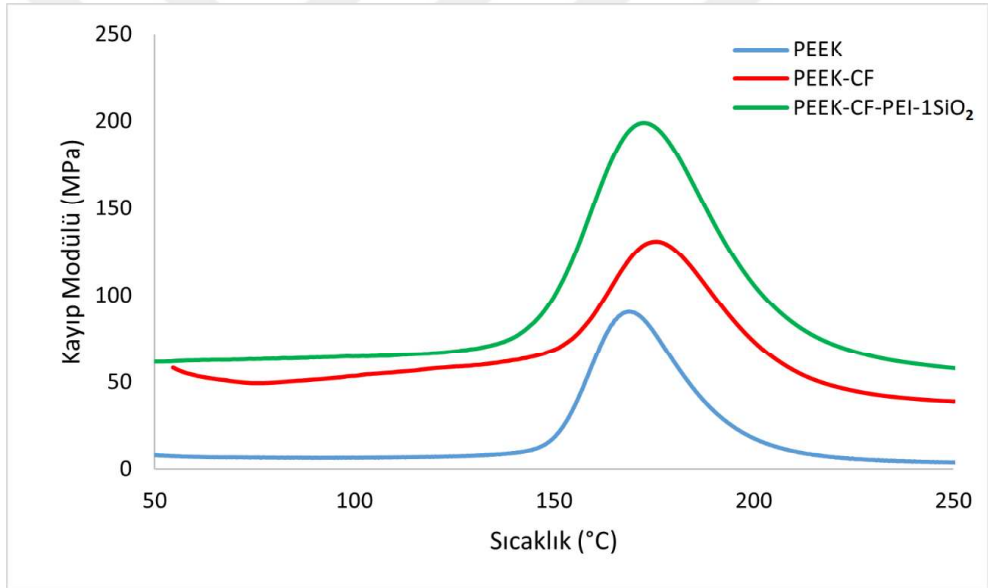
Şekil 8.30. 13 katmanlı kompozitlerin kayıp modülü eğrileri (1 Hz)



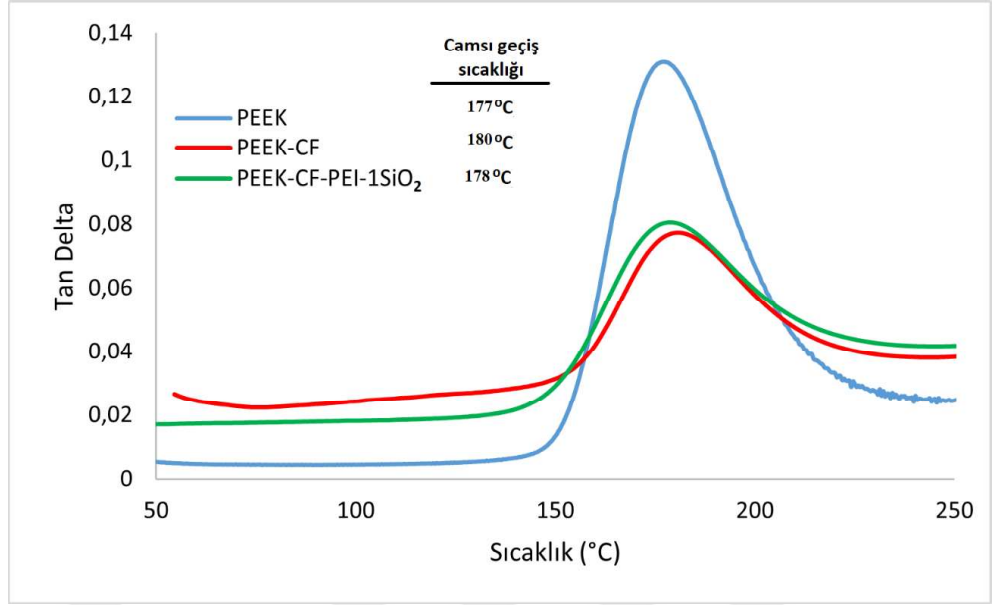
Şekil 8.31. 13 katmanlı kompozitlerin tan delta eğrileri (1 Hz)



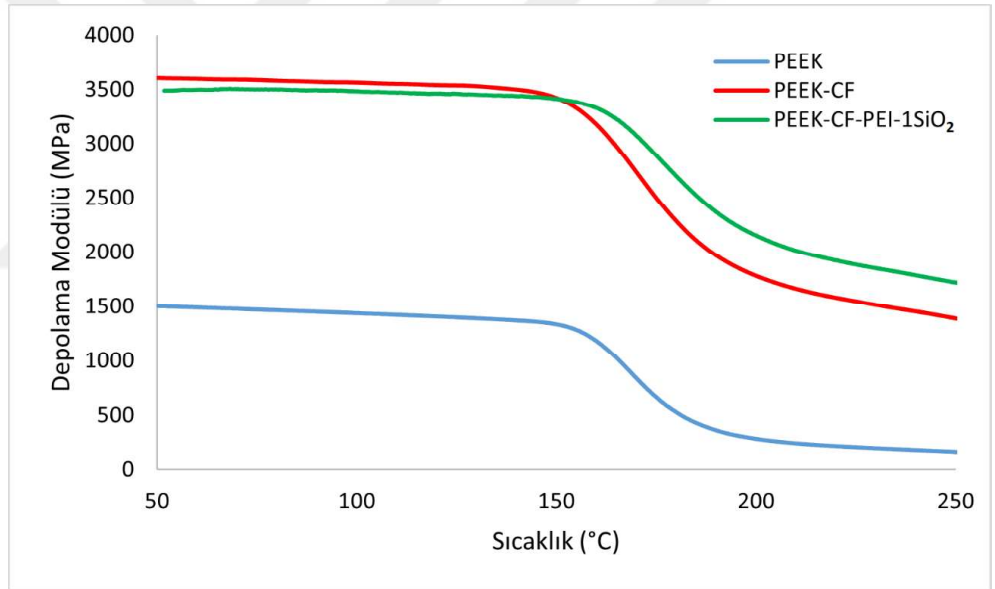
Şekil 8.32. 13 katmanlı kompozitlerin depolama modülü eğrileri (10 Hz)



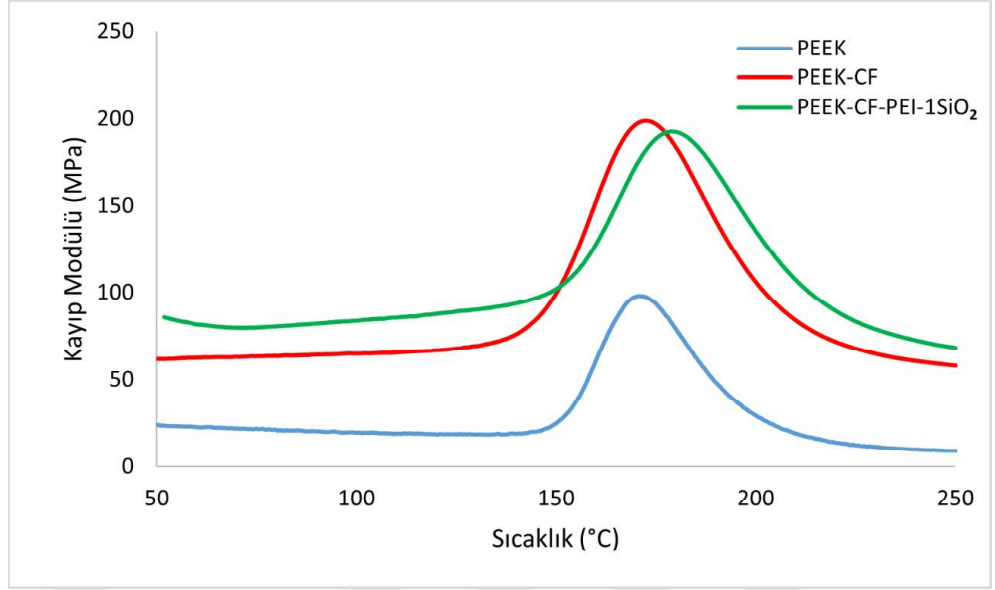
Şekil 8.33. 13 katmanlı kompozitlerin kayıp modülü eğrileri (10 Hz)



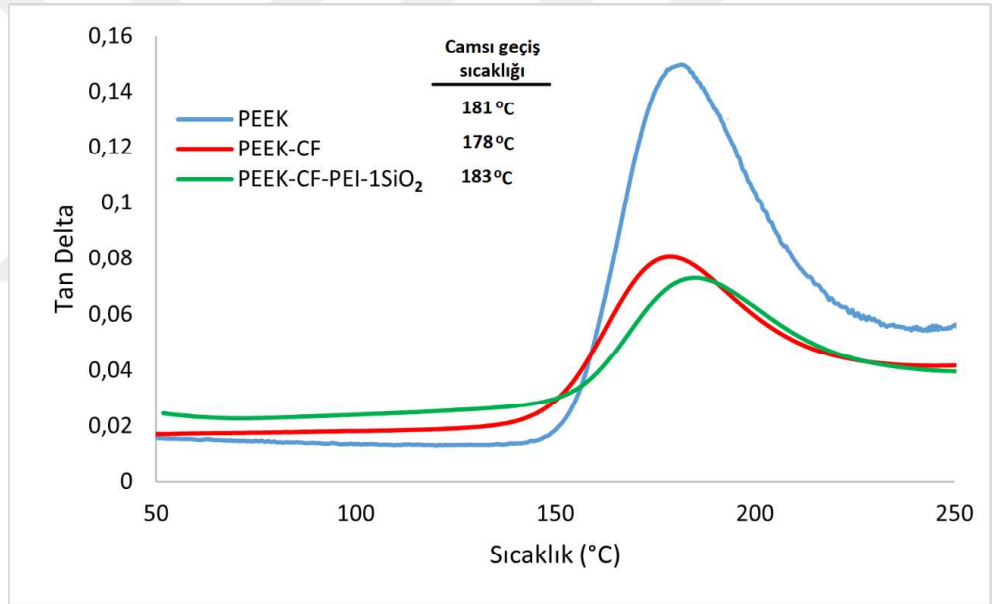
Şekil 8.34. 13 katmanlı kompozitlerin tan delta eğrileri (10 Hz)



