



T.C.  
NECMETTİN ERBAKAN ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ



**ELEKTRO EĞİRME YÖNTEMİYLE  
ÜRETİLMİŞ ÇOK CİDARLI KARBON  
NANOTÜP KATKILI POLİVİNİL ALKOL  
NANOELYAF TAKVİYELİ NANOKOMPOZİT  
LEVHALARIN ÜRETİMİ VE MEKANİK  
ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

**Fatih YILDIRIM**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**Makine Mühendisliği Anabilim Dalı**

**Haziran - 2019  
KONYA  
Her Hakkı Saklıdır**

## TEZ KABUL VE ONAYI

Fatih YILDIRIM tarafından hazırlanan “ Elektro Eđirme Yöntemiyle Üretilmiş Çok Cidarlı Karbon Nanotüp (ÇCKNT) Katkılı Polivinil Alkol (PVA) Nanoelyaf Takviyeli Nanokompozit Levhaların Üretimi ve Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi ” adlı tez çalışması 25/06/2019 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oy birliği ile Necmettin Erbakan Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Mühendisliği Anabilim Dalı’nda YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak kabul edilmiştir.

### Jüri Üyeleri

#### Başkan

Prof. Dr. Hayrettin DÜZCÜKOĞLU

#### Danışman

Dr. Öğr. Üyesi Mürsel EKREM

#### Üye

Doç. Dr. Necati ATABERK

### İmza

.....

.....

.....

Yukarıdaki sonucu onaylarım.

Prof. Dr. Süleyman Savaş DURDURAN  
Fen Bilimleri Enstitü Müdürü

## **TEZ BİLDİRİMİ**

Bu tezdeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edildiğini ve tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atıf yapıldığını bildiririm.

## **DECLARATION PAGE**

I hereby declare that all information in this document has been obtained and presented in accordance with academic rules and ethical conduct. I also declare that, as required by these rules and conduct, I have fully cited and referenced all material and results that are not original to this work.

Fatih YILDIRIM

25.06.2019

## ÖZET

### YÜKSEK LİSANS TEZİ

# ELEKTRO-EĞİRME YÖNTEMİYLE ÜRETİLMİŞ ÇOK CİDARLI KARBON NANOTÜP (ÇCKNT) KATKILI POLİVİNİL ALKOL (PVA) NANOELYAF TAKVİYELİ NANOKOMPOZİT LEVHALARIN ÜRETİMİ VE MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

**Fatih YILDIRIM**

**Necmettin Erbakan Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü  
Makine Mühendisliği Anabilim Dalı**

**Danışman: Dr. Öğr. Üyesi Mürsel EKREM**

**2019, 106 Sayfa**

**Jüri**

**Prof. Dr. Hayrettin DÜZCÜKOĞLU**

**Doç. Dr. Necati ATABERK**

**Dr. Öğr. Üyesi Mürsel EKREM**

Bu tez çalışmasında, elektro eğirme yöntemiyle üretilmiş olan Polivinil Alkol (PVA) nanoelyaf ve ağırlıkça % 1, % 3 ve % 5 oranlarında Çok Cidarlı Karbon Nanotüp (ÇCKNT) ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf takviyeli epoksi nanokompozit malzemelerin üretimi ve mekanik özellikleri araştırılmıştır. İlk olarak elektro eğirme yöntemiyle PVA nanoelyaf ve ağırlıkça % 1, % 3 ve % 5 oranlarında ÇCKNT takviyeli PVA nanoelyaflar üretilmiştir. 0,13 mikrometre kalınlığında üretilen bu nanoelyaflar, 8x125 mm boyutlarında kesilip, kalıp içerisinde üst üste 5/10/15 tabakalı olacak şekilde yerleştirilerek ASTM D882-02 standartları doğrultusunda epoksi matrisli nanokompozit levhalar üretilmiştir. Ayrıca aynı kalıp ile referans numunesi olarak nanoelyaf içermeyen epoksi matrisli kompozit levhalar da üretilmiştir. Üretimi yapılan bu nanokompozit malzemelerin tek eksenli, sabit çene hızı altında çekme dayanımı, elastisite modülü, tokluk ve poisson oranları gibi değişkenler incelenmiş ve referans numunelerin davranışlarıyla kıyaslanmıştır. Ayrıca üretilen nanokompozit malzemelerin termal karakterizasyonları Termogravimetrik Analiz (TGA) ve Diferansiyel Termal Analiz (DTA) ile yapılmıştır. Çekme testi sonucu kopma yüzeylerinin morfolojilerinin belirlenmesi için ise Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) kullanılmıştır. PVA nanoelyaf ve ağırlıkça % 1, % 3 ve % 5 oranlarında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların yüzey morfolojileri ve ÇCKNT'lerin nanoelyaf içerisindeki dağılımları SEM ve Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM) ile incelenmiştir.

5/10/15 tabakalı PVA nanoelyaf ve ağırlıkça % 1, % 3 ve % 5 oranlarında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf takviyeli nanokompozit levhaların çekme dayanımları, toklukları ve birim şekil değişimleri, nanoelyaf takviye edilmemiş epoksi matrisli kompozit numunelerine göre artmıştır. 15 tabakalı ve ağırlıkça % 1 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaflar ile takviye edilen kompozit levhaların çekme dayanımları, epoksi matrisli kompozit numuneleri ile karşılaştırıldığı zaman çekme dayanımındaki artış % 35 olarak belirlenmiştir. Nanoelyaf tabakasının artması ile malzemenin çekme dayanımı artarken, ÇCKNT oranı arttıkça yapısal bir kusur olarak davranan ÇCKNT'in topaklanmasına ve iyi ıslanamamasına bağlı olarak nano boşluk oluşmasından dolayı çekme dayanımı azalmıştır. Nanoelyafların varlığından dolayı meydana gelen temel hasar mekanizmaları, çatlak tutulması, çatlak yön değiştirmesi, elyaf köprüleme, elyaf sıyrılması ve elyaf kırılmasıdır.

**Anahtar Kelimeler:** çekme dayanımı, elektro eğirme, karbon nanotüp, nanoelyaflar, nanokompozit, polivinil alkol (PVA)

## ABSTRACT

### MS THESIS

# PRODUCTION AND MECHANICAL PROPERTIES OF MULTI-WALLED CARBON NANOTUBES (MWCNTS) ADDED POLYVINYL ALCOHOL (PVA) NANOFIBER REINFORCED NANOCOMPOSITE PLATES PRODUCED BY ELECTROSPINNING METHOD

**Fatih YILDIRIM**

THE GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCE OF  
NECMETTİN ERBAKAN UNIVERSITY  
THE DEGREE OF MASTER OF SCIENCE OF PHILOSOPHY  
IN MECHANICAL ENGINEERING

**Advisor: Dr. Öğr. Üyesi Mürsel EKREM**

**2019, 106 Pages**

**Jury**

**Prof. Dr. Hayrettin DÜZCÜKOĞLU**

**Doç. Dr. Necati ATABERK**

**Dr. Öğr. Üyesi Mürsel EKREM**

In this thesis, the mechanical properties of polyvinyl alcohol (PVA) nanofibers and 1%, 3% and 5% by weight multi-walled carbon nanotube (MWCNT) reinforced PVA nanofibers reinforced nanocomposite materials which were produced by electro spinning method were investigated. Firstly, PVA nanofibers and 1%, 3% and 5% MWCNT reinforced PVA nanofibers were produced by electro spinning method. These nanofibers produced in 0.13 micrometer thickness were cut in dimensions of 8x125 mm and placed on top of each other in a mold to be layered 5/10/15. Thus, nanocomposite plates were produced according to ASTM D882-02 standards. In addition, a pure epoxy nanocomposite plates with no nanoelyaf as a reference sample was produced using the same mold. Variables such as tensile strength of these produced nanocomposite materials under constant load, modulus of elasticity, toughness and poisson ratios were examined and compared with the behavior of the reference samples. In addition, thermal characterizations of the nanocomposite materials were examined and determined by Thermogravimetric Analysis (TGA) and Differential Thermal Analysis (DTA). Scanning Electron Microscope (SEM) was used to determine the morphology of fracture surfaces as a result of tensile test. Surface morphologies of polyvinyl alcohol (PVA) nanofibers and 1%, 3% and 5% by weight multi-walled carbon nanotube (MWCNT) reinforced PVA nanofibers and this MWCNT's distribution in nanofibers were investigated by SEM and Transmission Electron Microscopy (TEM).

The tensile strengths, toughness and unit deformations of 5/10/15 layered polyvinyl alcohol (PVA) nanofibers and 1%, 3% and 5% by weight MWCNT reinforced PVA nanofibers were increased compared to nanofibers non-reinforced epoxy test specimens. The tensile strengths of 15 layers and 1% by weight of MWCNT reinforced PVA nanofibers an increase of 35% was determined for when compared with the epoxy sample. While the tensile strength of the material increased with the increase of the nanoelyaf layers in the same ÇCKNT ratio, the tensile strength decreased due to the ÇCKNT aggregation acting as a structural defect as the ÇCKNT ratio increased. The main mechanisms that occur due to the presence of nanoelifers are crack retention, crack deflection, fiber bridging, fiber stripping and fiber breakage.

**Keywords:** tensile strength, electro spinning, carbon nanotube, nano fibers, nano composite, polyvinyl alcohol (PVA)

## ÖNSÖZ

Yüksek Lisans tez çalışmamın yapılmasında ve tamamlanmasında her türlü desteği ve yardımı esirgemeyen, rehberliğinden ve sabrından dolayı tez danışmanım Dr. Öğr. Üyesi Mürsel EKREM' e minnet ve şükranlarımı sunar, öğrencisi olmaktan dolayı duyduğum mutluluğu ifade etmek isterim.

Tez çalışmam boyunca değerli öngörülerini, tecrübelerini ve bilgilerini her zaman aktaran Doç. Dr. Necati Ataberk' e teşekkür ederim.

Eğitim hayatıma başladığım günden beri her zaman maddi ve manevi anlamda desteklerini esirgemeyen kıymetli babama, değerli annem ve diğer aile üyelerime teşekkürlerimi ve şükranlarımı sunarım.

Son olarak, her zaman yanımda olan, hayatıma anlam katan ve beni her zaman önemseyen, hayat arkadaşım, kıymetli eşim Hatice Yıldırım'a bana olan sabrından ve desteğinden dolayı en içten duygularıyla teşekkür ederim.

Fatih YILDIRIM  
KONYA-2019

# İÇİNDEKİLER

<b>ÖZET .....</b>	<b>iv</b>
<b>ABSTRACT.....</b>	<b>v</b>
<b>ÖNSÖZ.....</b>	<b>vi</b>
<b>İÇİNDEKİLER .....</b>	<b>vii</b>
<b>SİMGELER VE KISALTMALAR.....</b>	<b>ix</b>
<b>1. GİRİŞ.....</b>	<b>1</b>
<b>2. KURUMSAL TEMELLER.....</b>	<b>5</b>
2.1. Nanoteknoloji ve Nanoelyaf.....	5
2.2. Nanokompozitler .....	7
2.3. Karbon Nanotüpler .....	9
2.3.1. Polimer/karbon nanotüp (KNT) nanokompozitler.....	10
2.3.2. Karbon nanotüplerin (KNT) sentezlenmesi .....	12
2.3.3. Karbon nanotüplerin (KNT) polimer içerisinde dağıtılması .....	14
2.4. Polimer Nanokompozit Malzemeler.....	18
2.4.1. Polimerik nanokompozit malzemelerin özellikleri.....	19
2.4.2. Termoplastik polimerler .....	20
2.4.3. Termoset polimerler .....	21
2.4.4. Elastomerler.....	22
2.5. Nanoelyaf Üretim Teknikleri .....	23
2.6. Litaratürdeki Benzer Çalışmalar.....	24
<b>3. ELEKTRO EĞİRME YÖNTEMİ VE NANOELYAF ÜRETİMİ .....</b>	<b>29</b>
3.1. Giriş .....	29
3.2. Elektro Eğirme Üretim Yöntemi .....	30
3.3. Elektro Eğirme Üretim İşlemleri .....	32
3.3.1. Damlacık eldesi.....	33
3.3.2. Taylor konisi eldesi.....	33
3.3.3. Jet eldesi .....	34
3.3.4. Kararlı bölgede jetin uzaması .....	34
3.3.5. Kararsız bölgenin eldesi.....	34
3.3.6. Elyaf biçiminde katılma .....	36
3.4. Elektro Eğirme Tekniğine Etki Eden Parametreler .....	36
3.4.1. Çözelti özellikleri.....	37
3.4.2. İşlem parametreleri .....	40
3.4.3. Çevre etkenleri.....	43
3.5. Elektro Eğirme Yöntemi İle Üretilen Nanoelyafların Özellikleri .....	44
<b>4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....</b>	<b>45</b>
4.1. Bu Çalışmada Kullanılan Malzemelerin Özellikleri .....	46

4.1.1. Yapıştırıcı .....	46
4.1.2. Çok cidarlı karbon nanotüpler .....	46
4.1.3. Polivinilalkol (PVA) .....	47
4.2. Bu Çalışmada Yararlanılan Cihazlar .....	48
4.2.1. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) .....	48
4.2.2. Eşzamanlı termogravimetrik analiz (TGA ) ve diferansiyel termal analiz (DTA).....	50
4.2.3. Geçirimli elektron mikroskobu (TEM) .....	51
4.2.3. Çekme deney test cihazı.....	52
4.3. Mekanik Özelliklerin Belirlenmesi İçin Yapılan Testler .....	52
4.3.1. Çekme deneyi .....	52
4.4. Elektro Eğirme Yöntemiyle PVA Nanoelyaf Üretimi .....	53
4.5. Elektro Eğirme Yöntemiyle ÇCKNT Takviyeli PVA Nanoelyaf Üretimi .....	55
4.6. Deney Numunelerin Hazırlanması .....	57
4.7. PVA Nanokompozitlerde Elyaf/Matris Hacim Oranı.....	62
<b>5. ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA .....</b>	<b>66</b>
5.1. Nanoelyafların SEM Görüntüleri .....	67
5.2. Nanoelyafların TEM Görüntüleri .....	70
5.3. Nanoelyafların TGA/DTA Analizleri .....	71
5.4. Nanokompozit Levhaların TGA/DTA Analizleri .....	74
5.5. Nanokompozit Levhaların Çekme Deneyi Sonuçları .....	76
5.6. Nanokompozit Levhaların Kırılma Yüzeylerinin SEM Görüntüleri .....	93
<b>6. SONUÇLAR VE ÖNERİLER .....</b>	<b>97</b>
6.1 Sonuçlar .....	97
6.2 Öneriler .....	101
<b>KAYNAKLAR .....</b>	<b>102</b>
<b>ÖZGEÇMİŞ.....</b>	<b>106</b>

## SİMGELER VE KISALTMALAR

### Simgeler

°	: Derece
°C	: Santrigrat Derece
K	: Kelvin
µm	: Mikrometre
mm	: Milimetre
nm	: Nanometre
g	: Gram
mg	: Miligram
π	: Pi Sayısı
ρ	: Yoğunluk
σ	: Gerilme (MPa)
Pa	: Pascal (N/m <sup>2</sup> )
ε	: Birim Şekil Değiştirme
MPa	: Megapascal
GPa	: Gigapascal
TPa	: Terapascal
P	: Kuvvet

### Kısaltmalar

KNT	: Karbon nanotüp
ÇCKNT	: Çok cidarlı karbon nanotüp
TCKNT	: Tek cidarlı karbon nanotüp
PVA	: Polivinil alkol
PSA	: Polisülfonamid
PEO	: Polietilen oksit
SDS	: Sodyum dodesil sülfat
TEM	: Geçirimli elektron mikroskobu
SEM	: Taramalı elektron mikroskobu
TGA	: Termogravimetrik analiz
DTA	: Diferansiyel termal analiz
DSC	: Diferansiyel taramalı kalorimetre
T <sub>g</sub>	: Camsı Geçiş Sıcaklığı
T <sub>m</sub>	: Erime Sıcaklığı
T <sub>c</sub>	: Kritalleşme Sıcaklığı
AC	: Alternatif akım
DC	: Doğru akım
E	: Epoksi
VARTM	: Vakum kalıplama yöntemi
GNT	: Grafen nano tabaka

## 1. GİRİŞ

Genel anlamda mühendislik uygulamalarında kullanılan malzemeler, metallere, polimerler, seramikler ve kompozitler olarak dört ana kategoriye ayrılır (Staab). Son yıllarda kompozit malzemeler spesifik mekanik özelliklerinden ve nihai olarak malzemedeki beklenen özelliklerini karşılamalarından dolayı mühendislik uygulamalarında diğer konvansiyonel malzemelerin yerini almıştır.

Makro boyutta mekanik özellikleri ve yapıları birbirinden ayrı, birden fazla malzemenin bir araya gelmesiyle oluşan malzemelere kompozit malzemeler denilmektedir. Ayrıca, bileşenlerin bir ara yüzey boyunca bir araya gelmesiyle oluşan kompozit malzemelerde, bileşenler genel anlamda özelliklerini korumaktadırlar. İki veya daha fazla malzemenin bir araya gelmesi sonucu oluşan kompozit malzemelerin üretilmesindeki temel sebep, yalnız kullanılması durumunda kendisinden istenen özellikleri veremeyen malzemelere yeni özellikler katarak, kullanım alanlarına uygun ve istenilen özellikleri karşılayabilecek malzemeler üretmektir.

Kompozit malzemeler çok eski tarihlerden bugünüme kadar bilinmekte olup insanoğlu tarafından, binlerce yıl önce, barınakların yapılması esnasında çamur içerisinde saman takviyeli kerpiç bloklar şeklinde kullanılmıştır. Günümüze kadar kompozit malzeme bilimi, insanoğlunun ihtiyaçlarının karşılanma isteğine ve teknolojinin ilerlemesine bağlı olarak hızla gelişmekte ve ilerlemektedir. Yapılan çalışmalar ve araştırmalar neticesinde belli bir konuma gelen ileri kompozit malzemeler, uygulamalarda yaygın olarak kullanılmakta olan malzemelerin kendisinden beklenen ihtiyaçları karşılayamadığı veya özelliklerinin geliştirilmesinin gerekli olduğu durumlarda spesifik bir malzeme olarak kullanılmaktadır.

Kompozit malzemelerin oluşum seçenekleri sonsuz denebilecek kadar geniş bir alan olup sınıflandırılması çok farklı şekillerde yapılabilmektedir. Fakat genel anlamda yapılan sınıflandırma şekli, kompozit malzemenin yapısında bulunan matris malzemeye göre sınıflandırma ve takviye edilen malzemeye göre sınıflandırma olmak üzere iki kısma ayrılmaktadırlar (Staab). Kompozit malzemenin yapısında bulunan matris malzemeye göre sınıflandırılması metal esaslı, seramik esaslı ve polimer esaslı matrisler olmak üzere üç kısımda incelenmektedir. Takviye edilen malzemeye göre sınıflandırma ise elyaf takviyeli, parçacık takviyeli, tabakalı kompozitler ve karma kompozitler olmak üzere dört bölüme ayrılmaktadır. İlerleyen bölümlerde kompozit malzemelerin sınıflandırılmasıyla ilgili detaylı açıklamalar bulunmaktadır.