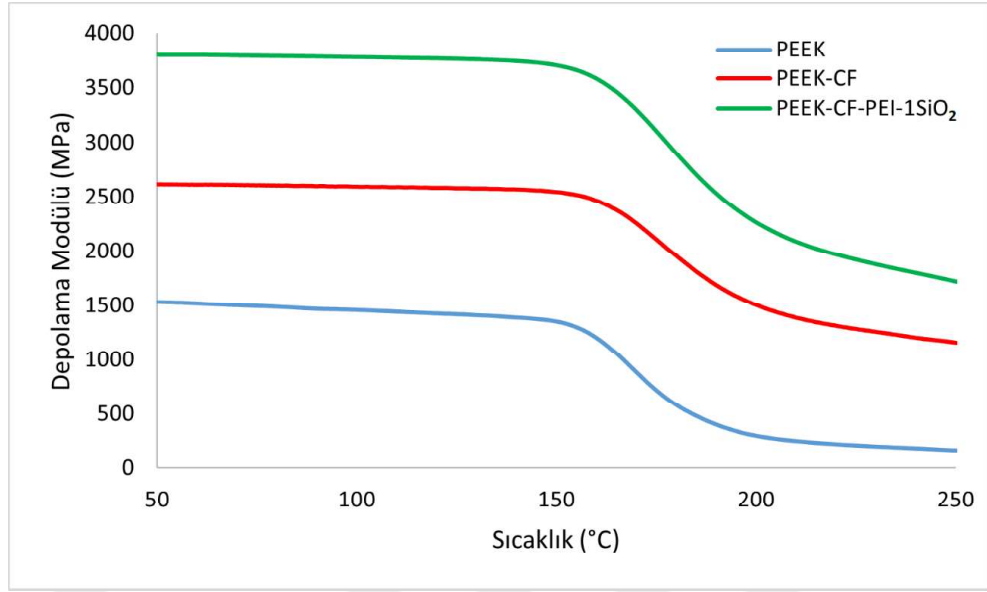
Şekil 8.35. 13 katmanlı kompozitlerin depolama modülü eğrileri (50 Hz)



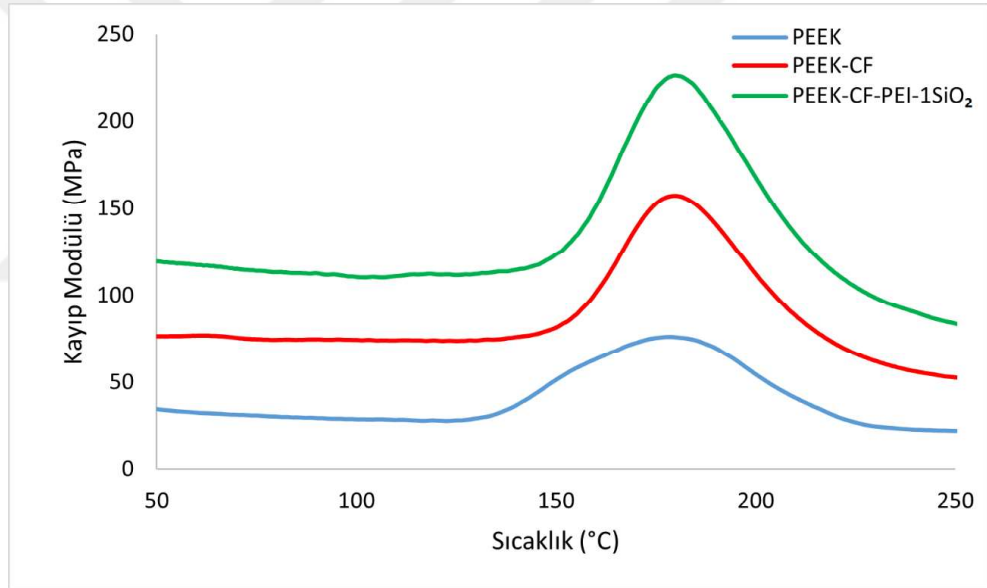
Şekil 8.36. 13 katmanlı kompozitlerin kayıp modülü eğrileri (50 Hz)



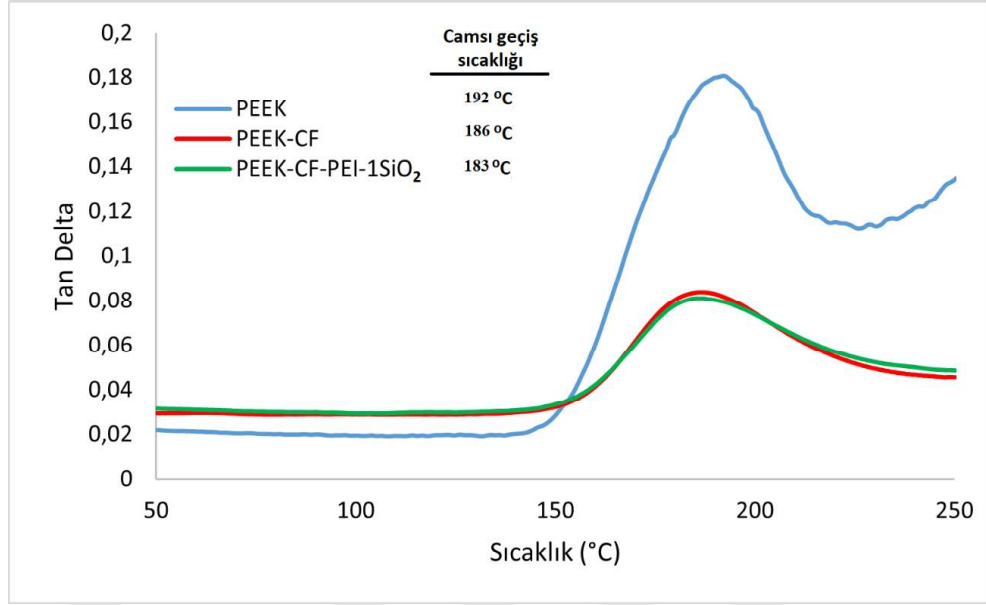
Şekil 8.37. 13 katmanlı kompozitlerin tan delta eğrileri (50 Hz)



Şekil 8.38. 13 katmanlı kompozitlerin depolama modülü eğrileri (100 Hz)



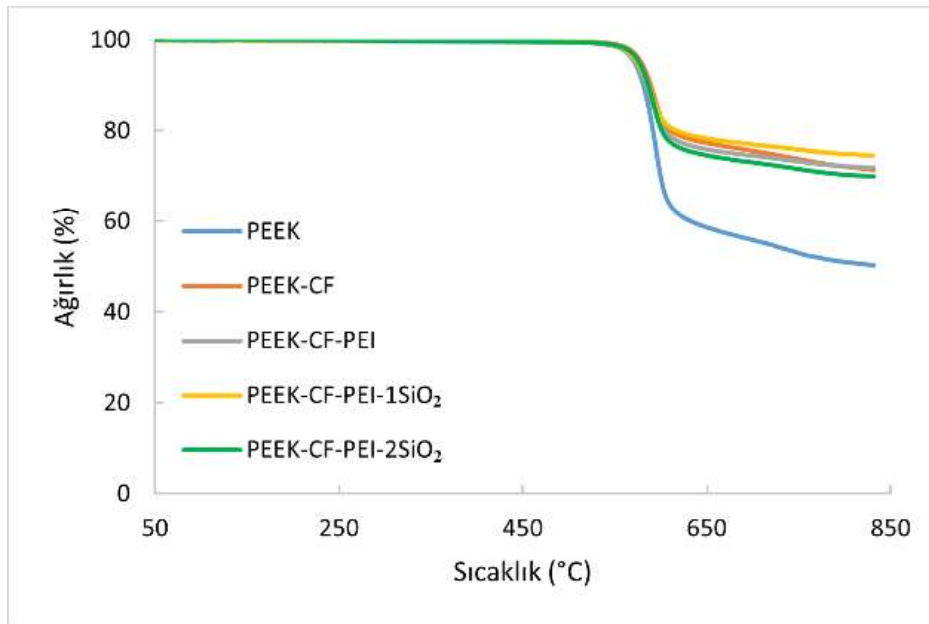
Şekil 8.39. 13 katmanlı kompozitlerin kayıp modülü eğrileri (100 Hz)