Kompozit malzemeler yapısında bulunan matris malzemeye göre metal esaslı, seramik esaslı ve polimer esaslı matrisler olmak üzere üç kısımda sınıflandırılmasına rağmen, kompozit malzemeleri üretmek için en çok tercih edilen ve kullanılan matris polimer esaslı matrislerdir (Bağcı, 2006). Bunun başlıca nedeni polimerlerin işlenebilme kolaylıkları, mekanik özellikleri, sünek davranışları ve düşük yoğunlukta bulunmalarındır.

Polimer matrisli kompozit malzemelerde genellikle elyaf ve tanecikler takviye elemanı olarak kullanılmaktadır. Takviye elemanı olarak elyaf kullanılan polimer matrisli kompozit malzemelerde, polimer matrisler sürekli elyaf, kırılmış elyaf (keçe) ve dokuma elyaf (keklar) vs. gibi çeşitli şekillere sahip elyaf ile takviye edilebilmektedir. Lakin son yıllarda polimer matrisli kompozit malzemelerde takviye elemanı olarak nano boyutlara sahip tanecikler kullanılmaya başlanmış ve ortaya çıkan kompozit malzemelere polimerik nanokompozitler ismi verilmiştir. Nanokompozit malzemeler dolgu ve matris olarak adlandırılan iki kısımdan oluşmaktadır. Polimer esaslı nanokompozit malzemeler içerdikleri polimer matrisi ve dolgu malzemelerinin özelliklerine göre farklı özellikler göstermektedir.

Polimer matrisli nanokompozit malzemeler imal etmek için farklı imal teknikleri üzerinde ciddi araştırmalar yapılmaktadır. Bu üretim teknikleri, hedeflenen ve istenen kompozit malzeme özelliklerine ve üretim verimliliğine uygun olarak tercih edilir.

Yüksek alan/hacim oranlarından dolayı nanokompozitlerde, matris malzemeleri ile takviye malzemelerinin birbirine temas ettikleri noktadaki ara yüzey alanları geleneksel mikro ve makro kompozitlerden çok daha fazla olduğundan, yüksek elastiklik modülü, yüksek mukavemet ve ısıl kararlılık gibi daha iyi özelliklere sahiptirler. Bunların yanı sıra, yüksek iletkenliği bulunan takviye elemanı kullanılarak bu malzemelerin çok iyi elektriksel özelliklere sahip olması da sağlanabilmektedir. Günümüzde polimer nanokompozitler üzerine yapılan araştırmalar, daha üstün özellikleri barındıran yeni malzemeler hazırlamak ve daha kısa sürede, yüksek verimli nanokompozitler elde etmek üzere iki temele ayrılabilir. Yapılan çalışmalar sonucunda, polimerik nanokompozitlerin, talep edilen ve elde edilebilen üstün mekanik, ısıl ve elektrik özellikleri nedeni ile birçok alanda uygulama imkânı bulunduğu gözlenmiştir.

Polimerik kompozitler öncelikli olarak elektronik cihazlar, otomotiv sanayi, savunma sanayi ve tıp alanlarında kullanılmaktadır. Örneğin, elektronik elemanlarda kullanılan polimerlerin yüksek ısıl iletkenliğe sahip olmaları istenmektedir, bu yüzden ısıl iletken olan polimerler üzerine çalışmalar yapılmaktadır (Tavman ve Turgut, 2006).

Yapılmış arařtırmalar sonucunda, polimerik nanokompozitler gnmzde otomobillerde kullanılmaya bařlanmıřtır (Yılmazbayhan, 2006). Polimerler yalıtkan zellik gstermesine karřı, son zamanlarda polimer matris ierisine iletken tanecikler katılmasıyla elde edilen bazı iletken polimerik nanokompozitler geliřtirilmiřtir.

İleri kompozit malzemelerin ara yzeyini iyileřtirmek ve kırılma tokluęunu artırmak iin kullanılan dięer bir yaklařım ise kompozitlerin ara yzeyine elektro eęirme metoduyla retilen nanoelyafların kullanımıdır (Yeo ve Friend, 2006). Elektro eęirme yntemi, elyaf apları mikrometreden nanometreye kadar deęiřen nanofibril aęların retilmesine olanak saęlamaktadır (Jeong ve ark., 2006). Bununla birlikte elektro eęirme metoduyla elde edilen nanoelyafların yksek yzey alanına sahip olması, ileri kompozit malzemelerde uygulanabilirlięin nemli bir derecede artmasına neden olmaktadır. Blm 3'te elektro eęirme yntemiyle elyaf retimi anlatılmaktadır.

1971 yılında Baumgarten ve ekibi ilk kez bir mikron altındaki elyafların retimini gerekleřtirmiř ve bu yıllardan itibaren arařtırmacılar nanoelyafların morfolojisi ile ilgili alıřmalar yapmaya bařlamıřtır (Stanger, 2005). Gnmzde ise birok yntem kullanılarak eřitli seramik ve polimer malzemelerden nanoelyaf retimi gerekleřtirilebilmektedir (Stanger, 2005).

Elektro eęirme metodunun en nemli katkılarında biri de karbon nanotp gibi partiklleri nanoelyafların ierisine veya yzeyine entegre ederek farklı konfigrasyonlarda nanokompozit yapıların oluřmasına olanak saęlamaktadır. Bu Őekilde elde edilen nanokompozitler, karbon nanotplerin zelliklerinden dolayı nemli bir enerji absorpsiyon potansiyeline sahiptirler (Sun ve ark., 2009; Hamer ve ark., 2011).

Bu tez alıřmasında; elektro eęirme yntemiyle retilen Polivinil Alkol (PVA) nanoelyafların ve aęırlıka % 1, % 3 ve % 5 oranlarında ok Cidarlı Karbon Nanotp (CKNT) ile glendirilmiř PVA nanoelyafların, bir kalıp yardımıyla epoksi reine ierisinde st ste 5/10/15 tabakalı olacak Őekilde yerleřtirilmesi sonucu retilen epoksi nanokompozit levhaların mekanik zellikleri belirlenmiř ve referans numunesi olan saf epoksi ile kıyaslanmıřtır. retilen bu nanokompozit malzemeler iin ekme deneyleri gerekleřtirilmiř olup tek eksenli sabit ekme hızı altında ekme dayanımı, elastisite modl, tokluk ve Poisson oranları gibi deęiřkenler incelenmiř ve referans numunelerin davranıřlarıyla kıyaslanmıřtır. Karbon nanotplerin (KNT) elyaf morfolojisine ve nanoelyaflar ile beraber nanokompozitler de kullanıldıęında birim Őekil deęiřtirme, elastisite modl, Poisson oranı ve tokluk gibi deęiřkenlere etkileri de incelenmiřtir.

Ayrıca nanoelyafların nanokompozit içerisindeki yapısı ve dağılımının kompozit yapı içerisindeki davranışları incelenmiştir.

PVA nanoelyaf ve ağırlıkça % 1, % 3 ve % 5 oranlarında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların, yüzey morfolojileri ve ÇCKNT'lerin nanoelyaf içerisindeki dağılımları, Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) ve Geçirimli Elektron Mikroskopu (TEM) aracılığıyla incelenmiştir. PVA nanoelyaflar ve ağırlıkça % 1, % 3 ve % 5 oranlarında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaflar kullanılarak üretilen nanokompozit levhaların termal karakterizasyonları ve özellikleri, Termogravimetrik Analiz (TGA) ve Diferansiyel Termal Analiz (DTA) ile incelenmiş ve yorumlanmıştır. Ayrıca bu nanokompozit levhaların tek eksenli sabit çene hızı altında yapılan çekme deneyleri sonucunda oluşan kırık yüzeylerinin morfolojisi de taramalı elektron mikroskopu (SEM) ile incelenmiştir.

Makro olarak üretilen elyaf takviyeli polimer kompozitlere ilave olarak nano boyutla hem parçacık katkılı hem de nanoelyaf takviyeli polimer nanokompozit malzemelerin üretimi gerçekleştirilmiştir. Bu nanokompozitler havacılık, otomotiv, inşaat vb. uygulamalarında, hem kaplama hem de yeni bir malzeme olarak kullanılmasına yenilik getirmiştir. Bu malzemeler, özellikler iletkenlikleri de araştırılarak İHA, SİHA gibi araçlarda kullanımı önem arz etmektedir. Ağırlıkça % 1 oranındaki ÇCKNT katkılı PVA nanoelyaf takviyeli epoksi nanokompozit üretimi gerçekleştirilerek, çekme dayanımı epoksi matrisli kompozit malzemeler ile karşılaştırıldığı zaman 64.776 MPa'dan % 34 artış ile 87.232 MPa olmuştur. Sonuç olarak bu tez çalışması yeni nesil nanokompozit malzemelerin üretimi, uygulamadaki yeri, literatür ve ulusal düzeyde istenilen malzeme konsepti bakımından beklentilere cevap vermektedir. Aynı zamanda gelecek çalışmalar ve ileride yapacağımız çalışmalara ön adım olmaktadır. İlaveten, yapılacak olan tez, proje vs. gibi yeni nesil nanokompozit çalışmalara ışık tutacaktır.

Elde edilen sonuçlar nedenleri ile birlikte irdelenmiş ve değişikliklere sebep olan etkenler ortaya konulmuştur. Ayrıca yapılan çalışmalar sonucu elde edilen verilere göre ilerleyen zamanlarda yapılması düşünülen çalışmalar açıklanmıştır.

## 2. KURUMSAL TEMELLER

### 2.1. Nanoteknoloji ve Nanoelyaf

Günümüzde teknoloji, insanoğlunun taleplerine ve isteklerine cevap vermek amacıyla sürekli olarak hızla gelişmekte ve ilerlemektedir. Bu gelişmelerden biri de malzeme boyutlarının nano boyuta kadar küçültülmesi ve malzeme özelliklerinin insanoğlunun taleplerini karşılamaya yönelik olarak geliştirmesi ile ilgilenen bilim dalı olan “nanoteknoloji”dir. Nanoteknoloji kısaca atomik boyutta yapılan işleme teknolojisidir. Nanoteknoloji, nano ölçekte uygulanan ve gerçek dünyada uygulamaları olan bir teknolojiyi ifade eder. Maddenin atomik ve moleküler seviyelerde, yaklaşık 1 ila 100 nm boyutunda kontrolü veya yeniden yapılandırılması olarak tanımlanmaktadır.

Nanoteknoloji ifadesini ilk defa ortaya atan Japon bilim adamı Norio Taniguchi olmuştur. 1974 yılında yayınlanan bir makalesinde Taniguchi'nin açıklaması şu şekildedir. "Nano-teknoloji' en temel anlamıyla malzemelerin atom ya da molekül işlenmesi, ayrılması, birleştirilmesi ve bozulmasıdır" (Taniguchi ve ark., 1974).

Genel olarak nanoteknoloji, nano ölçekli boyutu nedeniyle önemli ölçüde geliştirilmiş fiziksel, kimyasal ve biyolojik özellikleri, işlevleri, olgular ve işlemler sergileyen, 0,1-100 nm arasında değişen boyutları ile malzeme, cihaz ve sistemlerin oluşturulması, işlenmesi, karakterizasyonu ve kullanımı olarak tanımlanır. Nanoteknoloji nano-biyoteknoloji, nano-sistemleri, nano-elektronik ve nanokompozitin önemli bir parçası olan nano yapıları malzemeleri kapsar (Thostenson ve ark., 2001; Thostenson ve ark., 2005).

Temel bilim nanobilim olarak adlandırılır. Nano ölçekte maddenin özellikleri daha büyük ölçekte olanlardan farklıdır. Bir malzemenin boyutları büyük bir boyuttan küçüldüğü zaman, özellikleri ilk önce aynı kalır, daha sonra küçük değişiklikler meydana gelir. Son olarak, boyut 100 nm'nin altına düştüğünde, özelliklerde çarpıcı değişiklikler meydana gelebilir. Yapılan araştırma ve çalışmalarda malzemelerin nano boyutta makro boyuttaki yapılarından farklı davrandıkları gözlemlenmiştir. Farklı davranmalarının ve farklı özellikler göstermelerinin en temel nedeni nano boyuttaki malzemelerin kuantum etkileridir. Örnek olarak külçe şeklindeki altının başka malzemeler ile tepkimeye girmediği fakat nano boyuttaki altında bu durumun olmaması verilebilir. Bundan dolayı bilim adamları malzemelerin nano boyuttaki özellikleri

üzerine çalışmalar yapıp, malzeme özelliklerini geliştirip iyileştirerek var olan problemlere çözüm arayışına çalışmaktadırlar.

Malzemelerde mikro boyuttan nano boyuta geçildiğinde fiziksel özelliklerinde de etkileyici değişiklikler oluşmaktadır. Nanokompozitlerin yapı özellik ilişkisinin anlaşılmasında temel öneme sahip olan morfolojik özellik, takviye edilen malzemelerin yüzey alanı/hacim oranıdır. Makro boyuttan nano boyuta ilerledikçe malzemelerin yüzey alanı/hacim oranı artmaktadır. Malzemelerin nano boyutlarındaki durumlarının mikro boyuttaki durumlarına kıyasla hacimlerine göre çok daha yüksek yüzey alanlarına sahip oldukları görülmüştür. Bu yüzey alanı/hacim oranındaki değişim malzemeye farklı elektrik ve mekanik özellikler kazandırmaktadır (Zucchelli ve ark., 2011). Buna bağlı olarak malzemenin aynı bileşimine sahip nano boyuttaki özelliklerinin mikro boyuttaki özelliklere göre farklılık gösterecektir. Birim hacim için yüzey alanı malzemenin çapı ile ters orantılıdır. Bundan dolayı birim hacimlerinde düşük çapa sahip malzeme büyük çapa sahip malzemeye kıyasla yüksek yüzey alanlarına sahiptir.

Nanoelyaflar, nano boyutta olup ipliksi görünüme sahip yapılardır. Çapı 1 mikron (1000nm) ve altındaki ince iplikçilere nanoelyaf denir. Mikroskop olmaksızın çıplak gözle görülemezler. Günümüzde farklı imalat teknikleri aracılığıyla birçok seramik ve polimer malzemelerden nanoelyaf imal edilmesi gerçekleştirilebilmektedir.

Nanoelyaflar yüksek moleküler oryantasyona sahiptir, kristalit büyüklükleri konvansiyonel elyaflara göre daha küçüktür, nano boyutları sayesinde daha az yapısal kusur taşırlar, bu sayede oldukça iyi mekanik özellikleri vardır. Elyaf çapı nanometre düzeyine indirildiğinde, atom başına düşen gerinim enerjisi üstel olarak artmakta ve karbon nano tüplerde 30 GPa seviyelerine çıkmaktadır. Küçük çaplarından ötürü yüzey/hacim oranları veya yüzey/kütle oranları yüksektir, dolayısıyla yüksek yüzey alanlarına sahiptirler. Bu özellik nano elyaflara fonksiyonel gruplar, moleküler, iyonlar, katalitik parçalar ve diğer birçok nano boyutta parçacıklarla bağlanma yeteneği kazandırır (Teo ve Ramakrishna, 2009).

Nanoteknolojinin birçok kullanım alanı vardır. Bunlardan bazıları uzay uygulamaları, tarım uygulamaları, savunma uygulamaları, optik ve elektriksel uygulamaları, cilt bakım ürünleri, yara örtücüleri, biyomedikal uygulamaları, filtrasyon uygulamaları, kompozit uygulamaları ve enzim taşıyıcılarıdır.

Nano ölçekte yeni materyallerin, süreçlerin ve olayların keşfi ve 20. yüzyılın sonunda araştırma için yeni deneysel ve teorik tekniklerin geliştirilmesi, yenilikçi nano sistemlerin ve nano malzemelerin gelişimi için yeni fırsatlar sunmaktadır.

## 2.2. Nanokompozitler

Geleneksel kompozitler, kullanıcılara ihtiyaç duydukları spesifik özellikleri sunmak için birleştirilmiş iki veya daha fazla bileşenden oluşan katı malzemelerdir. Genellikle, bir matris ve farklı tipteki takviyelerden oluşurlar. Nanokompozitler, en az bir bileşenin, 100 nm'den daha az en az bir boyuta sahip olduğu kompozitlerdir.

Genel anlamda kompozit malzemeleri sınıflandırma şekli, kompozit malzemenin yapısında bulunan matris malzemeye ve takviye edilen malzemeye göre iki kısma ayrılmaktadır. Kompozit malzemenin yapısında bulunan matris malzemeye göre sınıflandırılması ise metal esaslı, seramik esaslı ve polimer esaslı matrisler olmak üzere üç kısımda incelenmektedir.

Metal esaslı kompozit malzemeler, yapısında ana malzeme olarak metal ve metal alaşımlarının bulunduğu genellikle de takviye elemanı olarak seramiklerin kullanıldığı malzemelerdir. Takviye edildikleri malzemeye göre üstün özelliklere sahiptir. Seramiklerin yüksek elastiklik modülü ve metallerin plastik şekil değiştirme özellikleri bir araya gelerek aşınmaya karşı dayanıklı malzemeler elde edilebilir.

Seramik matrisli kompozit malzemeler, yapısında ana malzeme olarak seramik ve seramik alaşımlarının bulunduğu genellikle de takviye elemanı olarak çeşitli elyafların kullanıldığı malzemelerdir. Seramik malzemeler çok yüksek sıcaklığa dayanıklı olup sert, gevrek ve kırılğan bir yapıda olmalarından ötürü çok düşük süneklik ve kırılma tokluğa sahiptirler. Bu nedenle genellikle elyaflarla takviye edilerek kullanılmaktadırlar.

Polimer matrisli kompozit malzemeler, çoğunlukla petrokimya esaslı ürünlerdir ve günümüzde en yaygın kullanım alanı olan malzemelerdir. Polimer esaslı kompozitler korozyona dirençli, uzun süreli kullanıma uygun, işlenmesi kolay, şekillendirilebilen, birim kütle başına yük kapasitesi yüksek malzemelerdir. Polimer matrisli kompozitler, termoset, termoplastik ve elastomer matrisli kompozitler olmak üzere üçe ayrılır.

Takviye edilen malzemeye göre sınıflandırma da ise kompozit malzemeler elyaf takviyeli, parçacık takviyeli, tabakalı kompozitler ve karma kompozitler olmak üzere dört bölüme ayrılmaktadır.

Kompozit malzemelerin en yaygın olanı elyaf takviyeli kompozit malzemeler olup takviye malzemesi olarak da cam elyaftır. Elyaf takviyeli kompozit malzemelerde matris malzemedan dayanım bakımından önemli bir beklenti bulunmamaktadır. Matris malzeme elyafları yerinde tutar, ortam etkilerinden korur ve kuvveti elyaflara iletir.

Kuvvet ise bütünüyle elyaflar tarafından iletilir. Dayanımı ve rijitliği yüksek olan elyaf lifleri takviye olarak kullanılır. Sürekli veya süresiz elyaflar takviye elemanı olarak kullanılabilir. Cam, karbon, kevlar ve bor günümüzde sık kullanılan takviye elyaflarıdır.

Tanecik takviyeli kompozitler, takviye malzemesinin boyutları, takviye edilen malzeme özelliklerinin, kompozit malzemeye olan katkısını belirler. Tanecikler, çoğunlukla kompozitin sertliğini artırmada etkili fakat dayanımı artırmada fazla bir etkiye sahip değildirler. Parçacıklar dislokasyon hareketlerini engelleyerek dayanımı artırır. Parçacık dolgular, her ne kadar yaygın olarak fiziksel ve mekanik özellikleri artırmak için kullanılsa da birçok durumda sadece maliyeti azaltmak için kullanılırlar.

Tabakalı kompozitler; en eski ve en yaygın kullanım alanına sahip olan kompozit yapı tipidir. Farklı elyaf yönlendirmelerine sahip tabakaların bileşimi ile çok yüksek mukavemet değerleri elde edilir. Isı ve neme karşı dayanıklı yapılardır.

Karma kompozitler; aynı kompozit yapıda iki ya da daha fazla takviye elemanı çeşidinin bulunması olasıdır. Bu tip kompozitlere “hibrid kompozitler” denir. Bu alan yeni tip kompozit malzemelerin geliştirilmesine uygun bir alandır.

Kompozit malzemeler yapısında bulunan matris malzemeye göre metal esaslı, seramik esaslı ve polimer esaslı matrisler olmak üzere üç kısımda sınıflandırılmasına rağmen, kompozit malzemeleri üretmek için en çok tercih edilen ve kullanılan matris polimer esaslı matrislerdir (Bağcı, 2006). Bunun başlıca nedeni polimerlerin işlenebilme kolaylıkları, mekanik özellikleri, esnek davranışları ve düşük yoğunluğa sahip olmalarıdır.

Polimer matrisli kompozit malzemelerde genellikle elyaflar ve tanecikler takviye elemanı olarak kullanılmaktadır. Takviye elemanı olarak elyaf kullanılan polimer matrisli kompozit malzemelerde, polimer matrisler sürekli elyaf, kırılmış elyaf (keçe) ve dokuma elyaf (kevlar) vs. gibi çeşitli şekillere sahip elyaflar ile takviye edilebilmektedir. Lakin son yıllarda polimer matrisli kompozit malzemelerde takviye elemanı olarak nano boyutlara sahip tanecikler kullanılmaya başlanmış ve ortaya çıkan kompozit malzemeler polimerik nanokompozitler olarak isimlendirilmiştir. Nanokompozit malzemeler dolgu ve matris olarak adlandırılan iki kısımdan oluşmaktadır. Polimer esaslı nanokompozit malzemeler içerdikleri polimer matrisi ve dolgu malzemelerinin özelliklerine göre farklı özellikler göstermektedir.

Polimer matrislerin mekanik ve fiziksel özelliklerini iyileştirmek için nanoparçacıkların dolgu malzemesi olarak kullanılması fikri son zamanlarda bilim adamları tarafından sıkça araştırılmaktadır. Nanometre boyutundaki bu parçacıkların

yüzey alanları 1000 m<sup>2</sup>/g bulabilmektedir (Gojny ve ark., 2005). Bu büyük yüzey alanları nedeni ile yükün matristen nanoparçacığa transferi kolaylaşacak ve sonuçta matrisin mekanik özellikleri artırılmış olacaktır (Njuguna ve ark., 2007). Bu yük transferini gerçekleştirmeye en uygun adaylar nanotüpler, karbon nanoelyaflar, nanokiller vb. nanoparçacıklardır.

### 2.3. Karbon Nanotüpler

Richard Smalley tarafından 20. yüzyıl sonlarında yapılan çalışmalarda, karbon atomlarının atımlı gruplar halinde birbirlerine bağlanmasıyla oluşan “buckyball”lar (küresel molekül) kütesine birkaç kobalt veya nikel atomu eklendiğinde şekil değiştirerek, kimyasal olarak kararlı ve duvar kalınlığı bir nanometre boyutundaki “nanotüp” şekline dönüştüğü görülmüştür.

Nanotüpler ilk olarak 1991 yılında ortaya çıkmıştır. Grafen düzlemi dediğimiz örülü yapının bir silindir şekline sarılması ve uçlarının küresel bir silindir kapağı şeklinde kapatılmasıyla oluşturulur.

Koltuk tipi nanotüp, zikzak yapan nanotüp ve her iki tür nanotüpten farklı yapıya sahip chiral tip nanotüp olmak üzere üç şekilde oluşum gösterirler. Ayrıca mukavemet artışı amacıyla birden fazla sarım üst üste yapılarak çok duvarlı nanotüp yapılar da elde edilebilir. Nanotüpler tek cidarlı veya çok cidarlı yapılarda bulunabilmektedir ve çok duvarlı karbon nanotüpler (ÇCKNT) basitçe eş merkezli tek cidarlı karbon nanotüplerden (TCKNT) oluşmaktadır (Thostenson ve ark., 2001). TCKNT’ler, ÇCKNT’lere göre daha dayanıklıdır. KNT’lerin bir başka yapıda fulleren, beşgen ve altıgen oluşan, dışbükey kapalı kafes şeklindedir.

Çok hafif olması, yüksek elastiklik modülüne sahip olması ve bilinen en dayanıklı elyaf olması ihtimalleri, ÇCKNT’lerin en önemli özelliklerindedir. Deneysel bazı çalışmalar sonucu ÇCKNT’lerin 1-1.8 TPa arasında elastiklik modülüne ve TEM esaslı çekme ve eğme testleriyle de 0.8-150 GPa arasında çekme dayanımına sahip olduğu anlaşılmaktadır (Gojny ve ark., 2005). ÇCKNT’lerin çekme dayanımlarının tek cidarlılardan daha düşük olduğu bilinmektedir. Bunun temel sebebi, her bir nanotüp katmanının KNT’lerin sürtünmesize yakın kinetik özelliklere sahip olmasından dolayı birbiri üzerinden kayarak sıyrılma (pull-out) olarak bilinen özelliğin görülmesidir. Çünkü TCKNT sadece bir grafit tabakasının yuvarlatılması ile oluşur (Fan, 2007). ÇCKNT’ler ise iç içe geçmiş eş merkezli tüpler olup bu tüplerin birbirleri içinden

kayabilme ihtimalleri dayanımlarını düşürür (Lordi ve ark., 1999). Yu ve arkadaşları tarafından yapılan bir başka çalışmada ise TCKNT'lerin dış yüzeylerinde taşıdığı yükler vasıtasıyla oluşturulan gerilme-gerinim eğrilerinden 13-52 GPa arasında kırılma dayanımına sahip olduğu belirlenmiştir (Yu ve ark., 2000). Aynı yöntemle ÇCKNT'ler için gerçekleştirilen çalışmada ise 11-63 GPa arasında çekme dayanımı ile 0.27-0.95 TPa mertebesinde elastiklik modülü tayin edilmiştir. Özellikle, yoğunluğu da dikkate alındığında çelikten çok daha yüksek spesifik dayanıma sahip olan KNT'ler bilinen en dayanımlı malzemelerden biri olarak kabul edilmektedir.

Grafenin simetrisi ve kendine has elektriksel yapısından ötürü, karbon nanotübün yapısı elektriksel özelliklerini önemli bir şekilde etkilemektedir. Nanotüplerin çeşitlerine yani atomların diziliş şekline göre elektriksel özellikleri de değişmektedir. Örneğin tüm koltuk tipi nanotüpler, metalik özelliğe sahiptir; yani iletkenlerdir. Teoride metalik nanotüplerin elektrik gerilim yoğunlukları gümüş ya da bakır gibi metallere kıyasla 1000 kat daha fazladır.

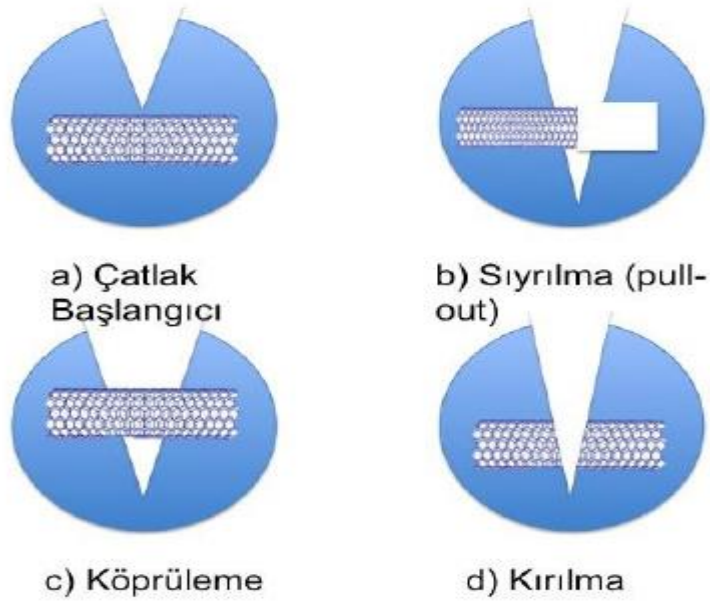
### **2.3.1. Polimer/karbon nanotüp (KNT) nanokompozitler**

KNT'ler 1 TPa Young Modülü ve 50 GPa çekme dayanıma sahip olduklarından ve mevcut olan karbon elyafların dayanımından (200-800 GPa) üstün olmalarından dolayı polimer nanokompozit malzemelerde takviye elemanı olarak hem bilim dünyasında hem de nanomühendislik uygulamalarında büyük bir ilgi çekmektedir. KNT'ler var olan elyafları güçlendirmek için ikincil bir takviye elemanı olarak kapsamlı bir şekilde araştırılmaktadır (Lozano ve ark., 2015; Siochi ve Harrison, 2015).

KNT'ler grafen tabakasının tüp haline gelmiş şekli olarak düşünülebilir ve dayanıklı, termal ve elektriksel iletkenliğe sahip olması gibi özelliklerinden dolayı kompozit malzemelerde kullanılmaktadır. KNT'ler bu özelliklere sahip olmasına rağmen kompozit malzemelerde etkin bir şekilde kullanabilmesi için spesifik en/boy oranı, iyi bir dağılım ve dizilim, ara yüzeysel gerilim transferi gibi bazı şartların yerine getirilmesi gerekir. Bu gibi etkenler kompozitlerin mekaniksel performansını etkileyen en önemli parametrelerdir (Coleman ve ark., 2006a). Mekaniksel takviye elemanı olarak KNT'lerin olası bütün özelliklerinden faydalanabilmek onların polimer matrisi içerisindeki homojen bir şekilde dağılım ve dizilimine bağlıdır. Ayrıca KNT'lerin dağılım esnasında yapısal bütünlüğünün bozulmaması gerekir. İyi bir dağılım ve dizilim, matris içerisindeki gerilme konsantrasyonunu minimize ederek etkili bir yük

transferini gerçekleştirmeye yardımcı olur. Zayıf bir dağılım, özellikle KNT'ler belirli bir eşik değerini aştığında aglomerasyonlardan dolayı dayanım ve elastik modülünde bir düşüşe neden olur (Coleman ve ark., 2006a).

KNT'ler polimer matrisi içerisinde sıyrılma mekanizmasıyla (pull-out) tokluğu artırma da önemli rol oynamaktadırlar. Aynı zamanda diğer mekanizmalar olan köprüleme ve boşluk büyümesinin oluşumunda da KNT'lerin önemi büyüktür (Andrews ve Weisenberger, 2004; Wichmann ve ark., 2008; Shtein ve ark., 2013). Köprüleme etkisi KNT'lerin önemli bir derecede uzayabilirliğini yansıtmakla beraber matris ve karbon elyaf etrafındaki hasar zorlanmasından daha yüksek nanotüp zorlanmasına neden olmaktadır. Mikro elyafların kırılma teorisine göre elyaflarda elyaf sıyrılması ve kırılması gibi iki farklı şekilde hasar mekanizmalarının ortaya çıktığı görülmektedir. Çatlak ucu KNT'lere temas ettiğinde, çatlakın ilerlemesini engelleyen KNT'ler uzayarak köprüleme etkisi oluşturur ve daha sonraki aşamada KNT'ler matristen ya sıyrılırlar ya da kırılmaya maruz kalırlar (Şekil 2.1) (Shtein ve ark., 2013). Çatlak köprüleme prosesi reçine içerisinde yer alan nanotüplerin uzunluğuna bağlıdır.



**Şekil 2.1.** KNT'lerin matris içerisinde oluşturduğu hasar şekilleri gösterimi (Shtein ve ark., 2013)

Kompozitlerdeki ara yüzey özelliği mühendislik sinerjistik özelliği bakımından önemli ve kompozitleri oluşturan (elyaf-matris) yapıların özelliğinin ötesinde bir konuma sahiptir. Basma dayanımı, darbe direnci, yorulma ömrü ve kırılma tokluğu gibi nanokompozit malzeme özellikleri elyaf/matris arayüzeyine göre hassas bir davranış

sergilemektedirler. Nanokompozit malzemelerin optimum düzeydeki performanslarını elde etmek için ara yüzey dayanımının ve tokluğunun uygun bir şekilde ayarlanması gerekmektedir. Elyaf ayrılması ve sıyrılması, nanokompozitin tokluğunu artırmak için kullanılan önemli enerji yayma mekanizmalarıdır. KNT'ler literatürde nanokompozit uygulamaları için iki farklı şekilde kullanılmaktadırlar. Bunlardan biri kimyasal buharlaştırma tekniği (CVD) kullanılarak katmalar üzerine veya elyafların üzerine büyütülür, diğeri ise kaplama ve boyama teknolojisi kullanılarak sentezlenen KNT'lerin uygulanmasıdır (Kamae ve Drzal, 2012). KNT'lerin topaklanması ve matris içerisinde viskozitenin artması gibi zorluklar dağılım metodunda sıklıkla karşılaşılan problemler arasında yer almaktadır. Bu problemler KNT'lerin elyaf yüzeyine büyütülmesinde görülmediğinden büyük avantajlar sunmaktadır. Aynı zamanda KNT'lerin büyütülme esnasındaki dizilimi kontrol edilebilmektedir. KNT'ler kaplama ve boyama yöntemleriyle elyaf-matris ara yüzeyinde kullanılmaktadırlar. Elyafın yüzeyleri, polimerlerle uyumluluğu ve tutarlılığı iyileştirmek gibi nedenlerden dolayı modifiye edilmektedir. KNT'lerin bu şekilde kaplanması elyaf yüzeyine zarar vermemekte ve elyafların dayanımını bozmamaktadır.

Nanokompozit malzemeler, matris çatlağı ve delaminasyon şeklindeki hasar oluşumuna oldukça hassastır ve bu tip hasarlar, özellikle yorulma ömrü, basma dayanımı istenen nanokompozit malzemenin performansını sınırladığı için istenilmemektedir. KNT'ler ise uzun süredir nanokompozitlerin performansı etkileyen bu zorlukları aşmak için en iyi aday olarak görülmektedir. KNT'lerin nanokompozitlerde kullanımı elyaf ve katman arasına biriktirilmesi, matris içerisine dağıtılması ve elyaflarla entegre edilmesi olmak üzere üç kategoriye göre gruplandırılır.

### **2.3.2. Karbon nanotüplerin (KNT) sentezlenmesi**

Karbon nano tüp sentezlenmesi için yıllar süren çalışmalar sonucunda belirli yöntemler ortaya çıkartılmıştır. Sentezleme yöntemlerinin her biri farklı uygulama ve kullanım istekleri doğrultusunda şekillendirilmiştir. Yüksek saflıkta üretim isteği, düşük sıcaklıklarda sentezleme ve üretim kapasitesinin artırılması üzerine yapılan çalışmalarla birçok değişik yöntemleri ortaya çıkmıştır (Kucukyildirim ve Eker, 2012). Bu yöntemler şu şekildedir:

### 2.3.2.1. Katı halde karbondan sentezleme

Katı hâlde karbondan sentezleme yöntemlerinde karbon kaynağı, katı halde bulunan grafit bir parça kullanılmaktadır. Grafit çubuğun geometrisi yöntemden yöntemde değişmektedir. Bu yöntemlerde yüksek sıcaklıklar ve yüksek basınçlar söz konusu olmaktadır. Katı hâlde karbondan sentezleme yöntemleri,

- Lazerle Aşındırma Yöntemi
- Ark Boşaltma Yöntemi
- Solar Fırın Yöntemi

### 2.3.2.2. Gaz halde karbondan sentezleme

Bu yöntemlerde kullanılan karbon kaynakları çeşitli konvansiyonel gazlar olmaktadır. Yüksek miktarlarda KNT üretmek için sıklıkla kullanılan ve günümüze özellikle üzerinde durulan kimyasal buhar çökeltme (CVD) yöntemleri bu grup içerisinde yer almaktadır. Gaz hâlde karbondan sentezleme yöntemleri ise,

- Kimyasal Buhar Çökeltme
- Isıl Kimyasal Buhar Çökeltme
- Plazmayla Güçlendirilmiş Kimyasal Buhar Çökeltme
- Mikrodalga Plazmayla Kimyasal Buhar Çökeltme
- Buhar Fazında Büyütme

### 2.3.2.3. Diğer sentezleme yöntemleri

Bu yöntemler sıklıkla kullanılmamakla beraber, daha çok deneysel ve geliştirme aşamasındaki uygulama olan diğer sentezleme yöntemlerinde hidrotermal sentezleme ve elektroliz yöntemi olarak iki grupta irdelenebilir.

### 2.3.3. Karbon nanotüplerin (KNT) polimer içerisinde dağıtılması

KNT'ler mükemmel mekanik özelliklere sahip olsalar da, bu özelliklerinden takviye elemanı olarak etkin bir şekilde yararlanabilmek için bazı zorlukların üstesinden gelmek gerekir. KNT'lerin polimer matris içerisinde homojen bir şekilde dağıtılması, nanotüplerin matris tarafından ıslatılarak matris ile ara yüz etkileşiminin artırılması, adezyon gibi etkenler, karbon nanotüplerin takviye elemanı olarak göstereceği performansı etkileyen en önemli konulardır (Njuguna ve ark., 2007; Spitalsky ve ark., 2010).