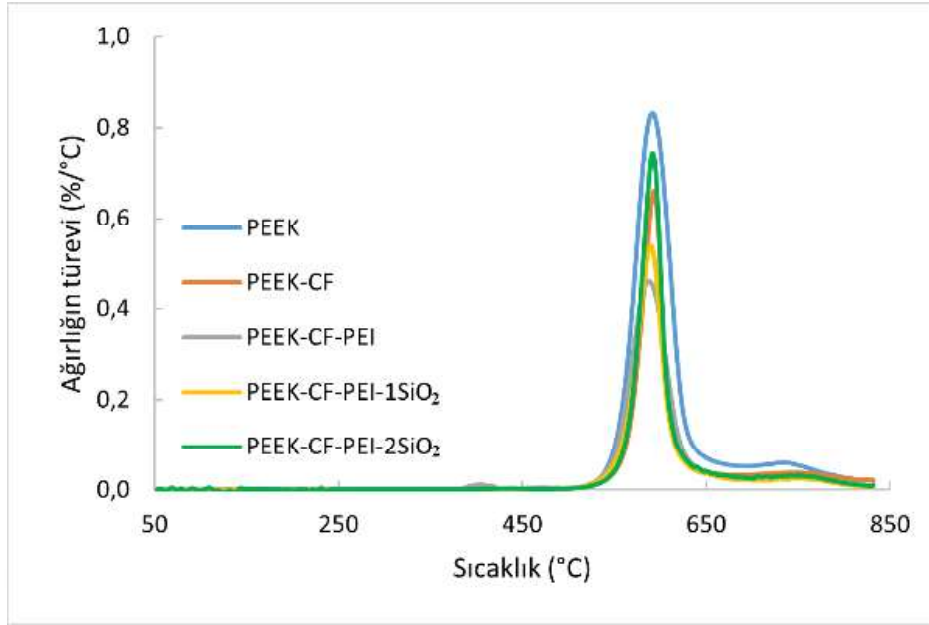
Şekil 8.40. 13 katmanlı kompozitlerin tan delta eğrileri (100 Hz)

8.2.10. TGA

PEEK ve kompozitlerin termal bozunma eğrileri ve değerleri Şekil 8.41-8.42 ve Tablo 8.7’de verilmiştir. PEEK’in bozunmadan kalan ağırlığı yaklaşık %50 iken CF’nin termal dayanımının yüksek olmasının etkisiyle CF katkılı kompozitlerde bu değer yaklaşık %70’lere kadar artmıştır. PEI’nin bozunma sıcaklığının PEEK’e göre düşük olması sebebiyle PEEK-CF-PEI kompozitinin bozunmaya başlama sıcaklığı düşmüştür [99, 108]. Silika katkısı bozunma sıcaklıkları üzerinde önemli bir farklılık yaratmamıştır.



Şekil 8.41. 13 katmanlı kompozitlerin TGA termogramları



Şekil 8.42. 13 katmanlı kompozitlerin DTA termogramları

Tablo 8.7. PEEK ve 13 katmanlı kompozitlerin TGA verileri

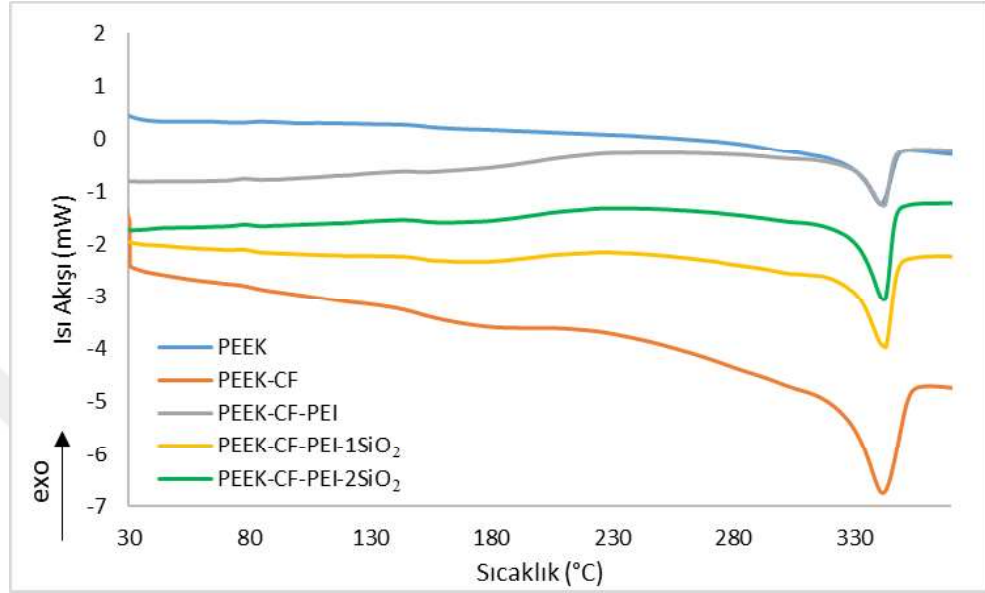
Numune	Bozunmaya başlama sıcaklığı (°C)	Maksimum bozunma sıcaklığı (°C)	Maksimum bozunma sıcaklığındaki kütle (%)	850°C'de bozunmadan kalan kütle (%)
PEEK	576	594	76	50
PEEK-CF	571	592	87	71
PEEK-CF-PEI	569	589	88	74
PEEK-CF-PEI-1SiO ₂	568	590	86	71
PEEK-CF-PEI-2SiO ₂	570	590	86	69
PEI	528	542	82	50

8.2.11. DSC

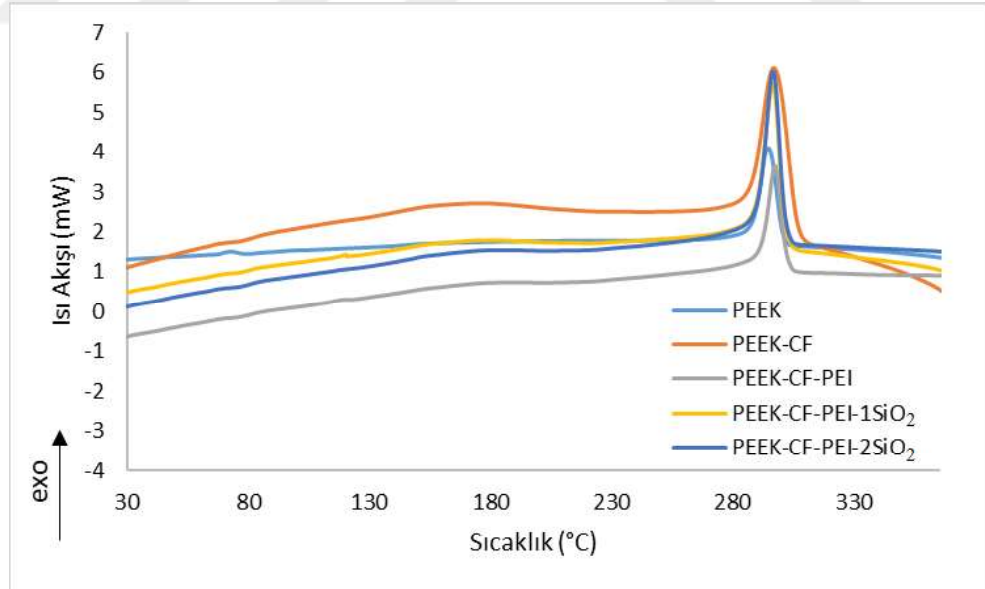
PEEK ve 13 katmanlı kompozitlerin erime ve kristallenme özellikleri Şekil 8.43-44 ve Tablo 8.8'de verilmiştir. PEEK'in erime, kristallenme sıcaklığı ve kristallenme derecesi literatürle uyumlu bulunmuştur [82]. Camsı geçiş sıcaklıkları DSC ile belirlenemediği için DMA yöntemiyle belirlenmiştir.

Kristallenme derecesi, saf PEEK'te %15 olarak hesaplanmıştır. Karbon kumaş takviyesi ile PEEK-CF numunesinde kristallenme derecesi %18'e ulaşmıştır; bu durum fiberlerin heterojen çekirdeklenme merkezi gibi davranarak kristallenmeyi teşvik ettiğini göstermektedir. PEEK-CF-PEI numunesinde PEI'nin amorf yapısı nedeniyle kristallenme derecesi tekrar %15'e düşmüştür. PEI ilavesi, PEEK zincir hareketliliğinin

sınırlanmasına ve düzenli kristal yapı oluşumunu engellemesine sebep olmuştur. %2 oranında silika katkısının, PEEK-CF-PEI-2SiO₂ numunesinde PEEK-CF-PEI numunesine göre kristallenmeyi arttıran çekirdeklenme etkisi yaratarak %21'e arttırdığı görülmüştür [99, 122, 123].



Şekil 8.43. Kompozitlerin DSC ikinci ısıtma eğrisi



Şekil 8.44. Kompozitlerin DSC soğutma eğrisi

Tablo 8.8. *PEEK ve kompozitlerin DSC verileri*

Numune	Erime sıcaklığı (°C)	Erime entalpisi (J/g)	Kristallenme sıcaklığı (°C)	Kristallenme entalpisi (J/g)	Kristallenme derecesi (%)
PEEK	341	20	295	30	15
PEEK-CF	340	13	296	17	18
PEEK-CF-PEI	342	11	297	18	15
PEEK-CF-PEI-1SiO₂	343	9	296	17	12
PEEK-CF-PEI-2SiO₂	342	15	296	23	21

9. SONUÇ VE TARTIŞMA

Bu çalışmada, havacılık alanında kullanılmak üzere PEEK-CF kompozitleri üretilmiştir ve CF modifiyelerinin kompozitlerin mekanik ve termal özelliklerine etkisi incelenmiştir. PEEK matrisi, PEI ve silika katkı maddeleri ile güçlendirilmiş ve bu katkıların kompozitlerin yapısal özellikleri üzerindeki etkileri XPS, SEM, çekme testleri ve diğer karakterizasyon yöntemleri kullanılarak değerlendirilmiştir.

CF modifikasyonu için nitrik asit ve Meldrum asidi ile iki farklı yöntem kullanılmıştır. Ayrıca CF'nin PEI modifikasyonu için de iki yöntem denenmiştir: elektroegirme ve ekstrüzyon sonrası baskılı kalıplama. Modifiye edilen CF'ler SEM, TGA, XPS ve yüzey enerjisi yöntemleriyle karakterize edilmiştir.