KNT'lerin katılması ile polimerin dayanımının artmasındaki diğer önemli faktör matris ile KNT'ler arasındaki yük aktarımının etkinliği'dir. Matris ve KNT'ler arasındaki ara yüzey bağlanması, yük aktarımının etkin bir şekilde çalışması için çok önemlidir. Birçok araştırmacı KNT'lerin katkısı sonucu matris dayanımının beklenenin altında kalmasını bu sebebe bağlamıştır (Nan ve ark., 2003; Weisenberger ve ark., 2003). KNT'ler grafen tabakasından oluştuğu düşünülürse, grafenin de zayıf düzlemler arası etkileşime sahip oluşu ve kimyasal kararlılığı, matris ile KNT'ler arasındaki yapışmanın oluşmamasında önemli faktörlerdir (Khare ve Bose, 2005). KNT'lerin matris ile etkileşebilmesinin için üç yolu vardır; (i) elektrostatik ve van der Waals kuvvetleri, (ii) yüzey pürüzlülüğüne bağlı olarak mekanik kilitleme ve (iii) kimyasal bağlanma. Kimyasal bağlanma ve mekanik kilitleme ile kıyas edildiğinde van der Waals kuvvetleri oldukça zayıf kuvvetlerdir. Bu yüzden diğer iki bağlanma çeşidi KNT'ler ile matris arasındaki yapışmada önemli bir rol oynarlar. KNT'ler ile matris arasındaki bağlanma, KNT'lerin yüzeylerinin fonksiyonelleştirilmesi ile artırılabilir.

KNT'lerin matris içerisinde homojen bir şekilde dağıtılması, matris ile karbon nanotüp ağı arasında etkin olarak yük aktarımının yapılabilmesi açısından büyük önem arz etmektedir. Karbon nanotüplerin matris içerisinde iyi bir şekilde dağıtılmış olması ile ayrıca homojen gerilme dağılımı elde edilir ve gerilme konsantrasyonu oluşturan bölgelerin azalmasını sağlar (Coleman ve ark., 2006a; Coleman ve ark., 2006b). Saf KNT'leri matris içerisinde homojen olarak dağıtmanın zorluğu, büyük yüzey alanlarından kaynaklanan van der Waals kuvvetlerinin, KNT'leri bir arada tutmasından ileri gelmektedir. KNT'lerin matris içerisinde kümelenmesi ve yetersiz dağılımı, karbon nanotüp takviyeli nanokompozit malzemelerde mekanik özelliklerin iyileştirilememesi sonucunu meydana getiren en önemli etkenler olarak karşımıza çıkmaktadır (Andrews ve Weisenberger, 2004; Gojny ve ark., 2005). Bu polimer dağılım problemini çözmek

için kullanılan yöntemler aşağıda verilmiş olup bu yöntemler kullanılan polimerin türüne ve viskozitesine bağlıdır.

- Çözelti karıştırma,
- Eriyik karıştırma,
- In situ polimerizasyon,
- Bilyeli öğütme,
- Kimyasal fonksiyonelleştirme,
- Fiziksel fonksiyonelleştirme,

### **2.3.3.1. Çözelti karıştırma yöntemi**

Çözelti karıştırma yöntemi, küçük numune boyutları için kullanışlı olduğu için KNT/polimer nanokompozitlerin üretimi için en yaygın olarak kullanılan yöntemdir (Du ve ark., 2007; Tang ve ark., 2013a; Tang ve ark., 2013b; Wernik ve Meguid, 2014). Tipik olarak çözelti karıştırma; mekanik karıştırma, ultrasonik banyo, manyetik çalkalama ya da aynı zamanda bir sonikatör olarak da bilinen ultrasonik prob ile uygun bir çözücü içerisinde KNT'lerin dağılımı, dört ana adımdan oluşur. Çözücü ayrıca polimer reçinelerini de çözebilir. Daha sonra, dağılmış KNT'ler oda sıcaklığında veya yükseltilmiş sıcaklıklarda polimer matris ile karıştırılır. Nanokompozitler sonuç olarak çöktelcinin yada karışımın dökülmesiyle elde edilir. Bu yöntem genellikle nanokompozit filmleri hazırlamak için de kullanılır. Termoset reçinelerin bir türü olan epoksi reçinelerde genellikle KNT/epoksi nanokompozitlerin dağıtımında çözelti karıştırma yöntemi kullanılır.

### **2.3.3.2. Eriyik karıştırma yöntemi**

Eriyik karıştırma yöntemi, KNT/polimer nanokompozit imal etmek için yaygın olarak kullanılan diğer bir yöntemdir. Polipropilen, polistiren, polietilen (2,6-naftalat) gibi termoplastik polimerler, bu yöntemle matris malzemeleri olarak işleme tabi tutulabilir (Zhang ve Chen, 2004; Kim ve Kim, 2006).

Bu yöntemin önemli bir avantajı, KNT dağıtmak için herhangi bir çözücünün kullanılmamasıdır. Eriyik karıştırma işleminde, yüksek sıcaklıkta ve polimer matris

içinde KNTleri dağıtmak için yüksek kayma kuvveti kullanılır ve güncel endüstriyel uygulamaları için çok uyumludur. Yüksek bir sıcaklıkta çalışan ve yüksek kayma kuvvetleri üretebilen ekstrüzyon, enjeksiyon makineleri gibi özel cihazlar, KNT'leri dağıtmak için kullanılır. Çözelti karıştırma yöntemleri ile karşılaştırıldığında bu teknik, genel olarak çözelti karıştırmaya göre polimerlerin içinde KNT'leri dağıtmak için daha az etkilidir ve aynı zamanda bu tekniğin uygulaması termoplastik matris de düşük dolgu maddesi konsantrasyonları ile sınırlıdır (Moniruzzaman ve Winey, 2006).

### **2.3.3.3. In Situ polimerizasyon yöntemi**

In situ polimerizasyon yöntemi, termoset polimerler içinde KNT'lerin homojen bir dağılımını gerçekleştirmek için kullanılan etkili bir yöntemdir. Bu yöntemde KNT bir çözücünün varlığı veya yokluğunda, monomerler ile karıştırılır ve daha sonra bu monomerler yüksek bir sıcaklıkta kürleştirme veya sertleştirme araçları ekleme ya da yoğunlaştırma reaksiyonları ile polimerize edilir. Bu yöntemin en önemli avantajlarından biri, kovalent bağın fonksiyonelleştirilmiş KNT'ler ile polimer matrisi arasında oluşturulabilir olmasıdır. Bu da güçlü ara yüzey bağlar aracılığıyla nanokompozitlerin çok gelişmiş mekanik özellikler ile sonuçlanır (Gojny ve ark., 2004; Kosmidou ve ark., 2008; Ma ve ark., 2008; Ma ve ark., 2009).

### **2.3.3.4. Bilyeli öğütme yöntemi**

Öğütme, boyalar, piroteknik ve seramiklerde kullanılmak üzere son derece ince bir toz halinde malzemelerin öğütülmesi için öğütme yönteminin türüdür. Öğütme esnasında yüksek basınçta gömme bir kap içinde küçük, sert toplar arasındaki çarpışma nedeniyle lokal olarak üretilen mekanik bir işlemdir (Li ve ark., 1999). KNT nanoteknoloji uygulamaları ile ilgili olarak bu yöntem, karbon nanoyapıların uzunlukları kısaltmak için kullanılmaktadır (Tang ve ark., 2013a; Tang ve ark., 2013b).

### **2.3.3.5. Lateks teknoloji yöntemi**

Polimer matris içerisine KNT'lerin katılmasına yeni bir yaklaşım, lateks teknoloji kullanımına dayanmaktadır. Genellikle sulu bir ortam içinde lateks, ayrı polimer parçacıklarının bir koloidal (homojen görünümlü heterojen karışım) karışımıdır.

Bu teknolojiyi kullanarak, emülsiyon polimerizasyonu ile üretilen veya emülsiyon biçiminde sunulabilen polimerlerin çoğunda ÇCKNT ve TCKNT'lerin dağıtılması mümkündür. İn situ polimerizasyon sisteminin aksine bu teknikte KNT'lerin eklenmesi polimer sentezlendikten sonra gerçekleşir. İşlemin ilk adımı, sulu yüzey aktif madde çözeltisi içinde KNT'lerinin, (demet TCKNT'ler) pul pul dökülmesi ya da dağıtılması/dengelenmesiyle (dolaşık ÇCKNT'ler) oluşur. Bu polimer lateksiyle yüzey aktif madde ile muamele edilmiş KNTler kararlı bir dağılımın karıştırılması takip eder. Dondurarak kurutma ve ardından eriyik-işlemeden sonra polimer matris içinde dağılmış KNT'lerden oluşan nanokompozit elde edilebilir (Grossiord ve ark., 2006; Moniruzzaman ve Winey, 2006).

Bu tekniğin avantajlarından biri, temel olarak iki sulu bileşenin basit bir karışımından oluşur, çok yönlü, tekrarlanabilir ve güvenilirdir ve oldukça viskoz polimer matris içinde teker teker KNT'lerin yerleştirilmesini sağlar. KNT'lerin dağılımı için kullanılan çözücü sudur bu nedenle süreç, çevre dostu, güvenilir ve düşük maliyetli bir yöntemdir.

### **2.3.3.6. Kimyasal fonksiyonelleştirme**

KNT/polimer nanokompozitlerin performansı matris içindeki KNT'lerin dağılıma ve KNT ile polimer arasındaki ara yüzey etkileşimlerine bağlıdır. Bununla birlikte KNT cidarlarındaki karbon atomları kimyasal açıdan kararlıdır. Sonuç olarak KNT'lerle takviye edilen hareketsiz ve KNT/matris ara yüzeyi boyunca etkili yük transferi sağlayamaz, esas olarak Van der Waals etkileşimleriyle çevredeki matris ile etkileşime girebilir.

Kimyasal fonksiyonelleştirme, KNT'lerin karbon (C) yapı iskelesi üzerine fonksiyonel birimlerin kovalent bağ kurmasına dayanmaktadır. Kovalent bağ, tüplerin uçlarında veya yan çeperlerinde gerçekleştirilebilir.

Kusur fonksiyonlandırımlar, KNT'lerin kovalent fonksiyonelleştirilmesi için başka bir yöntemdir. Bu işlem, KNT'lerde kusurlu kısımların kimyasal dönüşümünden yararlanılmaktadır. Kimyasal olarak fonksiyonelleştirilmiş KNT'ler birçok polimer ile güçlü arayüzey bağlar üretebilir ve KNT katkılı nanokompozitlerde yüksek mekanik ve fonksiyonel özellikler sağlayabilir.

### 2.3.3.7. Fiziksel fonksiyonelleştirme

Kovalent yöntemiyle KNT'lerin fonksiyonelleştirilmesi KNT yüzeyi üzerinde yararlı işlevsel gruplar sağlayabilir. Bununla birlikte bu yöntemlerin iki büyük dezavantajı vardır. Birinci olarak özellikle zarar veren ultrasonikasyon süreciyle birlikte fonksiyonelleştirme reaksiyonu sırasında, çok sayıda kusurlar kaçınılmaz olarak KNT yan çeperleri üzerinde oluşturulur ve bazı aşırı durumlarda KNT'ler daha küçük parçalar halinde parçalanır. Bu zararlı etkiler, nanotüplerde  $\pi$  elektron sisteminin bozulması gibi KNT'lerin mekanik özelliklerinde ciddi bozulma ile sonuçlanabilir. İkinci olarak yoğunlaştırılmış asitler ya da kuvvetli oksitleyici maddeler genellikle çevre dostu olmayan KNT fonksiyonelleştirme için kullanılmaktadır. Bu nedenle birçok çabalar, KNT yapısının daha az hasar ve düşük maliyeti, kullanımın elverişli olan gelişen yöntemler ileri sürülmüştür.

### 2.4. Polimer Nanokompozit Malzemeler

Polimerler her bir molekülünün, birbirine bağlanan ünitelerinin tekrarından oluştuğu, uzun zincir moleküllerinden oluşan bir bileşiktir. Tek bir polimer molekülünde binlerce, hatta milyonlarca ünite olabilir. Polimer sözcüğü, eski Yunanca da çok anlamına gelen poli ve parça anlamına gelen (ve mer olarak kısaltılan) meros kelimelerinden türetilmiştir. Çoğu polimerler karbona dayanır ve bu nedenle organik kimyasal madde olarak kabul edilir. En sade açıklama ile monomer adı verilen küçük moleküllerin birbirlerine eklenmesiyle oluşan ve polimer adı verilen, uzun zincir yapıya sahip sentetik malzemelerdir.

Monomer ismi verilen küçük moleküllerin, sıcaklık, basınç ve birçok kimyasalın etkisiyle birbirlerine eklenmesi ve polimer ismi verilen uzun zincirleri oluşturması işlemine polimerizasyon denir. Polimerizasyon işlemi sonunda etilen (monomer) polietilene (polimer), propilen polipropilene, stiren polistirene dönüşmektedir. Böylece polimerler meydana gelmektedir.

Polimerler, düşük üretim maliyetleri, kolay şekil almaları ve amaca uygun üretilibilmeleri nedeniyle pek çok alanda kullanılırlar. Kompozitlerin yaklaşık % 90'ı polimer esaslı matrislerden üretildiklerinden, kompozit malzemelere takviye edilmiş polimerler de denir.

Polimerler genellikle ilave işlem gerektirmeyen kesin parça şekilleri halinde kalıplanabilirler. Net şekil (kayıpsız) işleme yöntemleriyle son derece rekabet edebilir. Hacimsel olarak polimerler metallerin rakibidir ve metallere göre genellikle daha az enerji gerektirirler. Bazı plastikler, bazı uygulamalarda camların rakibi olmasını sağlayacak şekilde şeffaftır.

#### **2.4.1. Polimerik nanokompozit malzemelerin özellikleri**

Nanokompozitler, saf polimerlerle karşılaştırıldığında önemli derecede geliştirilmiş mekanik, termal, optik ve fiziko kimyasal özellikler sergilemektedirler (Bağcı, 2006). Benzer şekilde, nanokompozitlerde, geleneksel kompozit sistemlerine kıyasla, elde edilen ısı kararlılık, yanmazlık, fiziksel, mekanik ve bariyer özellik gelişimleri çok daha iyi boyutlardadır (Yılmazbayhan, 2006). Takviye fazının elastiklik, ısı genleşme gibi fiziksel özellikleri nanokompozitin mekanik özelliklerini etkileyen en önemli faktörlerden biridir. Ayrıca ana yapı içerisindeki parçacık büyüklüğü de kompozitin mukavemetini etkiler. Parçacık takviyeli kompozitler ana yapıya göre oldukça yüksek mukavemet özelliği gösterirler.

Nanokompozitlerin önemli avantajlarından biri de nano boyutlu inorganik katkı maddelerinin ısı kararlılığını arttırmasıdır. Birçok uygulamada, polimerik malzemenin farklı sıcaklıklarda ve uzun zamanlı kullanımda önemli oranda boyutunu değiştirmemesi, yani ısı kararlı olması arzu edilmektedir (Yılmazbayhan, 2006). Polimerlerin ısı iletkenliklerinin arttırılması amacıyla uygulanan farklı yöntemler vardır. Bunlardan birisi, üretim esnasında polimerlere ısı iletkenliği yüksek olan tanecik veya lifler katılmasıdır. Bu tanecik katkıları sayesinde polimerin ısı iletkenliği artmaktadır. Fakat bazı durumlarda polimerin mekanik özelliklerinde zayıflamalar meydana gelmektedir (Tavman ve Turgut, 2006).

Üretimi gerçekleştirilen her bir polimerik nanokompozit malzemenin ısı iletim katsayısının, matris içerisindeki taneciklerin hacimsel oranındaki artışa bağlı olarak önemli ölçüde arttığı görülmektedir. İletken polimer kavramı; kendi örgüsü içindeki elektronlarla yeterli düzeyde elektrik iletkenliği sağlayan polimerler için kullanılır. Bu bir elektronik iletkenliktir. Ancak iletkenliğin metaller seviyesinde olmaması, hem konjugasyonun yüksek düzeyde iletkenliğe yeterli olmadığını hem de polimerlerin yarı iletken sınıfına dâhil olduğunu göstermektedir (Oğuz, 2005).

İletken polimerlerin özelliklerini iyileştirmek için, başlıca kimyasal ve elektrokimyasal yöntemlerle; kopolimer, kompozit veya blendler hazırlanarak iletken polimerler geliştirilmektedir (Yurdagül, 2007). Bir başka ifadeyle, üretim esnasında yapılan çeşitli işlemlerle, polimerik nanokompozitler, elektriksel özellikleri iyi malzemeler olarak üretilebilmektedir. Örneğin, epoksi matrise sahip bir polimerik nanokompozit malzeme, katyonik ve anyonik katalitik kürleştiricilerin kürleşme prosesi sırasında, Levis asit ya da bazın kürleşmesiyle reçinenin homo polimerizasyonu başlar. Bu tip kürleştiriciler yardımıyla malzemenin elektriksel ve fiziksel özellikleri iyileştirilir (Bozeman ve ark., 2007). İletken polimerlerin kullanım alanlarından birisi de, güneş ışığından elektrik enerjisi üreten yarı iletken devre elemanları olan fotovoltaiik hücrelerdir (Oğuz, 2005). Ayrıca, iletken polimerlerin yaygın olarak kullanıldığı alanlar; şarj olabilen pil yapımı, elektronik alet (transistör, kapasitör, sensör) yapımı, iyon seçici elektrot yapımı, korozyon önleme, biyokimyasal analizler, foto elektrokimyasal hücreler ve elektroeolojik çalışmalardır (Yurdagül, 2007). Gojny tarafından üretilen polimerik nanokompozit malzemelerin elektrik iletkenliğinin, matris içindeki tanecik içeriğindeki artış ile yükseltilebileceğini göstermişlerdir. Polimerler genel olarak aşağıdaki gibi gruplandırılabilir:

- Termoplastik Polimerler: Isıl yumuşar plastikler
- Termoset Polimerler: Isıl sertleşir plastikler
- Elastomerler

#### **2.4.2. Termoplastik polimerler**

Oda sıcaklığında katı olan ancak sadece birkaç yüz derece ısıtıldıklarında viskoz akışkan haline gelen malzemelerdir. Bu özellikleri kolayca ve ekonomik şekilde ürün haline getirilmelerini sağlar. Önemli bir bozulma olmaksızın tekrar tekrar ısıtma soğutma çevrimine maruz bırakılabilirler. Bunun nedeni ise polimerler ısıtıldıklarında çapraz bağ oluşturmayan doğrusal moleküllerden oluşur. Termosetler ve elastomerler ısıtıldıklarında, bu polimerlerin molekülleri çapraz bağlandığı ve kalıcı olarak bütünleştiği için kimyasal olarak değişirler. Genel olarak termoplastiklerin özellikleri şu şekildedir:

- Polimerizasyon reaksiyonu ile imal edilirler.
- Camlaşma sıcaklığının altında çok gevrek davranırlar. Sürtünme katsayıları düşüktür.
- Pres enjeksiyon, haddeleme, ekstrüzyon gibi imalat yöntemlerine uygundur.
- Termoplastikler ısıtıldıklarında yumuşar, soğutulduklarında tekrar sertleşirler.
- Düşük elastiklik modülü (E) değerine sahiptirler ve elastiklik modülleri metaller ile seramiklerden çok daha düşüktür.
- Çekme dayanımı, metallerin yaklaşık %10'udur.
- Metallerden ve seramiklerden çok daha düşük sertliğe sahiptirler.
- Ortalama olarak çok büyük sünekliklere sahiptirler.
- Metaller ve seramiklere göre daha düşük yoğunluktadırlar ve daha yüksek özgül ısı değerleri vardır.
- Polimerlerin tipik özgül kütlesi 1,2'dir.
- Çok daha yüksek ısıl genleşme katsayısına sahiptirler.
- Çok daha düşük erime sıcaklıkları vardır.
- Elektriksel olarak izole edici özelliklere sahiptirler.