PEEK kompozitleri sıcak preste baskılı kalıplama yöntemiyle üretilmiştir. Öncelikle PEEK-CF-PEEK olarak üç tabakalı kompozitler üretilmiştir. Kompozitlerin mekanik özellikleri karşılaştırıldığında CF'nin elektroegirme yöntemiyle PEI ve silika ile modifiye edilmesine karar verilmiş ve deneyler bu yönde ilerletilmiştir. Kompozitlerde tabaka sayısı denenerek çekme testleri en yüksek çıkan 7 PEEK ve 6 CF'den oluşan 13 tabakalı numunelerle çok tabakalı kompozitler üretilmiştir.

Kompozitlerin karakterizasyonu, taramalı elektron mikroskobu (SEM), çekme testi, darbe dayanımı testi, 3 nokta eğme testi ve arayüzey mukavemeti testi gibi metotlar kullanılarak yürütülmüştür.

Çekme testleri sonuçları, PEEK-CF kompozitlerinin mekanik performansının, PEI ve silika katkılarıyla PEEK-CF-PEI-1SiO₂ numunesinde belirgin şekilde arttığını göstermiştir. Özellikle, PEI ile modifiye edilmiş numunelerde çekme dayanımı ve Young modülü değerlerinde önemli iyileşmeler elde edilmiştir.

Darbe dayanımı testleri, CF katkısının PEEK kompozitlerin darbe dayanımını arttırdığını, ancak PEI katkısının PEEK-CF-PEI numunesinde bu değeri düşürdüğünü ortaya koymuştur. Bu durum, PEI'nin sert ve rijit yapısının darbe enerjisini emmede yetersiz kalmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Ancak, silika katkısı ile darbe dayanımındaki bu düşüşün PEEK-CF-PEI-2SiO₂ numunesinde telafi edildiği gözlemlenmiştir. Silika partiküllerinin varlığı, matrisin darbe enerjisini emme kapasitesini artırmış ve böylece kompozitlerin darbe dayanıklılığını iyileştirmiştir. ILSS test sonuçları, kompozitlerin katmanlar arası adhezyonunun, modifikasyonlarla iyileştiğini göstermiştir. Özellikle, PEEK-CF-PEI-2SiO₂ numunesinde silika katkısının

arayüzey mukavemetini artırdığı, karbon kumaş ve matris arasındaki etkileşimin daha güçlü olduğunu kanıtlamıştır.

SEM analizleriyle, modifikasyonların kompozitlerin mikroyapıları üzerindeki etkisi incelenmiştir. PEI ve silika katkı maddeleri eklenmesiyle PEEK-CF-PEI-1SiO₁ ve PEEK-CF-PEI-2SiO₂ numunelerinde CF'lerin matris içindeki dağılımı daha homojen hale gelmiştir. Bu homojen dağılım, mekanik yüklere karşı daha iyi direnç sağlanmasını ve stresin daha etkin bir şekilde dağıtılmasını sağlamıştır.

Sonuç olarak, bu tez çalışması, PEEK ve CF kompozit malzemelerin performansını artırabilecek çeşitli modifikasyonları değerlendirmiştir. Araştırmanın bulguları, özellikle PEI ve silika katkılarının, bu tür kompozitlerin havacılık, otomotiv ve biyomedikal gibi yüksek performans gerektiren uygulamalarda kullanım potansiyelini artırdığını göstermektedir.

Bu çalışmada, seçilen twill karbon kumaşın polimer matris ile yeterince ıslanmaması sorununa yol açmıştır. Kısa karbon fiber kullanımı, PEEK ile etkileşimin artırılmasına imkan tanıyarak bu sorunu potansiyel olarak çözebilir; ancak mekanik özelliklerin de düşmesine neden olabilir. Kısa karbon fiber kullanımında, fiberlerin polimer matris içerisindeki düzenli dağılımını kontrol etmek zorluklar oluşturabilirken, twill karbon kumaşa homojen bir dağılım sağlanmıştır. Alternatif olarak, tek yönlü karbon kumaş kullanımı mekanik dayanımı yalnızca kumaş yönünde sağladı. Bu çalışmada kullanılan twill karbon kumaş, hem 0° hem de 90° derece yönlerinde mekanik dayanıklılık sağlamaktadır.

Ek olarak, elektroegirme yöntemiyle kaplama yapılırken kaplama kalınlığının homojenliğini sağlamak amacıyla bir sensör sistemi kullanılabilir. Silika partiküllerinin modifikasyonu, fiber/matris arayüzeyindeki bağlanma gücünü artırarak mekanik özellikler üzerinde olumlu bir etki yaratabilir. Bu yöntemler, kompozit malzemelerin performansını iyileştirmek ve uygulama alanlarını genişletmek için potansiyel çözümler sunmaktadır.

KAYNAKÇA

- [1] Huang, X., Su, S., Xu, Z., Miao, Q., Li, W., & Wang, L. (2023). Advanced Composite Materials for Structure Strengthening and Resilience Improvement. In *Buildings* (Vol. 13, Issue 10). Multidisciplinary Digital Publishing Institute (MDPI). <https://doi.org/10.3390/buildings13102406>
- [2] Fera, M., Abbate, R., Caterino, M., Manco, P., Macchiaroli, R., & Rinaldi, M. (2020). Economic and environmental sustainability for aircrafts service life. *Sustainability (Switzerland)*, 12(23), 1–18. <https://doi.org/10.3390/su122310120>
- [3] Chen, J., Wang, K., & Zhao, Y. (2018). Enhanced interfacial interactions of carbon fiber reinforced PEEK composites by regulating PEI and graphene oxide complex sizing at the interface. *Composites Science and Technology*, 154, 175–186. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2017.11.005>
- [4] Soutis, C. (2019). Aerospace engineering requirements in building with composites. In *Polymer Composites in the Aerospace Industry*. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-102679-3.00001-0>
- [5] Sharma, M., Gao, S., Mäder, E., Sharma, H., Wei, L. Y., & Bijwe, J. (2014). Carbon fiber surfaces and composite interphases. In *Composites Science and Technology* (Vol. 102, pp. 35–50). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2014.07.005>
- [6] Lyu, H., Jiang, N., Li, Y., Lee, H. P., & Zhang, D. (2021). Enhanced interfacial and mechanical properties of carbon fiber/PEEK composites by hydroxylated PEEK and carbon nanotubes. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 145. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2021.106364>
- [7] Tiwari, S., & Bijwe, J. (2014). Surface Treatment of Carbon Fibers - A Review. *Procedia Technology*, 14, 505–512. <https://doi.org/10.1016/j.protcy.2014.08.064>
- [8] Zheng, H., Zhang, W., Li, B., Zhu, J., Wang, C., Song, G., Wu, G., Yang, X., Huang, Y., & Ma, L. (2022). Recent advances of interphases in carbon fiber-reinforced polymer composites: A review. In *Composites Part B: Engineering* (Vol. 233). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2022.109639>
- [9] Shukla, D., Negi, Y. S., Uppadhyaya, J. Sen, & Kumar, V. (2012). Synthesis and modification of poly(ether ether ketone) and their properties: A review. In *Polymer Reviews* (Vol. 52, Issue 2, pp. 189–228). <https://doi.org/10.1080/15583724.2012.668151>
- [10] Yang, S., He, Y., & Leng, J. (2020). Review: Recent Progress on Poly(ether ether ketone) and Its Composites for Biomedical, Machinery, Energy and Aerospace Applications. In *Journal of Harbin Institute of Technology (New Series)* (Vol. 27, Issue 3, pp. 243–258). Harbin Institute of Technology. <https://doi.org/10.11916/j.issn.1005-9113.2020020>
- [11] Skirbutis, G., Dzingutė, A., Masiliūnaitė, V., Šulcaitė, G., & Žilinskas, J. (2018). PEEK polymer's properties and its use in prosthodontics. A review. *Stomatologija*, 20(2), 54–58.
- [12] Choudhury, S. S., Pandey, M., & Bhattacharya, S. (2021). Recent Developments in Surface Modification of PEEK Polymer for Industrial Applications: A Critical