### 2.4.3. Termoset polimerler

Tekrarlı ısıtma çevrimlerine maruz bırakılamazlar. Başlangıçta ısıtıldıklarında yumuşayıp kalıbın içine akabilirler. Yüksek sıcaklıklar, malzemeyi erimeyen bir katı kütle halinde sertleştiren kimyasal bir reaksiyon oluşturur. Tekrar ısıtıldıklarında ise, termosetler bozunur ve yumuşamak yerine kömürleşir.

Termoset polimerler, yüksek çapraz bağlanmış üç boyutlu kovalent bağlı yapısı ile ayırt edilir. Çapraz bağlanmayla ilgili kimyasal reaksiyonlar sertleşme veya bütünleşme olarak adlandırılır. Gerçekte oluşturulan parça (örn. cezve sapı, elektrik priz kapağı vs.) büyük bir makro molekül haline gelir. Her zaman amorfurlar ve camlaşma geçiş sıcaklıkları yoktur. Genel olarak özellikleri şu şekildedir:

- Isı etkisiyle yanarak kömürleşir, dolayısıyla yeniden şekillendirilemezler.
- Genelde polikondasasyon ile üretilir, yan ürün verirler.
- Camlaşma sıcaklığını altında ve üstünde gevrekleşirler.
- Daha çok kompozit üretiminde kullanılırlar. (Epoksi, polyester, bakalit gibi)
- Rijit–elastisite modülleri termoplastiklerinkinden iki veya üç kat daha büyüktür.
- Gevrek, fiilen sıfır sünekliğe sahiptirler.
- Termoplastiklere göre yaygın çözücüler içinde daha az çözünebilirliğe sahiptirler.
- Termoplastiklere göre daha yüksek servis sıcaklıklarına sahiptirler. Yeniden eritilemezler bunun yerine bozunur ve yanarlar.
- Isıl sertleşir plastikler diye de bilinirler.
- Kovalent bağlarla, üç boyutlu olarak bağlandıkları için oldukça rijit bir yapıya sahiptirler.
- Çapraz bağlantılarla sertleştikleri için ısıtıldıklarında çözünmezler ve erimezler.
- Sıvı halde bulunan termoset plastikler, monomer moleküllerin kimyasal reaksiyonlar sonucunda yanıl bağların birbirine bağlanmasıyla elde edilirler.
- Termoset plastikler, termoplastikler gibi tekrar tekrar kullanılmazlar fakat yeniden üretim sürecine sokulabilirler.

#### 2.4.4. Elastomerler

Nispeten düşük mekanik gerilmelere maruz bırakıldıklarında son derece büyük elastik uzama kabiliyeti gösteren polimerlerdir. Bazı elastomerler başlangıç boyunun 10 katına kadar uzatılabilir ve tekrar başlangıçtaki boyuna dönebilirler. Özellikleri termosetlerden oldukça farklı olmasına rağmen, molekül yapıları termoplastiklerden çok termosetlerinkine benzerdir. Elastomerler, termosetler gibi çapraz bağlı olan uzun zincir

moleküllerinden oluşur. Küçük kuvvetler etkisinde çok büyük elastik deformasyonlar meydana gelir.

Çok yüksek elastiklik gösterirler (doğal kauçuk ve lateks gibi). Vulkanizasyon yardımıyla molekül zincirleri arasında çapraz bağ oluşturulur ve lastik içinde üretilerek dayanımı artırılır (silikon, lastik gibi).

## 2.5. Nanoelyaf Üretim Teknikleri

Nanoelyaf nano boyutta olup ipliksi görünüme sahip olan ve nanoteknoloji çalışmalarında elde edilen yapılardan biridir. Genellikle nano elyafların çapı bir mikrondan daha ince ve mikroskop olmaksızın çıplak gözle görülemezler. Nano elyafların çapı '1 mikron ve altındaki lifler' olarak da tanımlanabilir.

Nanoelyaf üretiminde birçok yöntem kullanılabilir olmasına rağmen en çok kullanılan yöntem, elektro eğirme tekniğidir. Elektro eğirme yöntemi ile nanoelyaf üretimini diğer yöntemlerden ayıran en önemli özellik, prosesin sürekli ve tekrarlanabilir olmasıdır. Elektro eğirme yöntemi ve bu yöntem ile nanoelyaf üretimi 3. bölümde detaylı olarak anlatılacaktır.

Polimerik nanoelyafların üretim yöntemleri şu şekildedir:

- Çekme - Çizme (Drawing)
- Kalıp ile Sentezleme (Template Sentezi)
- Faz Ayrışması (Phase Separation)
- Kendi Kendine Toplanma (Self-Assembly)
- Elektrospinleme (Electrospinning)
- Kimyasal Buhar Çöktürme (CVD)
- Lazer Buharlaştırma
- Eriyik Püskürtme Yöntemi

## 2.6. Litaratürdeki Benzer Çalışmalar

M. Ekrem (2017) tarafından elektro eğirme yöntemi ile ağırlıkça % 1, % 3 ve %5 oranlarında çok duvarlı karbon nanotüp katkı-katkısız polivinil alkol (PVA) nanoelyaf üretimi gerçekleştirilmiştir (Ekrem, 2017). ÇCKNT katkı-katkısız üretilen bu elyafların çekme dayanımı, elastiklik modülü ve uzama miktarları, sabit çekme hızı altında çekme testleri ile incelenmiştir. Üretilen nanoelyaflar PVA ve ÇCKNT ile birleştirilerek oluşan sistemde meydana gelen kimyasal değişiklikler ve etkileşimler üzerinde Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FT-IR) ve Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC) analizleri yapıldı. Ek olarak, taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri, takviyeli-takviyeli olmayan PVA çözeltilerinin fiziksel özelliklerini belirlemek ve nanoelyafların spesifikasyonunda ağa bağlanmış polimerlerin yüzey porozitesini izlemek için de incelenmiştir. Ağırlıkça % 1 oranında ÇCKNT ile takviyelendirilmiş PVA nanoelyaflar ile ÇCKNT ile takviye edilmemiş PVA nanoelyaflar kıyaslandığında, elastiklik modülü ve toklukları sırasıyla, % 88 ve % 12 oranında artmıştır. SEM morfolojisi incelendiğinde, nanoelyafların çapları ÇCKNT oranının artmasıyla azalmıştır. Ayrıca, hiçbir boncuklanma gözlemlenmemiş ve ağırlıkça % 1 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmesinde uzun elyaf üretimi yapılmıştır. Ayrıca ağırlıkça % 1 oranında ÇCKNT ile takviye edilmiş nanoelyafların ideal çaplara sahip olduğu anlaşılmıştır. Ağırlıkça % 1 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaflar ve katkısız PVA nanoelyaflar sünek bir davranış sergilemiş ve kırılmalar meydana gelmiştir. Ancak, ağırlıkça % 3 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaflar ve ağırlıkça % 5 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaflar kırılğan bir şekilde kırılmıştır. Kısa elyaf oluşumu ve kırılmaya başlanması, ÇCKNT oranlarındaki artıştan dolayı nanoelyaflarda boncuklanma etkisiyle kırılğan kırılma ile sonuçlanmıştır.

Naebe ve ark, (2007) tarafından elektro eğirme yöntemiyle üretilmiş PVA nanoelyaflar ve ağırlıkça % 4.5 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaflar ile takviyeli edilmiş nanokompozit malzemeler üretilmiştir (Naebe ve ark., 2007). Karbon nanotüplerin ve elektro eğirme sonrası işlemlerin neden olduğu PVA morfolojisi değişiminin, nanoelyafların gerilme özellikleri, yüzey hidrofiliği ve termal stabilite üzerindeki etkilerini incelemiştir. Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) ve geniş açılı X-ışını kırınımı (WAXD) karakterizasyonları sayesinde, ÇCKNT katkı PVA nanoelyaflarında karbon nanotüplerin PVA'nın kristalleşmesine neden

olduğunu ve dolayısıyla elyaf gerilme mukavemetini önemli ölçüde iyileştirdiğini gözlemlemiştir. Aynı zamanda, PVA'da karbon nanotüplerin varlığı, elyaf çapını ve nanoelyaf yüzey hidrofilitasını azaltmıştır. Ek olarak, karbon nanotüplerin varlığı, kompozit nanoelyafların başlangıçta bozulma sıcaklığını düşürdü, fakat eğirme sonrası işlem görmüş nanoelyaflar için termal bozulmayı stabilize etti. Bu çalışma, PVA'nın karbon nanotüpler tarafından çekirdeklenmesinin kristalleşmesinin, elektrospun KNT/PVA kompozit nanoelyaflarında da gerçekleştiğini doğrulamıştır. Bu çekirdeklenme kristalizasyon işleminin, elektrospunleme öncesinde gerçekleşmesi daha muhtemeldir, çünkü elektrospunleme sırasında hızlı elyaf gerilmesi ve katılma işlemi, PVA'nın karbon nanotüp etrafında kristalleşmesi için çok sınırlı bir süre sağlar. Karbon nanotüplerin mevcudiyetine bağlı olarak kristallikteki artış, gerilme mukavemetini önemli ölçüde arttırdı, ancak KNT/PVA nanoelyafların kırılmasındaki gerilimi hafifçe azalttı. Tüm kompozit nanoelyaflar, PVA nanoelyafı muadillerine göre daha yüksek çekme dayanımına sahiptir. Herhangi bir eğirme sonrası işleme tabi tutulmadan, ÇCKNT/PVA nanoelyafın gerilme mukavemeti 4.24 MPa idi, saf PVA ile kıyaslandığında yaklaşık %36.3 daha yüksek çıkmıştır. Eğirme sonrası işlemler çekme dayanımını arttırdı.

Bin-Jie Xin ve Wenjie Chen (2012) tarafından yapılan araştırma ve çalışmalarda elektro eğirme yöntemiyle üretilmiş olan ÇCKNT ile takviye edilmiş polisülfonamid (PSA) elyafların morfolojisi, yapısı ve özellikleri sistematik olarak incelenmiştir. Deneysel sonuçlar, elektro eğirme yöntemiyle üretilmiş PSA elyafının çapının, ÇCKNT'lerin harmanlanmasıyla arttığını ve kristalliliğinin azaldığını göstermektedir. PSA/ÇCKNT elyafların hem iletkenliği hem de mekanik özellikleri, ÇCKNT'lerin ağırlıkça % 5 oranında ÇCKNT'nin altındaki bir konsantrasyonda karıştırılmasıyla geliştirilmiştir. Elektrospun elyafların ısıl davranışı, Termogravimetrik Analiz (TGA) vasıtasıyla ÇCKNT konsantrasyonlarından etkilenmiştir. Yeni geliştirilen PSA/ÇCKNT kompozit nanoelyaf, normal PSA elyaflarına kıyasla mükemmel termal stabilite ve mekanik özelliklere sahip olduğu görülmüştür. Yapılan bu çalışmada, farklı konsantrasyonlarda ÇCKNT konsantrasyonlarına sahip PSA/ÇCKNT kompozit elyafları elektrostatik olarak verildi. ÇCKNT'lerin elyafların morfolojisi ve özellikleri üzerindeki etkileri incelenmiştir. Deneysel sonuçları şöyle özetlenebilir:

- ÇCKNT'lerin eklenmesi, ortalama PSA elyaf çapının artmasına ve daha kabaca bir elyaf yüzeyinin oluşmasına neden olabilir. ÇCKNT konsantrasyonu ağırlıkça % 1 oranından % 5 oranına yükseldikçe elyaf ortalama çapı bir miktar artar;
- ÇCKNT'lerin eklenmesi, PSA liflerinin kristallliğini azaltır;
- ÇCKNT konsantrasyonu ağırlıkça % 1 oranından % 5 oranına yükseldiğinde PSA elyaflarının iletkenliği giderek artar;
- ÇCKNT konsantrasyonunun ÇCKNT'lerin ağırlıkça % 3 oranının altına düşmesiyle birlikte elyaf mekanik özelliklerinde bir artış görülebilir. ÇCKNT'nin ağırlıkça % 3 oranının üzerinde, PSA elyaflarının kopma mukavemeti azalır. Ağırlıkça % 7 oranında ÇCKNT konsantrasyonunda, PSA/ÇCKNT elyafının mekanik dayanımı, elektrospun saf PSA elyaflarınınkinden bile daha düşük olabilir;
- ÇCKNT'ler, elyafların termostabilitesini etkili bir şekilde artırabilir.

Son zamanlarda, elektrospun polimer/nano-tanecikli elyafları kullanan fonksiyonel nanokompozitlerin geliştirilmesine odaklanan birçok çalışma yapılmıştır. Harmanlanmış polimerin ve fonksiyonel parçacıkların elektrospunlenmesi ile bazı yeni çok işlevli elektrospun elyafları geliştirilmiştir. Bu nano partiküller arasında, karbon nanotüp (KNT), mükemmel elektriksel iletkenlik özellikleri ve mekanik özellikleri nedeniyle büyük dikkat çeken, en umut verici olanıdır.

Zhou ve arkadaşları, ÇCKNT (çok duvarlı karbon nanotüpler) içeren PEO (polietilen oksit) ve PVA (polivinil alkol) nanoelyaflarını hazırlamak için elektro eğirme yöntemini kullandı ve ÇCKNT'ler ile polimer matrisi arasındaki etkileşimin bir araştırmasını yaptı. ÇCKNT'lerin nanoelyaflara yerleştirilebileceğini ve elektrospun nanoelyafların eksenleri boyunca iyi yönlendirilebileceğini buldular.

Ra ve arkadaşları, KNT'lerin PAN (poliakrilonitril) elyafının iletkenliği üzerindeki etkisini araştırdı. Elektrospun elyaflarının hem iletkenliğinin hem de morfolojisinin KNT konsantrasyonundan etkilenebileceğini buldular. Sen ve arkadaşları, TÇKNT'leri (tek cidarlı karbon nanotüpler) PS (polistiren) çözeltisiyle harmanladı ve PS/KNT'lerin nanoelyaflarını elektrospun haline getirdi.

2009 yılında, Saeedeh Mazinani ve arkadaşları, KNT'lerin PS başlangıç elektrospinning çözeltisindeki dispersiyonunu inceledi ve elektrospun PS/KNT

matlarının farklı KNT içeriklerine sahip olan elektriksel özelliklerini ve mekanik özelliklerini değerlendirdi.

Min Jee Kim ve arkadaşları tarafından (2010) ÇCKNT'nin üstün özelliklerini kullanmak için yaptıkları çalışmada, ÇCKNT poli (etilen glikol) (PEG) zincirleri ile kovalent olarak aşılandı ve PEG ile edilmiş ÇCKNT içeren PVA nanoelyafları elektro eğirme yöntemi ile hazırlandı. Doza göre, ÇCKNT ilk olarak karboksil gruplarını taşıyacak şekilde kimyasal olarak oksitlendi ve etanolde PEG moleküllerle ardışık olarak reaksiyona sokuldu. PEG ile ÇCKNT, sulu PVA çözeltisi ile karıştırıldı ve elektrospinleme yapıldı. ÇCKNT'nin PEG tarafından yüzey modifikasyon derecesi, FT-IR, XPS ve TGA ile ayrıntılı olarak incelenmiştir. El değmemiş ÇCKNT ile karşılaştırıldığında, PEG ile ÇCKNT, aglomerasyon olmadan muntazam bir şekilde dağılmış PVA nanoelyafları idi. PVA nanoelyaflarda PEG ile ÇCKNT'nin artan dispersiyonu nedeniyle, PEG ile ÇCKNT'li nanoelyafların elektrik iletkenliği (ağırlıkça % 1.0), bozulmamış ÇCKNT'li (ağırlıkça % 1.0) nanoelyaflarınki ile karşılaştırıldığında % 4 büyüklükte artmıştır.

Phong ve arkadaşları (2013) yaptıkları çalışmada nano PVA elyafların karbon elyaf/epoksi kompozitlere eklenmesiyle oluşan kompozit malzemenin mekanik performansını araştırmışlardır (Phong ve ark., 2013). Çapı yaklaşık 40-80 nm olan nano polivinil alkol elyafları (nPVA) elektro eğirme tekniği kullanarak imal edildi. Tamamen kurduktan sonra, nPVA karbon elyaf takviyeli (KET) epoksi matris kompozitlerin arasına dağıtıldı. nPVA ağırlıkça % 0.03, 0.05 ve 0.1 içeren KET/Epoksi matris takviyeli kompozitleri çekme, Mod-I kırılma tokluğu ve gerilme/çevrim sayısı gibi yorulma testleri farklı mekanik testlerle karakterize edilmiştir. Test sonuçları nPVA içeriğinin ağırlıkça % 0.1 oranında, Mod I tabakalar arası kırılma tokluğunu önemli ölçüde hem çatlak başlangıcında % 65 hem de çatlak ilerlemesinde % 73 geliştirdiğini göstermiştir. Çekme mukavemeti az oranda artarken yorulma ömrü ise önemli ölçüde yüksek çevrimli yorulmada takviyelenmemiş kompozit olanlardan 10-30 kat daha uzun artmıştır.

Elektro eğirme yöntemiyle üretilen polimer nano elyaflar porozlu yapıya sahiptirler. Polimer nano elyafların rastgele yönlenmesi gözenekli bir yapının oluşmasına ve yüksek bir yüzey alanına yol açmaktadır. Nano elyafların porozlu bir karakteristik göstermesi, önemli bir şekilde geçirgenliği sağlayarak reçine akışını kolaylaştırmaktadır. Bu durum takviye edici yapının tamamen ıslatılmasını sağlamaktadır. Aynı zamanda bu yapıya sahip nano elyaflar kompozit malzemelerde

kırılma tokluğunu artırmaktadır. Kompozit prepreglerin yüzeyine yerleştirilen nano elyaflara ön ıslatma yapılması reçinenin tamamen katılaşmamasına neden olmaktadır. Karbon dokuma kumaşların üzerine doğrudan nano elyaflar yerleştirildikten sonra epoksinin ilave edilmesi reçine tabakasının tamamen ıslatılmasını sağlamaktadır (Zhang ve ark., 2009).