- Review. *Reviews of Adhesion and Adhesives*, 9(3), 401–433. <https://doi.org/10.47750/RAA/9.3.03>
- [13] Thiruchitrabalam, M., Bubesh Kumar, D., Shanmugam, D., & Jawaid, M. (2020). A review on PEEK composites - Manufacturing methods, properties and applications. *Materials Today: Proceedings*, 33, 1085–1092. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.07.124>
- [14] Kalaycı, E., Avinç, O., & Yavaş, A. (2017). Polyether ether ketone (PEEK) fibers. *Cumhuriyet Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fen Bilimleri Dergisi*, 38(2), 168-186.
- [15] Colquhoun, H. M., & Lewis, D. F. (1988). Synthesis of aromatic polyetherketones in trifluoromethanesulphonic acid. *Polymer*, 29(10), 1902-1908.
- [16] Wei, J., Ju, T., Huang, W., Song, J., Yan, N., Wang, F., Shen, A., Li, Z., & Zhu, L. (2019). High dielectric constant dipolar glass polymer based on sulfonylated poly(ether ether ketone). *Polymer*, 178, 121688. <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2019.121688>
- [17] Karthikeyan, L., Mathew, D., & Robert, T. M. (2019). Poly(ether ether ketone)-bischromenes: Synthesis, characterization, and influence on thermal, mechanical, and thermo mechanical properties of epoxy resin. *Polymers for Advanced Technologies*, 30(4), 1061–1071. <https://doi.org/10.1002/pat.4539>
- [18] Huang, R. Y. M., Shao, P., Burns, C. M., & Feng, X. (2001). Sulfonation of poly(ether ether ketone)(PEEK): Kinetic study and characterization. *Journal of Applied Polymer Science*, 82(11), 2651–2660. <https://doi.org/10.1002/app.2118>
- [19] Ortega-Martínez, J., Farré-Lladós, M., Cano-Batalla, J., & Cabratosa-Termes, J. (2017). Polyetheretherketone (PEEK) as a medical and dental material. A literature review. *Medical Research Archives*, 5(4). <https://doi.org/10.18103/mra.v5i4.1209>
- [20] Zheng, Y., Xiong, C., Wang, Z., Li, X., & Zhang, L. (2015). A combination of CO₂ laser and plasma surface modification of poly(etheretherketone) to enhance osteoblast response. *Applied Surface Science*, 344, 79–88. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2015.03.113>
- [21] Wilson, A., Jones, I., Salamat-Zadeh, F., & Watts, J. F. (2015). Laser surface modification of poly(etheretherketone) to enhance surface free energy, wettability and adhesion. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 62, 69–77. <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2015.06.005>
- [22] Laurens, P., Sadras, B., Decobert, F., Arefi-Khonsari, F., & Amouroux, J. (1998). Enhancement of the adhesive bonding properties of PEEK by excimer laser treatment. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 18(1), 19-27.
- [23] Sundriyal, P., Sahu, M., Prakash, O., & Bhattacharya, S. (2021). Long-term surface modification of PEEK polymer using plasma and PEG silane treatment. *Surfaces and Interfaces*, 25. <https://doi.org/10.1016/j.surfin.2021.101253>
- [24] Mehdizadeh Omrani, M., Kumar, H., Mohamed, M. G. A., Golovin, K., S. Milani, A., Hadjizadeh, A., & Kim, K. (2021). Polyether ether ketone surface modification with plasma and gelatin for enhancing cell attachment. *Journal of*

Biomedical Materials Research - Part B Applied Biomaterials, 109(5), 622–629.
<https://doi.org/10.1002/jbm.b.34726>

- [25] Comyn, J. B. A. U. O. T., Mascia, L. B. A. U. O. T., Xiao, G. B. A. U. O. T., & Parker, B. M. (1996). Plasma-treatment of polyetheretherketone (PEEK) for adhesive bonding. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 16(2), 97–104.
- [26] Ha, S. W., Hauert, R., Ernst, K. H., & Wintermantel, E. (1997). Surface analysis of chemically-etched and plasma-treated polyetheretherketone (PEEK) for biomedical applications. *Surface and coatings technology*, 96(2-3), 293–299.
- [27] Zhang, S., Awaja, F., James, N., McKenzie, D. R., & Ruys, A. J. (2011). Autohesion of plasma treated semi-crystalline PEEK: Comparative study of argon, nitrogen and oxygen treatments. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 374(1–3), 88–95.
<https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2010.11.013>
- [28] Shi, H., Sinke, J., & Benedictus, R. (2017). Surface modification of PEEK by UV irradiation for direct co-curing with carbon fibre reinforced epoxy prepreps. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 73, 51–57.
<https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2016.07.017>
- [29] Vieille, B., Coppalle, A., Schuhler, E., Chaudhary, A., Alia, A., Delpouve, N., Bourdet, A.: Influence of kerosene flame on fire-behaviour and mechanical properties of hybrid Carbon Glass fibers reinforced PEEK composite laminates. *Compos Struct.* 279, (2022). <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2021.114786>
- [30] Donnet, J. B., & Bansal, R. C. (1998). *Carbon fibers*. Crc Press.
- [31] Liu, Y., Zwingmann, B., & Schlaich, M. (2015). Carbon fiber reinforced polymer for cable structures—A review. *Polymers*, 7(10), 2078–2099.
- [32] Peijs, T., Kirschbaum, R., & Lemstra, P. J. (2022). A critical review of carbon fiber and related products from an industrial perspective. *Advanced Industrial and Engineering Polymer Research*, 5(2), 90–106.
- [33] Sibal, A. K. (1984). Carbon Fiber Development and Fabric Markets. *Journal of Coated Fabrics*, 13(4), 206–215.
- [34] Newcomb, B. A. (2016). Processing, structure, and properties of carbon fibers. In *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* (Vol. 91, pp. 262–282). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2016.10.018>
- [35] Huang, X. (2009). Fabrication and properties of carbon fibers. In *Materials* (Vol. 2, Issue 4, pp. 2369–2403). <https://doi.org/10.3390/ma2042369>
- [36] Chung, D. D. L. (2017). Processing-structure-property relationships of continuous carbon fiber polymer-matrix composites. In *Materials Science and Engineering R: Reports* (Vol. 113, pp. 1–29). Elsevier Ltd.
<https://doi.org/10.1016/j.mser.2017.01.002>
- [37] Sidorina, A. I. (2021). Manufacturers of Carbon Fabrics: An Overview. *Fibre Chemistry*, 52(6), 383–393. <https://doi.org/10.1007/s10692-021-10218-w>
- [38] Altin Karataş, M., & Gökkaya, H. (2018). A review on machinability of carbon fiber reinforced polymer (CFRP) and glass fiber reinforced polymer (GFRP)

- composite materials. In *Defence Technology* (Vol. 14, Issue 4, pp. 318–326). China Ordnance Society. <https://doi.org/10.1016/j.dt.2018.02.001>
- [39] Liu, F., Wang, D., Liu, J., Wei, H., Zhang, H., Xu, J., Li, S., Qin, Z., Wang, R., Jia, H., & Zhang, J. (2020). Reviews on Interfacial Properties of the Carbon Fiber Reinforced Polymer Composites. *Journal of Physics: Conference Series*, 1637(1). <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1637/1/012027>
- [40] Holmes, M. (2017). Aerospace looks to composites for solutions. *Reinforced Plastics*, 61(4), 237–241. <https://doi.org/10.1016/j.repl.2017.06.079>
- [41] Rajak, D. K., Pagar, D. D., Menezes, P. L., & Linul, E. (2019). Fiber-reinforced polymer composites: Manufacturing, properties, and applications. In *Polymers* (Vol. 11, Issue 10). MDPI AG. <https://doi.org/10.3390/polym11101667>
- [42] Perna, A. S., Viscusi, A., Astarita, A., Boccarusso, L., Carrino, L., Durante, M., & Sansone, R. (2019). Manufacturing of a Metal Matrix Composite Coating on a Polymer Matrix Composite Through Cold Gas Dynamic Spray Technique. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 28(6), 3211–3219. <https://doi.org/10.1007/s11665-019-03914-6>
- [43] Haghi, A. K. (Ed.). (2011). *Electrospinning of nanofibers in textiles*. CRC Press.
- [44] Ramakrishna, & Seeram. (n.d.). *An Introduction to Electrospinning and Nanofibers*.
- [45] Bhardwaj, N., & Kundu, S. C. (2010). Electrospinning: A fascinating fiber fabrication technique. In *Biotechnology Advances* (Vol. 28, Issue 3, pp. 325–347). <https://doi.org/10.1016/j.biotechadv.2010.01.004>
- [46] Patel, M., Saurabh, K., Prasad, V. V. B., & Subrahmanyam, J. (2012). High temperature C/C-SiC composite by liquid silicon infiltration: A literature review. *Bulletin of Materials Science*, 35(1), 67–77. <https://doi.org/10.1007/s12034-011-0247-5>
- [47] Amiri, A., Krosbakken, T., Schoen, W., Theisen, D., & Ulven, C. A. (2018). Design and manufacturing of a hybrid flax/carbon fiber composite bicycle frame. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part P: Journal of Sports Engineering and Technology*, 232(1), 28–38. <https://doi.org/10.1177/1754337117716237>
- [48] Rawal, S. (2001). Metal-matrix composites for space applications. *JOM*, 53(4), 14–17. <https://doi.org/10.1007/s11837-001-0139-z>
- [49] Ramgobin, A., Fontaine, G., & Bourbigot, S. (2020). A case study of polyether ether ketone (I): Investigating the thermal and fire behavior of a high-performance material. *Polymers*, 12(8). <https://doi.org/10.3390/polym12081789>
- [50] Li, B., Wang, X., Mao, B., He, T., & Huang, H. (2020). Improving the Mechanical Properties of Cf/ PEEK Composite by Implanting Functionalized Multi-Wall Carbon Nanopaper. *Applied Composite Materials*, 27(5), 479–490. <https://doi.org/10.1007/s10443-020-09814-6>
- [51] Li, S., Li, W., Nie, J., Liu, D., & Sui, G. (2019). Synergistic effect of graphene nanoplate and carbonized loofah fiber on the electromagnetic shielding effectiveness of PEEK-based composites. *Carbon*, 143, 154–161. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2018.11.015>

- [52] Ahmed, H., van Tooren, M. J. L., Justice, J., Harik, R., Kidane, A., & Reynolds, A. P. (2019). Investigation and development of friction stir welding process for unreinforced polyphenylene sulfide and reinforced polyetheretherketone. In *Journal of Thermoplastic Composite Materials* (Vol. 32, Issue 9, pp. 1242–1267). SAGE Publications Ltd. <https://doi.org/10.1177/0892705718785676>
- [53] Kamiyama, S., Hirano, Y., Okada, T., & Ogasawara, T. (2018). Lightning strike damage behavior of carbon fiber reinforced epoxy, bismaleimide, and polyetheretherketone composites. *Composites Science and Technology*, 161, 107–114. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2018.04.009>
- [54] Graphene modified polyether-ether-ketone composite material. China, CN111154226A.
- [55] Tiwari, S., Sharma, M., Panier, S., Mutel, B., Mitschang, P., & Bijwe, J. (2011). Influence of cold remote nitrogen oxygen plasma treatment on carbon fabric and its composites with specialty polymers. *Journal of Materials Science*, 46(4), 964–974. <https://doi.org/10.1007/s10853-010-4847-z>
- [56] Liu, H., Zhao, Y., Li, N., Li, S., Li, X., Liu, Z., Cheng, S., Wang, K., & Du, S. (2021). Effect of polyetherimide sizing on surface properties of carbon fiber and interfacial strength of carbon fiber/polyetheretherketone composites. *Polymer Composites*, 42(2), 931–943. <https://doi.org/10.1002/pc.25876>
- [57] Hassan, E. A. M., Ge, D., Zhu, S., Yang, L., Zhou, J., & Yu, M. (2019). Enhancing CF/PEEK composites by CF decoration with polyimide and loosely-packed CNT arrays. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 127. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2019.105613>
- [58] Cuiqin, F., Jinxian, W., Julin, W., & Tao, Z. (2015). Modification of carbon fiber surfaces via grafting with Meldrum's acid. *Applied Surface Science*, 356, 9–17. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2015.08.001>
- [59] Hassan, E. A. M., Ge, D., Yang, L., Zhou, J., Liu, M., Yu, M., & Zhu, S. (2018). Highly boosting the interlaminar shear strength of CF/PEEK composites via introduction of PEKK onto activated CF. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 112, 155–160. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2018.05.029>
- [60] Xu, D., Liu, B., Zhang, G., Long, S., Wang, X., & Yang, J. (2016). Effect of air plasma treatment on interfacial shear strength of carbon fiber-reinforced polyphenylene sulfide. *High Performance Polymers*, 28(4), 411–424. <https://doi.org/10.1177/0954008315585012>
- [61] Rhee, K. Y., Park, S. J., Hui, D., & Qiu, Y. (2012). Effect of oxygen plasma-treated carbon fibers on the tribological behavior of oil-absorbed carbon/epoxy woven composites. *Composites Part B: Engineering*, 43(5), 2395–2399. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2011.11.046>
- [62] Wang, T., Jiao, Y., Mi, Z., Wang, C., Wang, D., Zhao, X., Zhou, H., & Chen, C. (2020). Improving the Interfacial Adhesion of Carbon Fiber/Polyether Ether Ketone Composites by Polyimide Coating. *ChemistrySelect*, 5(19), 5507–5514. <https://doi.org/10.1002/slct.202001232>

- [63] Lin, L., & Schlarb, A. K. (2021). Development and optimization of high-performance PEEK/CF/Nanosilica hybrid composites. *Polymers for Advanced Technologies*, 32(8), 3150–3159. <https://doi.org/10.1002/pat.5327>
- [64] Liu, H., Zhao, Y., Li, N., Zhao, X., Han, X., Li, S., Lu, W., Wang, K., & Du, S. (2019). Enhanced interfacial strength of carbon fiber/PEEK composites using a facile approach via PEI&ZIF-67 synergistic modification. *Journal of Materials Research and Technology*, 8(6), 6289–6300. <https://doi.org/10.1016/J.JMRT.2019.10.022>
- [65] Yang, Y., Lu, C., Su, X., & Wang, X. (2007). Effects of emulsion sizing with nano-SiO₂ on interfacial properties of carbon fibers/epoxy composites. *Journal of Materials Science*, 42(15), 6347–6352. <https://doi.org/10.1007/s10853-006-1198-x>
- [66] Tian, H., Yao, Y., Liu, D., Li, Y., Jv, R., Xiang, G., & Xiang, A. (2019). Enhanced Interfacial Adhesion and Properties of Polypropylene/Carbon Fiber Composites by Fiber Surface Oxidation in Presence of a Compatibilizer. *Polymer Composites*, 40, E654–E662. <https://doi.org/10.1002/pc.24938>
- [67] Martin, A., Addiego, F., G, M., J, B., D, R., & P, D. (2016). Pitch-Based Carbon Fibre-Reinforced PEEK Composites: Optimization of Interphase Properties by Water-Based Treatments and Self-Assembly. *Journal of Material Science & Engineering*, 05(06). <https://doi.org/10.4172/2169-0022.1000308>
- [68] Pan, L., & Yapici, U. (2016). A comparative study on mechanical properties of carbon fiber/PEEK composites. *Advanced Composite Materials*, 25(4), 359–374. <https://doi.org/10.1080/09243046.2014.996961>
- [69] Niu, Y. F., Yang, Y., Li, T. Y., & Yao, J. W. (2018). Effects of UV irradiation and condensation on poly(ether-ether-ketone)/carbon fiber composites from nano- to macro-scale. *High Performance Polymers*, 30(2), 230–238. <https://doi.org/10.1177/0954008316689600>
- [70] Mohammed, A., & Abdullah, A. (2018, November). Scanning electron microscopy (SEM): A review. In *Proceedings of the 2018 international conference on hydraulics and pneumatics—HERVEX, Băile Govora, Romania* (Vol. 2018, pp. 7-9).
- [71] Dodo, K., Fujita, K., & Sodeoka, M. (2022). Raman spectroscopy for chemical biology research. *Journal of the American Chemical Society*, 144(43), 19651–19667. <https://doi.org/10.1021/jacs.2c05359>
- [72] Bumbrah, G. S., & Sharma, R. M. (2016). Raman spectroscopy – Basic principle, instrumentation and selected applications for the characterization of drugs of abuse. In *Egyptian Journal of Forensic Sciences* (Vol. 6, Issue 3, pp. 209–215). Egyptian Forensic Medicine Authority. <https://doi.org/10.1016/j.ejfs.2015.06.001>
- [73] Aydogan Gokturk, P., Ulgut, B., & Suzer, S. (2018). DC Electrowetting of Nonaqueous Liquid Revisited by XPS. *Langmuir*, 34(25), 7301–7308. <https://doi.org/10.1021/acs.langmuir.8b01314>

- [74] Baldan, A. (2012). Adhesion phenomena in bonded joints. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 38, 95–116. <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2012.04.007>
- [75] Kholodovych, V., & Welsh, W. J. (2007). Densities of amorphous and crystalline polymers. In *Physical properties of polymers handbook* (pp. 611-617). New York, NY: Springer New York.
- [76] Tahtouh, M., Despland, P., Shimmon, R., Kalman, J. R., & Reedy, B. J. (2007). The application of infrared chemical imaging to the detection and enhancement of latent fingerprints: Method optimization and further findings. *Journal of Forensic Sciences*, 52(5), 1089–1096. <https://doi.org/10.1111/j.1556-4029.2007.00517.x>
- [77] Milisavljevic-Syed, J., Petrovic, E., Ćirić, I., Mančić, M., Milisavljević, J., Petrović, E., Marković, D., & Đorđević, M. (2012). *th Danubia-Adria Symposium* (Vol. 29). <https://www.researchgate.net/publication/256096156>
- [78] Saba, N., Jawaid, M., & Sultan, M. T. H. (2018). An overview of mechanical and physical testing of composite materials. In *Mechanical and Physical Testing of Biocomposites, Fibre-Reinforced Composites and Hybrid Composites* (pp. 1–12). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-102292-4.00001-1>
- [79] Kumar, S., Sharma, N., Biswas, R., & Singh, K. K. (2023). Effect of temperature on the flexural and ILSS behaviour of symmetric and asymmetric basalt fibre-reinforced polymer composites. *Materials Today: Proceedings*. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2023.03.327>
- [80] Sharma, A. (2022). Carbon-fiber reinforced PEEK polymer Composites as a Futuristic Material for Aircraft Structures.
- [81] Menczel, J. D., & Prime, R. B. (Eds.). (2009). *Thermal analysis of polymers: Fundamentals and applications*. John Wiley & Sons.
- [82] Gaitanelis, D., Worrall, C., & Kazilas, M. (2022). Detecting, characterising and assessing PEEK's and CF-PEEK's thermal degradation in rapid high-temperature processing. *Polymer Degradation and Stability*, 204. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2022.110096>
- [83] Lu, C., Xu, N., Zheng, T., Zhang, X., Lv, H., Lu, X., Xiao, L., & Zhang, D. (2019). The optimization of process parameters and characterization of high-performance CF/PEEK composites prepared by flexible CF/PEEK plain weave fabrics. *Polymers*, 11(1). <https://doi.org/10.3390/polym11010053>
- [84] Toro, S. A., González, C., Fernández-Blázquez, J. P., & Ridruejo, A. (2024). Fabrication and mechanical properties of a high-performance PEEK-PEI hybrid multilayered thermoplastic matrix composite reinforced with carbon fiber. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 185. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2024.108308>
- [85] Liu, H., Zhao, Y., Chen, F., Li, N., Sun, M., Zhang, T., Sun, T., Wang, K., & Du, S. (2021). Effects of polyetherimide sizing involving carbon nanotubes on interfacial performance of carbon fiber/polyetheretherketone composites. *Polymers for Advanced Technologies*, 32(9), 3689–3700. <https://doi.org/10.1002/pat.5389>