Yapılan bu tez çalışması farklı oranlarda ÇCKNT'lerin nanoelyaflar içerisinde homojen bir şekilde dağılmasını mümkün kılarak buna benzer nano katkı malzemelerinin nanoelyaflar ile entegre edilmesinin önünü açmıştır. Böylece nanoelyaflar kendi özellikleriyle birlikte nano katkı maddelerden dolayı çok fonksiyonel özellikler sergileyebilecektir. Buna ek olarak, ileri konanompozit malzeme üretiminde endüstrinin beklentilerine cevap vermek adına nanoelyaf ve nano katkı madde kullanılarak yeni bir malzeme üretimi gerçekleştirilmiştir. Sonuç olarak bu tez çalışması yeni nesil nanokompozit malzemelerin üretimi, uygulamadaki yeri, literatür ve ulusal düzeyde istenilen malzeme konsepti bakımından beklentilere cevap vermektedir. Aynı zamanda gelecek çalışmalar ve ileride yapacağımız çalışmalara ön adım olmaktadır. İlâveten, yapılacak olan tez, proje vs. gibi yeni nesil nanokompozit çalışmalara ışık tutacaktır.

### 3. ELEKTRO EĞİRME YÖNTEMİ VE NANOELYAF ÜRETİMİ

#### 3.1. Giriş

Elektro eğirme yöntemi, başlıca polimer, kompozit ve seramik malzemeler kullanılarak nano boyutta elyaflar üretmek için tercih edilen yalın ve etkili üretim yöntemidir. Bu yöntem, elektriksel olarak yüklenmiş sıvı polimer çözeltisinin, topraklanmış bir yüzey üzerinde sürekli elyaf formunda konumlanması temeline dayanır (Andrady, 2008). Temel üretim materyali polimer olan nanoelyaf üretiminde öncelikli tercih edilen teknik elektro eğirme tekniğidir. Elektro eğirme tekniği, akışkanlar dinamiği, polimer kimyası, temel fizik, elektrik fiziği, makine ve tekstil mühendisliği disiplinlerini içeren bir tekniktir (Kozanoğlu, 2006). Bu teknikle çeşitli polimer esaslı materyallerden, elyaf çap kalınlıkları 1 µm ve üzerine kadar kesintisiz nanoelyaflar üretilmektedir (Huang ve ark., 2003).

Yeni bir teknoloji olmamakla beraber elektro eğirme tekniği, 17. yüzyıl başlarında, William Gilbert'in manyetizma alanında araştırmalarını yaparken, elektromanyetizmanın sıvılar üzerine etkisini dikkatli ve planlı incelemesiyle ortaya çıkmıştır (Kataphinan, 2004). Yirminci yüzyılın başlarında, farklı çözeltileri inceleyen Zeleny, sıvının viskozitesi ile yüzey gerilimini yenmesi gereken elektriksel gerilim arasında doğrudan bir bağlantı olduğunu ispat etmiştir (Üstündağ, 2009).

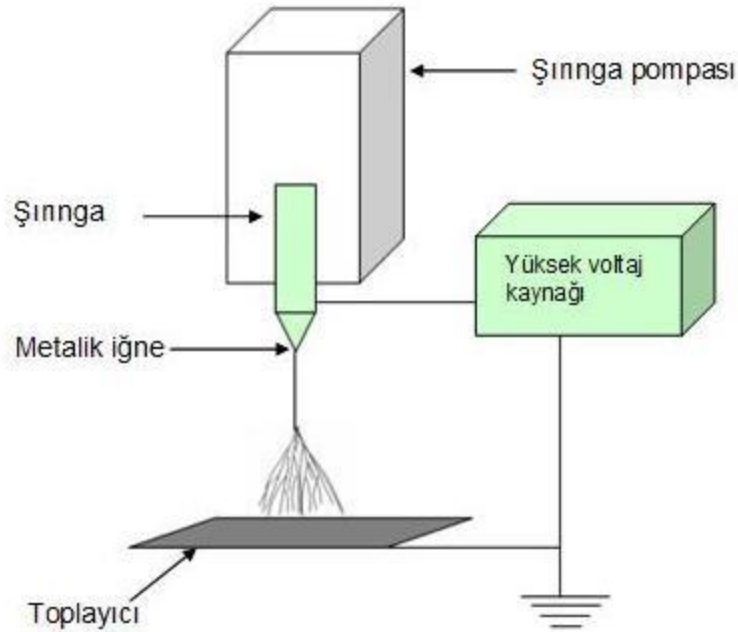
Elektro eğirme tekniği kullanılarak elyaf üretimine ile ilgili, 1934 yılında Anton Formhals tarafından, çözeltilen çapı mikrometre boyutlarında olan selüloz asetat elyaflar üretilerek patent alınmış fakat teknik ticari olarak kullanılmamıştır (Kozanoğlu, 2006). 1960'lı yıllarda Taylor, jet oluşumu hakkında araştırmalar yapmaya başlamış ve elektriklenmiş sıvıların temel teorik ilkelerini belirtmiştir. Taylor tarafından, iki sıvı arasındaki konik ara yüzeyin elektrik alan içinde dengede olduğu gösterilmiştir (Kozanoğlu, 2006). 1971'de Baumgarten, ilk defa çapı 1 mikrondan düşük olan elyafların üretimini gerçekleştirmiştir. Bu gelişmeden sonra araştırmacılar tarafından nanoelyafların üretilmesi ve yapısal özellikleri hakkında araştırmalar yapılmaya başlanmıştır (Lyons, 2004).

Çeşitli bilim ve birçok mühendislik dallarına hitap etmesinden dolayı araştırmacılar tarafından ilgi odağı olan elektro eğirme yöntemi ile ilgili akademik çalışmalar, 1990 yılı sonrasında ivme kazanmıştır.

### 3.2. Elektro Eğirme Üretim Yöntemi

Eğirme, ipliği burkup ince, mukavemetli ve yönlendirilmiş uzun iplik elde etmek için kullanılan tekniktir. Koyun, keçi gibi yün veren hayvanlardan elde edilen doğal elyafların hazırlık işlemleri yapıldıktan sonra, elle bükülerek uzun iplikçikler yapılır. Bu iplikçikler daha sonra eğirgeç adı verilen bir alete sarılarak tekrar bükülür. İplikçikler, bu işlem sonunda hem mukavemet kazanır, hem de uzun iplikçik elde edilmiş olur.

Elektro eğirme yöntemi, eğirme işleminin elektrik potansiyel farkı vasıtasıyla yapılmasıdır. Uzun ve sürekli nanoelyaf üretilebilmesi ve prosesin tekrarlanabilmesi nedeniyle üzerinde en çok çalışılan ve geliştirilen nanoelyaf üretim yöntemidir. Elektro-eğirme yöntemi, dolu ve boşluklu içyapılı, sürekli, sabit çapta ve polimer, kompozitler veya seramikler gibi farklı materyallerden nanoelyaf üretiminde tercih edilmektedir. Diğer yöntemlerden farklı olarak bu teknik ile bir boyutlu nanoyapıların oluşturulması; polimer çözeltisinden oluşan viskoelastik jetin tek eksenli uzaması olayına bağlıdır.

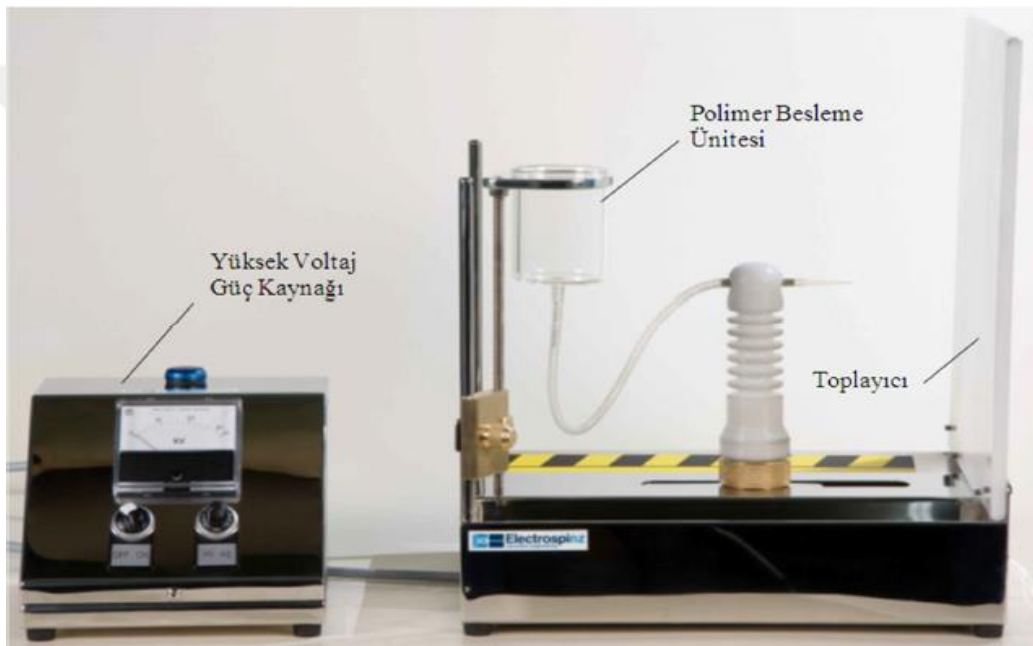


Şekil 3.1. Elektro eğirme tekniğinin şematik gösterimi (Anonim)

Elektro eğirme cihazı genel olarak üç kısımdan oluşmaktadır (Şekil 3.1). Bunlar yüksek voltaj güç kaynağı, polimer besleme ünitesi (metalik iğne) ve toplayıcı altlıktır. Yüksek voltaj elde etmek için alternatif akımın da (AC) kullanılabilir olmasına rağmen genellikle doğru akım (DC) güç kaynağı kullanılır. Yüksek voltaj güç kaynağı,

elektro eğirme için gerekli olan kuvveti sağlamak ve prosesi sürdürebilmek için kullanılmaktadır.

Polimer besleme ünitesi; şırınga pompası ve içerisinde polimer çözeltisi bulunan şırınga ve bu şırınganın ucundaki lüleden oluşmaktadır (Şekil 3.2). Şırınga pompası polimer çözeltisini belirli, sabit ve kontrol edilebilir bir debide lüleye göndermek için kullanılır. Lüle, genellikle güç kaynağının negatif kutbuna bağlanır. Toplayıcı için genellikle düz plakalar kullanılır. Bununla beraber farklı amaçlar için (homojen nanoelyaf için tambur tip toplayıcı) farklı özellikte toplayıcılar da kullanılmaktadır. Toplayıcı genellikle güç kaynağının pozitif kutbuna bağlanır ve topraklanır.



Şekil 3.2. Elektro eğirme cihazının basit gösterimi (Anonim)

Yüksek gerilim uygulandığında lüle ucunda askıda olan polimer damlacığı elektriklenir ve indüklenmiş olan yük damlacık yüzeyine eşit olarak dağılır (Xia ve ark., 2004). İşlem sırasında lüle ucundan çıkan damlacığa etki eden kuvvetler; yerçekimi, yüzey gerilmesi ve elektriksel gerilme kuvvetleridir (Şekil 3.3). Bu kuvvetler birbirlerini dengeleyerek lüle ucunda Taylor konisini oluşturur ve tüm kuvvetlerin birbirini dengelemesine bağlı olarak damla veya sıvı jet oluşur. Bu elektriklenmiş jet hızla uzayarak uzun ve ince ipliksi yapı oluşur. Sıvı jetin sürekli uzaması ve çözücünün buharlaşması neticesinde elyaf çapı mikrometre seviyesinden yüz nanometre gibi değerlere düşer. Böylece nanometre boyutlarında sürekli elyaflar elde edilir.

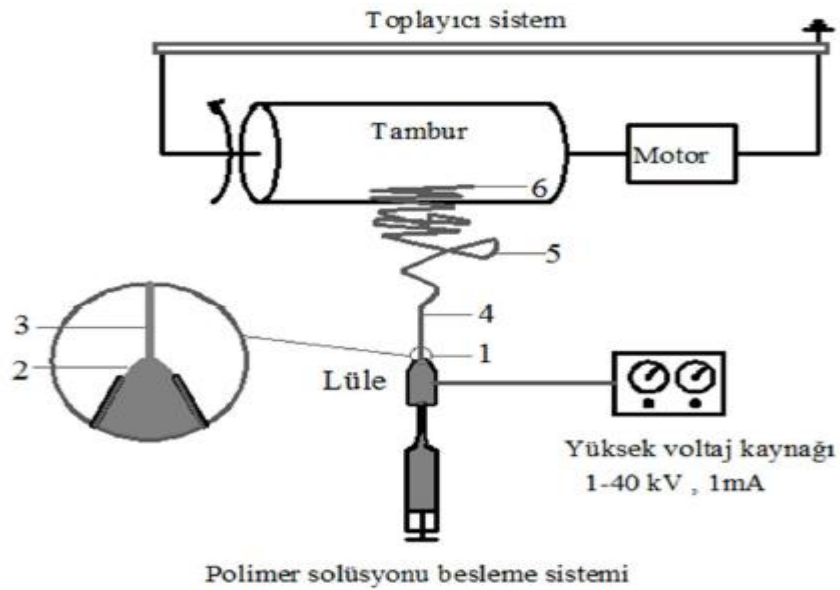


Şekil 3.3. Taylor konisinin oluşumuna etki eden kuvvetlerin şematik gösterimi.

### 3.3. Elektro Eğirme Üretim İşlemleri

Elektro eğirme tekniğiyle nanoelyaf üretim işlemleri aşağıdaki belirtildiği gibi altı kısımda incelenecektir (Şekil 3.4).

- I. Damlacık eldesi,
- II. Taylor konisi eldesi,
- III. Elektro eğirme jetinin eldesi,
- IV. Kararlı bölgede jetin uzaması,
- V. Kararsız bölgenin eldesi,
- VI. Elyaf biçiminde katılaşması,



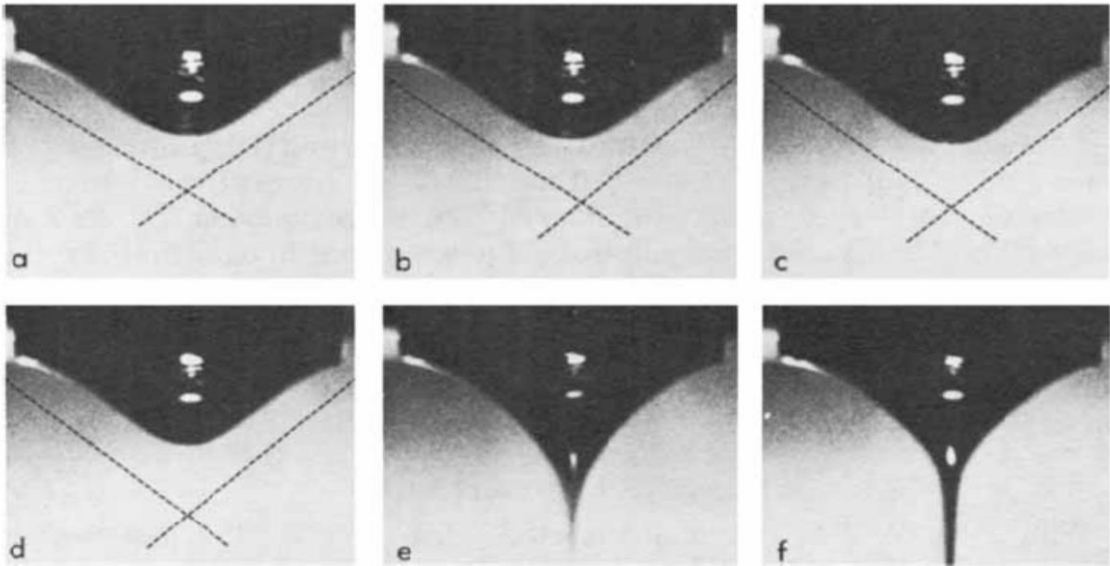
Şekil 3.4. Elektro eğirme tekniğiyle nanoelyaf üretim işlemlerinin şematik gösterimi (Anonim)

### 3.3.1. Damlacık eldesi

Elektro eğirme yönteminin ilk mertebesinde çözelti şeklindeki sıvı polimer, genellikle perküzyon pompası vasıtasıyla bir lüle ucundan çok düşük debilerde sisteme iletilir. Elektrik alanının sistemde aktif olmadığı ve uygulanmadığı anda lüleye bağlı kılcal borunun ucunda bir damlacık elde edilir ve bu damlacık yer çekimi kuvveti sayesinde düşer. Bu anda damlacığa yalnızca iki kuvvet tesir etmektedir. Bu iki kuvvetten ilki sıvının yüzey gerilimi iken diğeri yer çekimi kuvvetidir (Andrady, 2008).

### 3.3.2. Taylor konisi eldesi

Lüleye bağlı kılcal borunun ucunda askıda bulunan çözelti damlacığı, yüzey gerilimi kuvvetlerinin tesiriyle belirli bir voltaj değerine kadar küresel biçimde bulunur (Şekil 3.5 a,b,c). Uygulanan bu voltaj belirli bir değere vardığı durumda, elektrostatik kuvvetler, yüzey gerilimi ve yerçekimi kuvvetlerine eşitlenir. 1960'lı yıllarda Taylor tarafından, iki sıvı arasındaki konik ara yüzeyin elektrik alan içinde dengede olduğu gösterilmiştir. Bu noktada polimer damlacığı şeklini yenileyerek koni şeklini alır ve koni açısı  $50^\circ$  olur (Şekil 3.5d). Bu oluşan koni Taylor konisi olarak adlandırılır (Kozanoğlu, 2006).



**Şekil 3.5.** Artan voltajın etkisi ile polimer damlacığının Taylor konisi formuna geçişi ve jet oluşumu (a),(b),(c),(d) voltajın artmasıyla lüle ucundaki damlacık formunun değişimi, (e) kritik voltaj seviyesinde iken polimer jetinin fişkırması, (f) kritik voltaj değerinden sonraki polimer jeti (Kozanoğlu, 2006)

### 3.3.3. Jet eldesi

Elde edilen polimer damlacığı Taylor konisi şeklini almasından itibaren, gerilimdeki küçük bir artışa bağlı olarak koni ucundan jet biçiminde fişkirir (Şekil 3.5e) (Kozanoğlu, 2006; Andradý, 2008).

### 3.3.4. Kararlı bölgede jetin uzaması

Kararlı bölgede jetin uzaması durumu Şekil 3.4' de 4 numara ile gösterilmiştir. Polimer çözeltilisine verilen voltaj, kritik voltaj değerine ulaştığı durumda aniden jet oluşumu gerçekleşir (Şekil 3.5f). Elde edilen polimer jetinin yüzeyindeki yüklerin coulomb itme kuvvetleri, jeti toplayıcıya doğru uzatan aksenal bir bileşene sahiptir. Akışkan hızı ölçüm değerleri dikkate alındığında, Taylor konisinden uzaklaştıkça jet hızının yanı sıra jet hızının değişimi de artış göstermektedir. Kısacası Taylor konisinden baş gösteren jet, ilerledikçe hızlanarak bir müddet lineer bir doğrultuda ilerlemektedir.