- [86] Mykhaylyk, T. A., Evans, S. D., Fernyhough, C. M., Hamley, I. W., & Henderson, J. R. (2003). Surface energy of ethylene-co-1-butene copolymers determined by contact angle methods. *Journal of Colloid and Interface Science*, 260(1), 234–239. [https://doi.org/10.1016/S0021-9797\(02\)00188-1](https://doi.org/10.1016/S0021-9797(02)00188-1)
- [87] Hassan, E. A. M., Yang, L., Elagib, T. H. H., Ge, D., Lv, X., Zhou, J., Yu, M., & Zhu, S. (2019). Synergistic effect of hydrogen bonding and π - π stacking in interface of CF/PEEK composites. *Composites Part B: Engineering*, 171, 70–77. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2019.04.015>
- [88] Qiu, J., Li, J., Yuan, Z., Zeng, H., & Chen, X. (2018). Surface Modification of Carbon Fibres for Interface Improvement in Textile Composites. *Applied Composite Materials*, 25(4), 853–860. <https://doi.org/10.1007/S10443-018-9727-8>
- [89] Kim, G., Lee, H., Kim, M., & Kim, D. U. (2023). Investigating the Effects of Nitric Acid Treatments on the Properties of Recycled Carbon Fiber. *Polymers*, 15(4). <https://doi.org/10.3390/polym15040824>
- [90] Yao, T., Chen, H., Samal, P., Giselbrecht, S., Baker, M. B., & Moroni, L. (2019). Self-assembly of electrospun nanofibers into gradient honeycomb structures. *Materials and Design*, 168. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2019.107614>
- [91] Bakar, N. F. A., Hussain, M. H., Ismail, I., Othman, N., Tan, H. L., Zain, Z. M., Naim, M. N., & Radacsi, N. (2021). Electrospun polyetherimide-graphene oxide nanofiber electrodes for enhanced conductivity. *Journal of Fiber Science and Technology*, 77(4), 136–145. <https://doi.org/10.2115/fiberst.2021-0013>
- [92] Song, W., Cui, W., Wang, X., Lin, Z., Deng, W., & Ma, Y. (2021). PEI-SiO₂ composite membranes with high thermal stability: Synthesis by self-assembled in situ growth and application in lithium-ion batteries. *High Performance Polymers*, 33(4), 429–439. <https://doi.org/10.1177/0954008320964557>
- [93] Lee, E. seok, Lee, C. hyun, Chun, Y. S., Han, C. ji, & Lim, D. S. (2017). Effect of hydrogen plasma-mediated surface modification of carbon fibers on the mechanical properties of carbon-fiber-reinforced polyetherimide composites. *Composites Part B: Engineering*, 116, 451–458. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2016.10.088>
- [94] Hanaoka, T., Ikematsu, H., Takahashi, S., Ito, N., Ijuin, N., Kawada, H., Arao, Y., & Kubouchi, M. (2022). Recovery of carbon fiber from prepreg using nitric acid and evaluation of recycled CFRP. *Composites Part B: Engineering*, 231. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2021.109560>
- [95] Zhang, Y., Zhu, S., Liu, Y., Yang, B., & Wang, X. (2015). The mechanical and tribological properties of nitric acid-treated carbon fiber-reinforced polyoxymethylene composites. *Journal of Applied Polymer Science*, 132(15). <https://doi.org/10.1002/app.41812>
- [96] Maslova, O., Ammar, M.-R., Guimbretière, G., Rouzaud, J. N., Simon, P., Maslova, O. A., Ammar, M. R., Guimbreti Ere, G., & Rouzaud, J.-N. (1998). Determination of crystallite size in polished graphitized carbon by Raman spectroscopy. *Physical Review B: Condensed Matter and Materials Physics*, 86, 134205. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.86.134205>

- [97] Canado, L. G., Takai, K., Enoki, T., Endo, M., Kim, Y. A., Mizusaki, H., Jorio, A., Coelho, L. N., Magalhães-Paniago, R., & Pimenta, M. A. (2006). General equation for the determination of the crystallite size l_a of nanographite by Raman spectroscopy. *Applied Physics Letters*, 88(16). <https://doi.org/10.1063/1.2196057>
- [98] Ehlert, G. J., Lin, Y., & Sodano, H. A. (2011). Carboxyl functionalization of carbon fibers through a grafting reaction that preserves fiber tensile strength. *Carbon*, 49(13), 4246–4255. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2011.05.057>
- [99] Wang, P., Zhang, H., Cao, Y., Pan, A., & Wu, W. (2022). Additively manufactured short carbon fiber reinforced polyetheretherketone by coating polyetherimide at the interface using fused filament fabrication. *Journal of Applied Polymer Science*, 139(26). <https://doi.org/10.1002/app.52438>
- [100] Begum, H. A., Tanni, T. R., & Shahid, M. A. (2021). Analysis of Water Absorption of Different Natural Fibers. *Journal of Textile Science and Technology*, 07(04), 152–160. <https://doi.org/10.4236/jtst.2021.74013>
- [101] Qin, Y., Ge, G., Yun, J., Tian, X., Liu, X., Han, J., & Gao, S. (2022). Enhanced impregnation behavior and interfacial bonding in CF/PEEK prepreg filaments for 3D printing application. *Journal of Materials Research and Technology*, 20, 4608–4623. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.09.005>
- [102] Barczak, M. (2019). Functionalization of mesoporous silica surface with carboxylic groups by Meldrum's acid and its application for sorption of proteins. *Journal of Porous Materials*, 26(1), 291–300. <https://doi.org/10.1007/s10934-018-0655-7>
- [103] Ud Din, I., Shaharun, M. S., Subbarao, D., & Naeem, A. (2016). Surface modification of carbon nanofibers by HNO₃ treatment. *Ceramics International*, 42(1), 966–970. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2015.08.054>
- [104] Zhao, X. wei, Zang, C. guang, Ma, Q. kun, Wen, Y. quan, & Jiao, Q. jie. (2016). Thermal and electrical properties of composites based on (3-mercaptopropyl) trimethoxysilane- and Cu-coated carbon fiber and silicone rubber. *Journal of Materials Science*, 51(8), 4088–4095. <https://doi.org/10.1007/s10853-016-9730-0>
- [105] Gong, J., Zhu, L., Li, J., & Shi, D. (2020). Silica Fume and Nanosilica Effects on Mechanical and Shrinkage Properties of Foam Concrete for Structural Application. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2020. <https://doi.org/10.1155/2020/3963089>
- [106] Chua, Y. T., Lin, C. X. C., Kleitz, F., & Smart, S. (2015). Synthesis of mesoporous carbon-silica nanocomposite water-treatment membranes using a triconstituent co-assembly method. *Journal of Materials Chemistry A*, 3(19), 10480–10491. <https://doi.org/10.1039/c5ta01328c>
- [107] Mao, J., Pan, Y., & Ding, J. (2019). Tensile mechanical characteristics of CF/PEEK biocomposites with different surface modifications. *Micro and Nano Letters*, 14(3), 263–268. <https://doi.org/10.1049/mnl.2018.5374>
- [108] Lu, C., Xu, N., Zheng, T., Zhang, X., Lv, H., Lu, X., Xiao, L., & Zhang, D. (2019). The optimization of process parameters and characterization of high-

- performance CF/PEEK composites prepared by flexible CF/PEEK plain weave fabrics. *Polymers*, 11(1). <https://doi.org/10.3390/polym11010053>
- [109] Dang, J., Sun, J., & Liu, Z. (2024). Interfacial strengthening and processing of carbon fibers reinforced poly(ether-ether-ketone) composites: A mini-review. In *Polymer Composites* (Vol. 45, Issue 8, pp. 6788–6803). John Wiley and Sons Inc. <https://doi.org/10.1002/pc.28289>
- [110] Saçak, M. (2014). *Polimer Teknolojisi* (3rd ed.). Gazi Kitabevi.
- [111] Saeed, H. M., & Jassim, R. K. (2023). Characterization and Assessment of PEEK/Silicon Dioxide Composite. *International Journal of Dentistry*, 2023. <https://doi.org/10.1155/2023/3343071>
- [112] Degheim, K. K., Ameer Saad, N. A., & Hussein, A. A. (2021). Study the effect of Crystallization Factors on the Mechanical Properties of Semi - Crystalline Polymers for Transport Applications. *Journal of Physics: Conference Series*, 1973(1). <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1973/1/012011>
- [113] Sun, Z., Guo, F. L., Wu, X. P., Li, Y. Q., Zeng, W., Chen, Q., Huang, T., Huang, P., Fu, Y. Q., Ma, X. Y., Hu, N., & Fu, S. Y. (2022). Experimental and simulation investigations of the effect of hybrid GO-thermoplastic polyimide sizing on the temperature-dependent tensile behavior of short carbon fiber/polyetherimide composites. *Composites Science and Technology*, 218. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2021.109166>
- [114] Wang, X., Zhao, X., Wu, Z., Zhu, Z., & Wang, Z. (2016). Interlaminar shear behavior of basalt FRP and hybrid FRP laminates. *Journal of Composite Materials*, 50(8), 1073–1084. <https://doi.org/10.1177/0021998315587132>
- [115] Patel, P., Hull, T. R., Lyon, R. E., Stoliarov, S. I., Walters, R. N., Crowley, S., & Safronava, N. (2011). Investigation of the thermal decomposition and flammability of PEEK and its carbon and glass-fibre composites. *Polymer Degradation and Stability*, 96(1), 12–22. <https://doi.org/10.1016/J.POLYMDEGRADSTAB.2010.11.009>
- [116] U, S. A., Remanan, M., & Jayanarayanan, K. (2020). ScienceDirect Comparison of Properties of Carbon Fiber Reinforced Thermoplastic and Thermosetting Composites for Aerospace Applications. In *Materials Today: Proceedings* (Vol. 24).
- [117] Ramani, R., & Alam, S. (2012). Influence of an organophosphonite antioxidant on the thermal behavior of PEEK/PEI blend. *Thermochimica Acta*, 550, 33–41. <https://doi.org/10.1016/j.tca.2012.09.023>
- [118] Hribernik, S., Smole, M. S., Kleinschek, K. S., Bele, M., Jamnik, J., & Gaberscek, M. (2007). Flame retardant activity of SiO₂-coated regenerated cellulose fibres. *Polymer Degradation and Stability*, 92(11), 1957–1965. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2007.08.010>
- [119] Liang, C., Xiao, J., Wang, Y., Wang, C., & Mei, S. (2021). Relationship between internal viscous damping and stiffness of concrete material and structure. *Structural Concrete*, 22(3), 1410–1428. <https://doi.org/10.1002/suco.202000628>