### 3.3.5. Kararsız bölgenin eldesi

Kararsız bölge aynı zamanda Whipping kararsızlığı olarak adlandırılmaktadır. Bu kararsız bölgenin elde edilmesi anında polimer jeti, takip ettiği kararlı yolun akabinde Şekil 3.4'te (5) numara ile gösterilen kararsız bölgeye girer. Kullanılan polimer çözeltisinin, özelliğine bağlı ve sistem değişkenleri ile ilişkili olarak değişebilen üç kararsızlık durumu bulunmaktadır. Jet, bu üç kararsızlık durumlarından en az birini gösterebildiği gibi tüm kararsızlık durumlarını da gösterebilir. Bu kararsızlık durumları; (1) klasik Rayleigh kararsızlığı, (2) aksenal simetrik elektrik alan akımı ve (3) whipping kararsızlığıdır. Elektro eğirme tekniğinde sıklıkla yaşanan kararsızlık hali whipping kararsızlığıdır. Whipping kararsızlığının elde edilmesinin nedeni, jet yüzeyindeki kuvvetlerin karşılıklı biçimde birbirlerini itmesiyle meydana gelen ve jette merkezden radyal bir şekilde görülen burulma oluşmasıdır. Jet, toplayıcı plakaya yakınlaştığında ise ana jetten ayrılan küçük jetler oluşur. Küçük jetlerin oluşmasının sebebi ise radyal yüklerin birbirini itmesi neticesinde ana jetten ayrılması olarak bahsedilmiştir. Jet yeterince inceldiğinde ve viskoelastik kuvvetler yeterince sönmüldüğünde yeni whipping kararsızlıkları oluşur. Bu kararsızlık hali ise ikinci whipping kararsızlığı olarak adlandırılır (Kozanoğlu, 2006).

Kararsız bölgede yüklü polimer jetine altı kuvvet etki eder. Bu kuvvetlerden bir kısmı damlacığın deforme olmasını ve jet oluşumunu desteklerken bir kısmı da tersi yönde çalışarak damlacığın akışına engel olur.

Whipping kararsızlığında yani kararsız bölgede jete etki eden kuvvetler;

- a. **Yer çekimi kuvveti ( $F_g$ ):** Çözeltinin yoğunluğuna bağlıdır ve modellemelerde genellikle ihmal edilen bir kuvvettir.
- b. **Elektrostatik kuvvet ( $F_E$ ):** Jetin uzamasını ve toplayıcıya doğru ilerlemesini sağlayan kuvvettir. Bu kuvvet, uygulanan elektrik alan ve materyal karakteristiği ile tanımlanır.
- c. **Coloumb itme kuvveti ( $F_C$ ):** Jetin yüzeyinde kararsızlığa ve spiral hareketlere sebep olur. Bu kuvvetin miktarı, polimerin ve çözücünün karakteristiklerine bağlıdır.
- d. **Viskoelastik kuvvetler ( $F_V$ ):** Jetin uzama ve ilerleme doğrultusuna karşı olacak şekildeki kuvvettir. Polimerin tipine, molekül ağırlığına ve çözücüye bağlıdır.
- e. **Yüzey gerilimi kuvvetleri ( $F_\gamma$ ):** Polimer jetinin çekilmesine karşı yönde etki eder. Çözücü tipine, polimere ve katkı maddelerine bağlıdır.
- f. **Sürtünme kuvvetleri ( $F_F$ ):** Polimer jetinin yüzeyi ile onu çevreleyen hava veya gaz arasında oluşan sürtünme kuvvetleridir (Andrady, 2008).

Elektro eğirme anında bütün bu kuvvetler dengede olup, denklem 3.1' de ki denklemde ifade edildiği gibi yazılır. Yer çekimi kuvveti, elektro eğirmenin aşağı ve yukarı doğrultuda yapıldığına veya yatay yönde yapılmasına bağlı olarak denklemdeki eşitliğin sağında, solunda olabilir veya hiç olmayabilir. Eğer elektro eğirme işlemi aşağıdan yukarıya doğru yapılıyorsa denklem 3.1' deki gibi yazılır. Eğer elektro eğirme işlemi yatay doğrultusunda yapılıyorsa bu kuvvet denklemde yazılmaz. Çünkü yer çekimine karşı bir kuvvet gerekmemektedir.

$$\vec{F}_C + \vec{F}_E = \vec{F}_F + \vec{F}_\gamma + \vec{F}_V + \vec{F}_g \quad (3.1)$$

Yapılan hesaplamalar ve araştırmalar sonucunda, yüksek gerilim uygulandığında polimer jet hızının, toplayıcıya yaklaştıkça ses yayılma hızına (340 m/s) ulaştığı tespit

edilmiştir. Polimer jeti toplayıcıya yaklaştıkça elektriksel kuvvet etkisiyle hızlanırken buna bağlı olarak viskoz direnci de giderek artmaktadır. Viskoelastik kuvvetlerinin, elektrostatik kuvvetlerinden büyük olduğu anda polimer jeti istikrarlı olmayan bir harekete başlamaktadır. Bu durumda, oluşan hafif bir hava türbülansı bile salınımına neden olmaktadır (Kozanoğlu, 2006).

### 3.3.6. Elyaf biçiminde katılma

Polimer jeti kararsız bölgede ilerlerken jet alanının hızlı şekilde artması sonucunda kütle hızlarının artmasına bağlı olarak çözültide bulunan çözücünün buharlaşması gerçekleşmektedir. Yüksek buharlaşma hızında bir çözücü kullanıldığında jetin uzama viskozitesi, deformasyonu sağlamak için çok yüksek kalacaktır. Buna bağlı olarak whipping kararsızlığı kısa zamanda son bulacak ve daha kalın nanoelyaf üretilecektir. Kullanılan çözücünün uçuculuğu, elyaf çapını belirlemede önemli bir rol üstlenir. Uygun bir çözücünün seçimi, uygun proses parametrelerinde çok küçük nanoelyaf elde edilmesini sağlar (Andrady, 2008).

### 3.4. Elektro Eğirme Tekniğine Etki Eden Parametreler

Bu teknik ile yüksek yüzey alanı/hacim ve uzunluk/çap oranında ve elyaf çapı 10 ile 100 nm boyutları arasında nanoelyaf ve nanotüp üretimi gerçekleştirilmektedir. Bunun yanı sıra; elektro eğirme tekniği, elyaf üretim parametrelerinde değişiklikler yapılarak çeşitli özelliklerde nanoelyaf üretimine olanak sağlamaktadır. Üretilecek nanoelyafalarda istenilen özellikleri oluşturabilmek için üretim parametrelerinin çok iyi şekilde incelenmesi ve elektro eğirme sürecinin dikkatli ve kontrollü şekilde yapılması gerekmektedir. Elektro eğirme yönteminin nanoelyaf üretiminde birçok avantajı bulunmasına rağmen üretim sürecine etken olan birçok parametre olmasından dolayı kontrollü şekilde sürecin yönetilmesi oldukça zor bir üretim tekniğidir. Elektro eğirme yöntemiyle üretilecek olan elyafların yapısını ve biçimini belirleyen ölçütler çizelge 3.1'de belirtilmiştir.

Elektro eğirme tekniğinde, üretim aşamalarına ve üretilecek elyafın özelliklerini etkileyen parametreler çözülti, işlem ve çevre parametreleri olmak üzere genel anlamda üç kısımda incelenebilir (Çizelge 3.1).

**Çizelge 3.1.** Elektro eğirme tekniğine etki eden parametreler

<b>Çözelti Özellikleri</b>	<b>İşlem Parametreleri</b>	<b>Çevre Etkenleri</b>
Moleküler ağırlık ve viskozite	Uygulanan voltaj	Sıcaklık
Yüksek gerilim kuvveti	Çözelti akış hızı	Nem
İletkenlik	Çözelti sıcaklığı	Atmosfer tipi
Dielektrik sabiti	Lüle-toplayıcı mesafesi	Basınç
Çözücünün uçuculuğu	Toplayıcı altlık ve lüle çapı	

### 3.4.1. Çözelti özellikleri

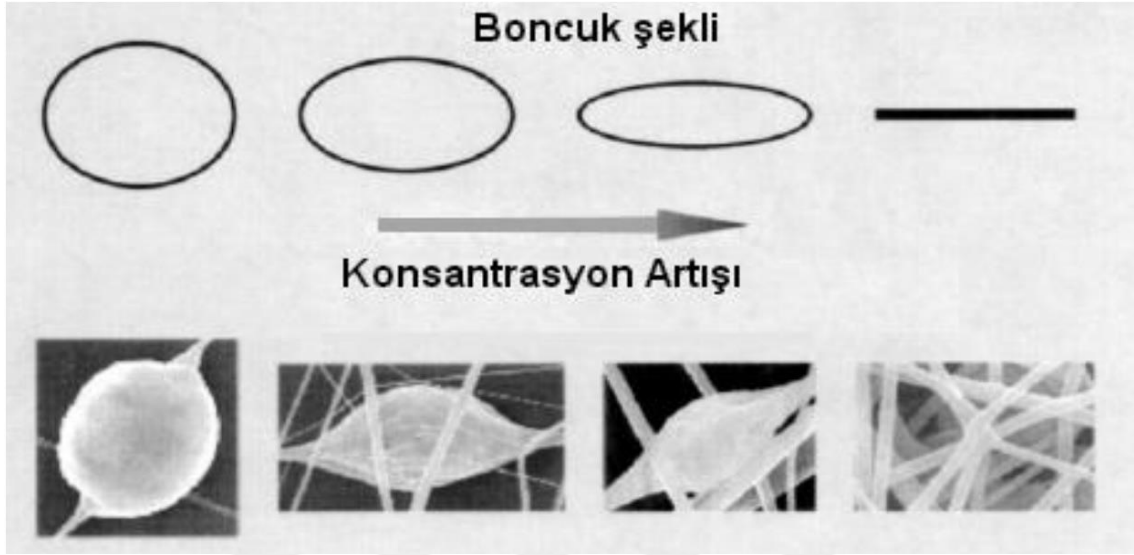
Elektro eğirme ile elyaf üretim tekniğinde kullanılacak çözeltinin özellikleri, istenilen nanoelyaf özelliklerini belirleyen en önemli etkidir. Çözelti parametreleri viskozite, yüzey gerilim kuvveti, çözelti elektrik iletkenliği, dielektrik sabiti ve çözücü uçuculuğu olmak üzere başlıca 5 kısımda açıklanmıştır (Andrady, 2008).

#### 3.4.1.1. Molekül ağırlığı ve viskozite

Çözelti viskozitesini belirleyen en önemli etkenlerden biri, hazırlık esnasında kullanılan polimerlerin moleküler ağırlığıdır. Polimerler arasında moleküler ağırlıklarına göre kıyaslama yapıldığında yüksek molekül ağırlığı olan polimerlerin viskozitesi, düşük molekül ağırlığına sahip polimerlerin viskozitesine oranla daha yüksek olmaktadır. Kısacası polimerlerin molekül ağırlığının artması ile çözeltinin viskozitesinin de arttığı gözlemlenmektedir (Andrady, 2008). Bu durum elektro eğirme tekniği ile elyaf üretimi esnasında moleküler ağırlığı farklı olan çeşitli polimerlerin kullanılması ile çözelti viskozitesinin istenilen değerde olmasını sağlamaktadır.

Çözelti viskozitesi, üretilecek elyafın yapısının boncuksu, sürekli-sürekli ve kalın-ince çapa sahip olması gibi birçok özelliği etkilemekte olup kullanılacak çözeltinin viskozitesinin çok iyi şekilde ayarlanması gerekmektedir. Eğer çözeltinin viskozitesi çok yüksek olursa lüle çıkışında lülenin tıkanması ve çözeltinin kurumaması sorunları ile karşılaşılır. Buna karşın çözeltinin viskozite değeri çok düşük olursa yani çözelti akışına karşı direnç düşük olursa, yerçekimi kuvvetinin etkisi ile lüle ucundan çözeltinin damlamasına ve düzgün bir üretimin yapılamamasına neden olur. Ayrıca düşük viskoziteli çözeltiler kullanılarak üretilen elyaflarda düşük viskoziteden kaynaklı sıvı jet parçalanmakta, kesikli ve boncuksu bir yapı oluşmaktadır. Çözelti viskozitesindeki artış ile üretimi yapılan nanoelyaflardaki boncuksu yapı azalırken

boncuk biçimleri de küresel şekilden elips şekline değişmekte ve bir süre sonra boncuksu yapı tamamen son bulmaktadır. Kısacası çözelti viskozitesinin artırılması, polimer zincir karmaşıklığı artmakta ve elektro eğirme sırasında jetin sürekli olmasına neden olmaktadır (Şekil 3.6) (Kozanoğlu, 2006).



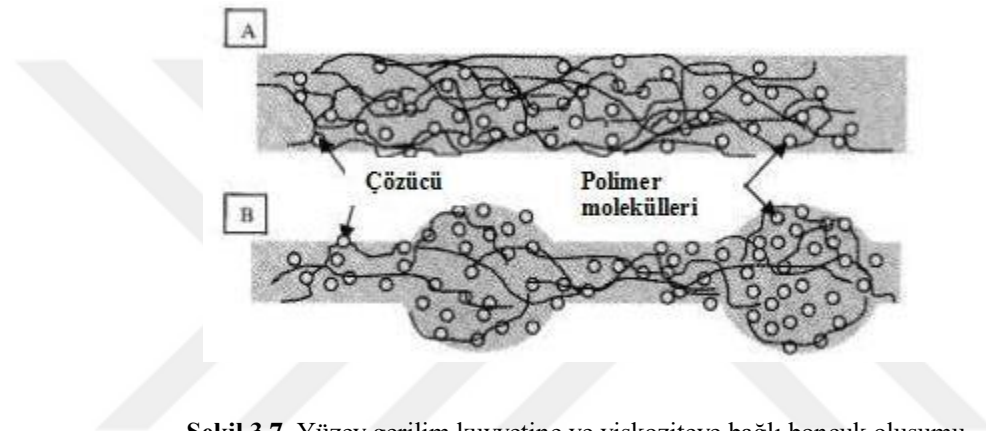
Şekil 3.6. Çözelti konsantrasyondaki artışla boncuk şekli arasındaki ilişki (Kozanoğlu, 2006)

Bunlara ek olarak çözelti viskozitesinin etkilediği başka bir durum ise elyaf çaplarıdır. Çözelti viskozitesinin artması ile elyaf çapları da artmaktadır. Çözelti viskozitesi yüksek ise üretim sonucunda daha kalın elyaflar üretilmektedir (Deitzel ve ark., 2001). Elyaf çapını etkileyen diğer durum ise toplanma alanıdır. Yüksek viskoziteli çözeltilerde whipping kararsızlığı engellenebilir ve böylece jetin izlediği yol azalarak elyaflar küçük bir alana yayılır. Böylelikle çözelti daha az uzama yaparak elyaf çapının artmasına neden olur (Andrady, 2008).

#### 3.4.1.2. Yüzey gerilim kuvveti

Yüzey gerilimi, fizikokimyada bir sıvının yüzey katmanının esnek bir tabakaya benzer özellikler göstermesinden kaynaklanan etkiye verilen addır ve sıvı yüzeyinde birim uzunluğunu gergin tutan kuvvete denir. Yüzey gerilim kuvveti polimer jetinin çekilmesine karşı yönde etki eder ve akışkanın birim kütledeki yüzey alanını azaltma etkisine sahiptir. Çözücü tipine, polimere ve katkı maddelerine bağlıdır. Elektro eğirme tekniği ile elyaf üretiminin yapılabilmesi için, çözeltinin yüzey gerilim kuvvetinin

elektrostatik kuvvetinden düşük değerde olması gerekmektedir. Yüzey gerilimi elektro eğirme tekniği ile elyaf oluşumu esnasında boncuk oluşumuna sebep olabilir. Çözücü moleküllerinin yoğunluğu yüksek olduğunda, bu kuvvetin etkisi ile çözücü molekülleri bir araya toplanır ve küresel bir şekil oluşumu artar. Bu durumda, polimer jeti toplayıcı plakaya doğru ilerlerken yüzey gerilimi, jet boyunca boncuklar oluşmasına sebep olur. Yüksek viskoziteli çözeltilerde, çözücü ve polimer molekülleri arasında daha fazla etkileşim olacaktır. Bu etkileşimden dolayı yüzey geriliminin etkisi altında çözücü moleküllerinin bir araya toplanma eğilimi azalacak ve boncuk oluşumu engellenecektir (Şekil 3.7) (Kozanoğlu, 2006).



Şekil 3.7. Yüzey gerilim kuvvetine ve viskoziteye bağlı boncuk oluşumu  
a) Yüksek viskoziteye, b) düşük viskoziteye sahip çözelti (Kozanoğlu, 2006)

### 3.4.1.3. Elektrik iletkenliği

Elyaf üretimi esnasında oluşan jetin yüzeyine etki eden kuvvetlerin birbirlerini itmesi sonucunda jet üzerinde uzama oluşur ve çözelti yüzeyi gerilir. Çözeltinin elektrik iletkenliğinin artırılmasına bağlı olarak, jet üzerinde daha fazla yük taşınabilir. İletkenlik, çözeltilere iyon eklenmesiyle artırılabilir. Çözelti tamamen gerilmezse, boncuk oluşumu meydana gelir. Çözeltinin elektrik iletkenliğinin artırılması ile jet üzerinde uzama oluşur ve çözelti yüzeyi gerilir. Bundan dolayı, çözeltilere tuz ilavesi yapılarak çözelti elektrik iletkenliği artırılır. Elektrik iletkenliği artan çözeltinin üzerinde taşıyacağı kuvvetler ve çözeltinin gerilmesi artar. Buna bağlı olarak sonuçta, boncuk oluşumu engellenerek daha düşük çaplarda boncuksuz ve düzgün elyafların oluşması gözlemlenir (Andrews ve Weisenberger, 2004; Andrady, 2008).

Çözeltiye iyon eklenmesiyle çözelti iletkenliği artırıldığında, elektro eğirme tekniğiyle elyaf oluşumu için gerekli gereken kritik voltaj değeri de düşer. Buna bağlı

olarak toplayıcı plakada daha geniş bir alanda elyaf üretimi gerçekleşir. Bu durumda jet yolu artacağından daha küçük çaplara sahip elyaflar elde edilir (Andrady, 2008).

Elektrik iletkenliğinin elyaf üretimini zor kılan ya da engelleyen dezavantajları da vardır. Elektrik iletkenliği yüksek olan çözeltilerde, proses esnasında, iğne ucundaki damlacık üzerinde bulunan kuvvetleri kontrol etmek zorlaşmaktadır. İletkenlik yükseldikçe klasik koni-jet modeli değişir ve çoklu-jet oluşumu görülebilir. Bu nedenle, saf alginat gibi iletkenliğin çok yüksek olduğu çözeltilerde koni ve jet oluşumu görülmez (Üstündağ, 2009).