- [120] Rahman, M. Z., & Xu, H. (2023). Damping under Varying Frequencies, Mechanical Properties, and Failure Modes of Flax/Polypropylene Composites. *Polymers*, 15(4). <https://doi.org/10.3390/polym15041042>
- [121] Arif, M. F., Alhashmi, H., Varadarajan, K. M., Koo, J. H., Hart, A. J., & Kumar, S. (2020). Multifunctional performance of carbon nanotubes and graphene nanoplatelets reinforced PEEK composites enabled via FFF additive manufacturing. *Composites Part B: Engineering*, 184. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2019.107625>
- [122] McLaughlin, J. W., Tobin, E., & O'Higgins, R. M. (2021). An investigation of Polyether Imide (PEI) toughening of carbon fibre-reinforced Polyether Ether Ketone (PEEK) laminates. *Materials and Design*, 212. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2021.110189>
- [123] Jiang, H., Yuan, H., Yu, Q., & Xie, J. (2024). The Effect of SiO₂ Particle Size on Crystallization Behavior and Space Charge Properties for SiO₂/MMT/LDPE Composites. *Materials*, 17(7). <https://doi.org/10.3390/ma17071605>
- http-1:** <https://www.aero-mag.com/peek-at-40/> (Eriřim tarihi: 12.02.2025)
- http-2:** <https://industrial.vestakeep.com/en/markets/aviation-aerospace-industry/attachment/140844?rev=98751c13882e0292fd9d16819628a885> (Eriřim tarihi: 12.02.2025)
- http-3:** <https://www.marketsandmarkets.com/Market-Reports/polyether-ether-ketone-market-928.html> (Eriřim tarihi: 12.02.2025)
- http-4:** <https://www.grandviewresearch.com/industry-analysis/peek-implants-market-report> (Eriřim tarihi: 12.02.2025)
- http-5:** <https://www.mordorintelligence.com/industry-reports/polyether-ether-ketone-peek-market> (Eriřim tarihi: 12.02.2025)
- http-6:** https://ntrs.nasa.gov/api/citations/20210020296/downloads/081021_Exit%20Presentation-Michael%20Soroka-v2.pptx.pdf (Eriřim tarihi: 12.02.2025)
- http-7:** <https://www.victrex.com/en/industries/aerospace> (Eriřim tarihi: 12.02.2025)

EKLER

EK-1. YÜZEY ENERJİSİ ÖLÇÜMÜ

Owens ve Wendt metoduyla katıların yüzey enerjisini ölçmek için denklem E.1.1 kullanılmıştır. Bu denklem $Y=mX+c$ formuna getirilmiştir:

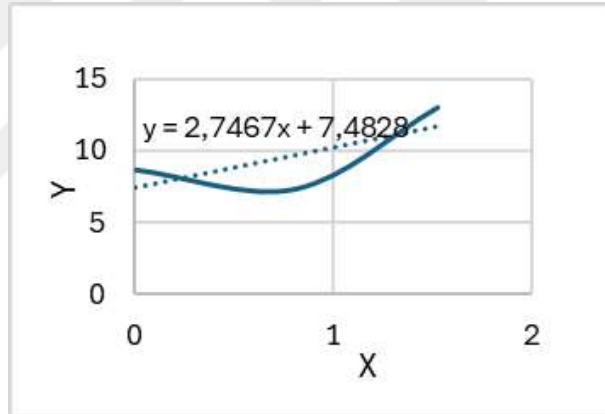
$$\frac{\gamma_l(1 + \cos\theta)}{2(\sqrt{\gamma_l^d})} = \sqrt{\gamma_l^d} + c \quad (E.1.1)$$

Burada m: doğrunun eğimi, c: doğrunun Y eksenini kesiği noktadır ve polar bileşeni gösterir.

CF numunesi için Tablo E.1.1’de ölçülen değerler kullanılmıştır.

Tablo E.1.1. CF numunesi için örnek temas açısı değerleri

	SU (θ)	Cos θ	ETİLEN GLİKOL(θ)	Cos θ	BROMONAFTALİN (θ)	Cos θ
CF	48,44	0,663404	50,61	0,634596	20,8	0,934826



Şekil E.1.1. Yüzey enerjisi grafiği

Burada m= 2,75, c=7,48 olarak bulunmuştur.

Yapışma kuvveti (W_a), Young-Dupré denklemi (E.1.2) kullanılarak hesaplanmıştır.

$$W_a = \gamma_l(1 + \cos\theta) \quad (E.1.2)$$

EK-2. ÇEKME TESTİ

Tablo E.2.1. Kompozitlerin çekme testi sonuçları

Numune		Çekme Dayanımı (MPa)	Young Modülü (MPa)	Kopmada Uzama (%)
PEEK	1	83	3550	25,0
	2	86	3870	28,0
	3	89	4190	31,0
	4	86	3878	28,0
	ort	86	3872	28,0
	std	3	298	3,0
PEEK-CF	1	370	9755	1,8
	2	388	9915	1,9
	3	405	10045	2,0
	4	389	9925	1,9
	ort	388	9910	1,9
	std	15	137	0,1
PEEK-CF-PEI	1	397	10320	1,8
	2	383	9990	1,9
	3	410	10800	2,0
	4	398	10454	1,9
	ort	397	10391	1,9
	std	12	402	0,1
PEEK-CF-PEI-1SiO ₂	1	403	10590	1,8
	2	420	11700	1,9
	3	437	12600	2,0
	4	420	11602	1,9
	ort	420	11623	1,9
	std	15	910	0,1
PEEK-CF-PEI-2SiO ₂	1	409	10511	1,9
	2	393	10071	1,9
	3	417	10731	1,9
	4	385	9851	1,8
	ort	401	10291	1,9
	std	16	440	0,1

EK-3. ILSS TESTİ

Tablo E.3.1. *Kompozitlerin ILSS testi sonuçları*

Numune		Tabakalar Arası Kayma Dayanımı (MPa)
PEEK	1	113,8
	2	86,1
	3	109,7
	4	78,7
	ort	97,1
	std	17,3
PEEK-CF	1	23,4
	2	25,9
	3	24,5
	4	23,9
	ort	25,6
	std	9,9
PEEK-CF-PEI	1	22,8
	2	23,5
	3	24,4
	4	24,5
	ort	23,8
	std	0,8
PEEK-CF-PEI-1SiO ₂	1	24,1
	2	23,1
	3	21,5
	4	22,8
	ort	22,8
	std	1,1
PEEK-CF-PEI-2SiO ₂	1	26,9
	2	26,7
	3	27,5
	4	28,9
	ort	27,5
	std	0,9

EK-4. 3 NOKTA EĞME TESTİ

Tablo E.4.1. Kompozitlerin eğme testi sonuçları

Numune		Eğme Dayanımı (MPa)	Eğme Gerinimi (%)
PEEK	1	127	8,9
	2	157	7,5
	3	172	7,4
	4	153	6,6
	ort	152	7,6
	std	19	0,9
PEEK-CF	1	222	4,1
	2	250	3,0
	3	219	3,6
	4	221	2,9
	5	218	3,5
	ort	226	3,5
	std	13	0,4
PEEK-CF-PEI	1	208	4,3
	2	142	3,6
	3	193	3,1
	4	180	4,4
	5	210	2,9
	ort	194	3,7
	std	15	0,7
PEEK-CF-PEI-1SiO ₂	1	137	3,8
	2	150	3,8
	3	159	4,1
	4	137	4,1
	5	171	2,9
	ort	151	3,7
	std	14	0,5
PEEK-CF-PEI-2SiO ₂	1	184	4,3
	2	175	4,7
	3	130	3,8
	4	161	5,3
	5	177	3,9
	ort	165	4,4
	std	21	0,6

ÖZGEÇMİŞ

ORCID NO: 0000-0002-7193-7912

Ad Soyad : Özge KURT PELEN

Yabancı Dil : İngilizce

Eğitim ve Mesleki Geçmişi:

- 2018, Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı
- 2016, Anadolu Üniversitesi, İşletme Fakültesi, İşletme
- 2014, Gazi Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Kimya Mühendisliği

Yayınları ve/veya Bilimsel/Sanatsal Faaliyetleri:

- Kurt Pelen, Ö., Sezen, A., Çınar, H., & Çelebi, H. (2024). Effect of Carbon Fiber Fabric Modification on the Tensile Mechanical Characteristics of Polyether Ether Ketone/Carbon Fiber Fabric Composites. Journal of Macromolecular Science, Part B, 1-13.
- Karabulut, D., Subaşı, Ç., Çelebi, H., Üreyen, M. E., Seyhan, A. T., Özmen, F. K., Kurt Pelen Ö. & Ersöz, S. (2025). Synthesis of unsaturated polyester resin with phosphate based flame retardants and investigating their thermal, mechanical, and flame-retardant properties. Journal of Applied Polymer Science, 142(5), e56442.
- Kurt, Ö., Ay, N., Çelebi, H., Goncu, Y., Üreyen, M. E., & Tek, M. G. (2021). Investigation of the Effect of Boron Nitride and Colemanite on the Properties of Polyvinyl Chloride. Konya Journal of Engineering Sciences, 9, 224-232.
- Kurt, O., & Celebi, H. (2021). Chitosan/graphene oxide/nanocellulose composites for removal of Cu (II) and Pb (II) Ions in aqueous solution. Polymer Science, Series A, 63(5), 556-567.