#### **3.4.1.4. Çözücünün dielektrik sabiti**

Yalıtkanlık sabiti veya dielektrik sabiti, bir malzemenin üzerinde yük depolayabilme yeteneğini ölçmeye yarayan katsayıdır. Başka bir ifade ile yalıtkanlık sabiti, bir elektriksel alanın etkilerinin veya yalıtkan bir ortam tarafından nasıl etkilendiğinin ölçümüdür. Elektro eğirme sürecinde çözeltinin dielektrik sabitinin yüksek olması, bocuk oluşumunu engellediği gibi, boncuksuz ve düşük çapta elyaf üretimini sağlamaktadır.

#### **3.4.2. İşlem parametreleri**

Elektro eğirme tekniği ile elyaf üretim işlemini etkileyen önemli bir etkende çözelti özelliklerinden sonra işlem parametreleridir.

##### **3.4.2.1. Uygulanan voltaj değeri**

Elektro eğirme sürecini etkileyen en önemli parametrelerden biri çözeltiliye uygulanan voltaj değeridir. Yüksek voltaj, çözeltiliye elektrik alandan etkilenebilmesi için gerekli olan yükü ve lüle ucu ile toplayıcı arasında elektrik alanının oluşmasını sağlar. 6 kV kritik bir voltaj değeri olup bu değerden düşük voltaj değerlerinde çözeltinin lüle ucunda Taylor konisi biçimini alması ve nanoelyaf oluşumu imkânsızdır. Bu değerden yüksek voltaj değerlerinde jet voltajın uygulandığı doğrultuda hareket eder. Jet üzerindeki yüklerden kaynaklanan itici kuvvetlerin etkisi ile viskoelastik çözelti gerilir. Eğer gerilim arttırılırsa çözelti üzerinde daha fazla yük birikimi olur ve

daha hızlı jet oluşumu meydana gelir. Fakat bu durum Taylor konisinin kararsız olmasına neden olur (Andrady, 2008).

Elektro-eğirme işlemi sırasında yüksek gerilim uygulandığında çözelti üzerinde biriken yük miktarı artarken, bu yüklerin meydana getirdiği itici kuvvet de artar. Böylelikle jet üzerinde meydana gelen gerilim yani uzama artar ve daha ince çaplarda elyaf elde edilir. Düşük viskoziteye sahip bir çözeltiye yüksek voltaj uygulanması durumunda işlem sırasında ikinci bir jet oluşumu meydana gelir ve bu durum elyaf çapında düşüşe neden olur.

#### **3.4.2.2. Çözelti akış hızı**

Elektro eğirme işlemi esnasında sistem için gerekli çözelti miktarı olarak tanımlanır. Uygun çözelti akış hızının kritik değeri Taylor konisinin kararlı olduğu değerdir. Akış hızı bu kritik değeri geçtiğinde, nanoelyaf çapının arttığı ve yapıda daha çok boncuk oluştuğu gözlemlenmiştir.

#### **3.4.2.3. Çözelti sıcaklığı**

Çözelti sıcaklığı buharlaşma hızını ve çözelti viskozitesini doğrudan etkilemektedir. Çözelti sıcaklığındaki artışa bağlı olarak buharlaşma hızı artarken viskozite azalmaktadır. Çözelti sıcaklığı yüksek olan çözeltiler kullanılarak üretilen elyaflar daha homojen dağılım göstermekte ve daha ince çaplarda olmaktadır. Bunun sebebi, sıcaklık artışı ile beraber polimer moleküllerinin hareketliliği artmakta olup bundan dolayı coulomb kuvvetlerinin çözeltinin gerilimini artırmasıdır (Fujihara ve ark., 2005). Ayrıca çözelti sıcaklığı artırıldıkça elyaf üretim sürecinin daha hızlı gerçekleştiği belirlenmiştir (Demir ve ark., 2002).

#### **3.4.2.4. Lüle ve toplayıcı arasındaki mesafe**

Elektro eğirme tekniği ile elyaf üretim süreci toplayıcı plaka ile lüle arasındaki alanda gerçekleşmektedir. Toplayıcı plaka ve lüle arasındaki mesafe, polimer jetinin havada kaldığı süreyi ve jete etki eden elektrik alan büyüklüğünü belirlemekte ve etkilemektedir. Havada bulunduğu süreyi ve elektrik alan kuvveti büyüklüğünü bu mesafe üzerinde değişiklik yapılarak belirlemek mümkündür. Bu mesafenin artırılması

jetin havada bulunma zamanını artmasına neden olurken jete etki eden elektriksel alan kuvvetinin azalmasına sebep olur. Tam tersi mesafe azaltıldığı durumda ise jete etki eden elektriksel alan kuvveti ve buna bağlı olarak ta jet hızı artar. Jetin havada kalma zamanı ise elyaf jetinin toplayıcı plakaya ilerlerken çözeltide bulunan çözücünün buharlaşması bakımından önem arz etmektedir. Kısacası bu havada kalma zamanının, en ideal ve homojen elyaf üretimi için çözelti içerisindeki çözücünün tam olarak buharlaşmasına yetecek kadar uzun olmalıdır. Eğer bu mesafe kısaltılarak jetin havada kalma süresi azaltılırsa çözücünün tamamı buharlaşamaz ve elyafların temas bölgelerinde yapışmalar görülür (Fujihara ve ark., 2005). Ayrıca bu mesafe çok kısa olduğunda elektrik alan kuvveti çok yüksek olacağından, elektrik alan kuvvetinin artması ile jetin kararsızlığı artacak ve boncuksu yapıda elyaf üretilmektedir.

#### **3.4.2.5. Toplayıcı altlık ve lüle çapı**

Elektro eğirme sürecinde metalik iğne ile toplayıcı plaka arasında elektrik alan olması gerekli olmasından dolayı toplayıcı plakanın iletken malzemeden olması gerekmektedir. Bundan dolayı en çok kullanılan toplayıcı plaka malzemesi alüminyum folyodur. Eğer iletkenliği bulunmayan malzeme kullanımı olursa toplayıcı plaka üzerinde az elyaf oluşumu gözlemlenir (Fujihara ve ark., 2005).

Elektro eğirme tekniği ile nanoelyaf üretiminde toplayıcı plaka malzemesinin yanı sıra şeklide hem üretim süreci için hem de üretilen nanoelyafların yapısı için önemlidir. Bazı araştırmacılar yaptıkları çalışmalarda hareketli veya sabit birçok çeşitli toplayıcı plakalar kullanmışlardır. En çok tercih edilen toplayıcı plakalar, alüminyum plakalardır (Kozanoğlu, 2006).

Çözeltinin toplayıcı plakaya iletiği lülenin iç çapı, üretilen elyafın yapısına etki etmektedir. Lülenin iç çapı daraltıldıkça, üretilen elyafların çapı küçülür ve aynı zamanda da boncuk oluşumu azalır. Çapı küçük olan lülenin ucundan çıkan polimer jete etki eden coulomb kuvveti sabit tutulduğunda jetin hızı düşer ve hızı düşen jetin lüle ile toplayıcı plaka arasındaki mesafe değişmediği için havada kalma süresi artar. Havada kalma süresi ve yüzey gerilimi artan çözelti jetinden daha küçük çapta elyaflar üretilir. Lakin lüle çapının çözeltiye bağlı olarak bir alt limiti vardır. Bu limit altında çok düşük çaptaki lüleden çözelti püskürtülmesi zorlaşır ve lüle ucunda tıkanmalara neden olur. Buna bağlı olarak boncuk oluşumunun azalması beklenirken boncuk oluşumu artmış olur (Fujihara ve ark., 2005).

### 3.4.3. Çevre etkenleri

Polimer jetini çevreleyen ortamın koşulları elyaf yapısını önemli derecede etkilemektedir. Ortam koşullarının başında atmosfer tipi, nem ve basınç gelmektedir.

#### 3.4.3.1. Nem

Polimer jeti çevreleyen bölgedeki nem miktarı, elektro eğirme yöntemiyle üretilen elyafların yapısı üzerinde önemli etkilere sahiptir. % 50 nem oranının üstündeki değerlerdeki gibi yüksek nem oranına sahip ortamlarda yapılan önceki çalışmalarda, elyaf yapısının gözenekli olduğu ve nem oranının artışının devam etmesine bağlı olarak oluşan bu gözeneklerinin boyutlarının ve derinliklerinin büyüdüğü gözlemlenmiştir. Lakin nem oranı % 50 değerinin altında olan ortamlarda yürütülen araştırmalarda elyafların yapısının düzgün ve homojen olduğu gözlemlenmiştir.

Ayrıca ortamın nem miktarı elyaf üretimi esnasında çözücünün buharlaşma hızını ve süresini de etkilemektedir. Nem miktarının çok düşük değerde olduğu ortamlarda çözücü lüle ucundan çıkar çıkmaz çok kısa zamanda buharlaşmaktadır. Düşük nem oranına sahip ortamlarda yapılan bazı çalışmalarda, çözelti henüz lüle ucunda iken çözücünün buharlaştığı ve lüle ucunda katılarak tıkanmalara yol açtığı görülmüştür (Fujihara ve ark., 2005).

Tüm bunlara ek olarak yapılan araştırmalarda, ortamdaki nem miktarı artması sonucu üretimi yapılan elyafların daha kalın çaplarda olduğu görülmüştür. Bunun sebebi ise ortamdaki nem oranının yüksek olmasının, düşük çaplarda elyaf üretimi için gerekli olan elektrik alan kuvvetini azalmasıdır (Kozanoğlu, 2006).

#### 3.4.3.2. Atmosfer tipi

Elektro eğirme tekniği ile elyaf üretiminin yapıldığı çevrede bulunan havanın özellikleri düzgün ve kararlı elyaf üretimi yapılabilmesi için önem arz etmektedir. Elektro eğirme işlemi sırasında oluşan elektrik alanın tüm gazlar üzerindeki etkileri ve gazların bu elektrik alana gösterdikleri tepki aynı değildir. Yapılan çalışmalarda helyum gazının elektrik alan etkisi ile parçalandığı ve elyaf üretimini engelleyici özellik gösterdiği gözlemlenmiştir. Fakat parçalanma voltajı yüksek olan Freon®12 gazının

bulunduđu ortamda üretilen elyafların çaplarının normal havanın bulunduđu ortamlarda üretilmiş olan elyafların çaplarına kıyasla daha kalın ve büyük olduđu görülmüştür (Fujihara ve ark., 2005).

### 3.4.3.3. Basınç

Elektro eğirme tekniđi ile elyaf üretiminin yapıldığı ortamdaki ortam basıncının düşük olması durumunda, lüle ucunda bulunan çözelti damlacığı herhangi bir işlem yapılmadan kendiliğinden kolayca toplayıcı altlık üzerine düşer. Ayrıca basıncın çok düşük değerde olduđu ortamlarda, lüle ucundaki polimer jetine etki eden elektriksel yüklerin, kolayca boşalıp jete etkilerinin azalması sonucu elektro eğirme işlemi yapılamamaktadır (Fujihara ve ark., 2005).

## 3.5. Elektro Eğirme Yöntemi İle Üretilen Nanoelyafların Özellikleri

Elektro eğirme tekniđi, son zamanlarda elyaf üretiminde çok kullanılan muhteşem bir teknik olup birbirinden farklı ve çok çeşitli uzunluk/çap oranlarında kesiksiz, sürekli, düzgün elyaf üretimi yapılabilen tek yöntemdir.

Diđer üretim teknikleri ile üretilen tek boyutlu nanoyapılar ve elektro eğirme tekniđi ile üretilen tek boyutlu nanoyapılar kıyaslandığında, bu teknikle üretilen nanoelyafların diđer yöntemler ile üretilen nanoelyaflara göre daha uzun, daha düşük çapta ve daha yüksek yüzey-hacim oranında oldukları gözlemlenmiştir (Barber ve ark., 2004). Bunun nedeni elektro eğirme yöntemi ile nanoelyaf üretiminin sürekli, kesiksiz bir süreç olmasıdır. Bu teknikle kilometrelerce uzunlukta nanoelyaf üretimi yapmak mümkündür.

Elektro eğirme tekniđi ile nanoelyaflar yün yığınları biçiminde toplanabilirler. Bu toplanan yün yığınlarının oluşturduđu gözenekli yapıların çeşitli uygulamalar için faydaları bulunmaktadır. Yapılan önceki çalışmalarda bu özellik sayesinde, üretimi yapılmış polimer nanoelyafların mikro hava araçlarının kanat yapısında kullanılması ile hafif kanat tasarımları geliştirilmiştir (Barber ve ark., 2004).

#### 4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Bu tez çalışmasında, elektro eğirme yöntemiyle elde edilmiş olan polivinil alkol (PVA) nanoelyaf ve ağırlıkça % 1, % 3 ve % 5 oranlarında çok duvarlı karbon nanotüp (ÇCKNT) ile güçlendirilmiş polivinil alkol (PVA) nanoelyafların, ASTM D 882-02 standardına uygun olarak kalıp içerisinde üst üste yerleştirilerek 5/10/15 tabakalı nanoelyaf olacak şekilde, nanoelyafların takviye edilmesi ile oluşan epoksi nanokompozit levhaların üretimi ve mekanik özellikleri araştırılmıştır (Çizelge 4.1). Üretilen nanokompozit levhalar sabit çekme hızında çekme testlerine maruz bırakılmıştır. Üretimi yapılan bu nanokompozitlerin tek eksenli sabit çekme hızında çekme dayanımı, elastisite modülü, tokluk ve Poisson oranları gibi özellikleri incelenmiş ve referans numunelerin davranışlarıyla kıyaslanmıştır. İlk olarak elektro eğirme yöntemiyle üretilen nanoelyafların termogravimetrik analiz (TGA) ve diferansiyel termal analiz (DTA) cihazları kullanılarak termal analizleri incelenmiştir. Yüzey morfolojilerini incelenmesi için ise geçirimsiz elektron mikroskobu (TEM) ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri kullanılmıştır. Daha sonra bu nanoelyaflar kullanılarak üretilen nanokompozit malzemelerin termal analizleri için TGA ve DTA, çekme testi sonucu oluşan kırık yüzeylerin morfolojisini incelemek için ise SEM görüntüleri kullanılmıştır.

**Çizelge 4.1.** Elektro eğirme yöntemiyle üretilmiş nanoelyaf takviyeli kompozit malzemeler

Nanokompozit	Nanokompozit Malzeme Açıklaması
Epoksi	Nanoelyaf takviyesi olmayan epoksi kompozit malzeme
PVA	PVA nanoelyaf
1KNT	Ağırlıkça %1 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf
3KNT	Ağırlıkça %3 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf
5KNT	Ağırlıkça %5 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf

Bu bölümde Çizelge 4.1' de gösterilen PVA nanoelyaf ve ağırlıkça % 1, % 3 ve % 5 oranlarında çok duvarlı karbon nanotüp (ÇCKNT) ile güçlendirilmiş polivinil alkol (PVA) nanoelyafların ve 5/10/15 tabakalı olacak şekilde üst üste bu nanoelyafların bir kalıp içerisinde yerleştirilmesi sonucu üretilmiş nanoelyaf takviyeli epoksi nanokompozit levhaların özellikleri, hazırlanması, üretilmesi ve test yöntemleri tanımlanmıştır.

## 4.1. Bu Çalışmada Kullanılan Malzemelerin Özellikleri

### 4.1.1. Yapıştırıcı

Bu tez çalışmasında MGS-LR160 laminasyon epoksi reçinesi kullanılmıştır. LR160 reçinesi 700-950 mPas viskoziteye sahiptir. Bu reçine LH160, LH163 ve LH260S olmak üzere üç farklı sertleştirici ile kullanılabilir. Bu çalışmada MGS-LH160 sertleştirici kullanılmış olup epoksi reçine ile birlikte sertleştirici Şekil 4.1' de verilmiştir.

LH160 sertleştirici 10-50 mPas viskoziteye sahiptir. Oda sıcaklığında kürleştirme işlemi yapılabilir. LR-160 epoksi reçinenin LH-160 sertleştirici ile jelleşme süresi oda sıcaklığında 200-240 dakika arasında iken 40-45 °C sıcaklıkta 60 dakikadır. Karışım oranı ise ağırlıkça 100:25 ve hacimce 100:30 oranındadır.



Şekil 4.1. Bu çalışmada kullanılan epoksi reçine ve sertleştirici

### 4.1.2. Çok cidarlı karbon nanotüpler

Çok cidarlı karbon nanotüpler (ÇCKNT) tek cidarlı karbon nanotüplere (TCKNT) göre düşük maliyetleri ve epoksi reçineler içerisindeki homojen olarak dağıtılabilirliğinden dolayı bu tez çalışmasında tercih edilmiştir. Ayrıca karbon nanotüplerin çok geniş yüzey alanına sahip olmaları, rijitlik ve mukavemetlerinin yüksek olması epoksi reçine ile iyi bir bağ oluşturması sebeplerinden dolayı epoksi reçineye ve PVA çözeltilerine katılmıştır. Bu tez çalışmasında kullanılan ÇCKNT'ler kimyasal buhar biriktirme yöntemiyle NANOCYL firması tarafından üretilmiştir. Bu

ÇCKNT'ler 15-25 nm arası dış ve 5-10 nm arası iç çapa sahip olup, uzunlukları ise 10 ile 20 µm arasındadır. Bu çalışmada kullanılan ÇCKNT'lerin mekanik özellikleri Çizelge 4.2'de verilmiştir.

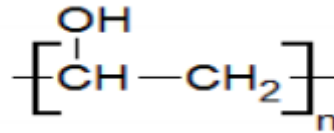
**Çizelge 4.2.** Çok cidarlı karbon nanotüplerin mekanik özellikleri

Mekanik özellikler	Çekme Dayanımı (GPa)	Elastiklik Modülü (TPa)	Yoğunluk	% Uzama	Elektrik İletkenliği (S/m)
ÇCKNT	10 - 60	1	1,3 - 2	10	$10^6 - 10^7$

#### 4.1.3. Polivinilalkol (PVA)

Epoksi reçinenin özelliklerinin daha da artması beklenerek polivinil alkol (PVA) nanoelyaflar, kalıp içerisinde epoksi reçine ile birlikte kullanıldı. Elektro eğirme prosesinde kullanılacak polimerin dikkatli bir şekilde belirlenmesi gerekmektedir. Polimerin, çözeltisi içerisinde çözücü madde ile tepkimeye girip girmemesi ve zehirsiz olması önemli bir etkidir. Bu nedenle elektro eğirme yöntemiyle nanoelyaf üretimi yapmak için polimer malzeme olarak PVA seçilmiştir.

Oda sıcaklığında saf su içerisinde PVA katıldığında polimer çözeltisi oluşturulabilmekte ve oluşturulan bu çözelti kullanılarak iyi eğirme işlemi yapılabilmektedir. PVA'nın  $[-CH_2CHOH-]_n$  kapalı formülü Şekil 4.2' de verilmiş olup Sigma Aldrich firmasından temin edilmiştir.



**Şekil 4.2.** Polivinil alkol (PVA) molekül yapısı

Kokusuz, tatsız, şeffaf, beyazdan kreme dönük granül veya toz halindedir. Suda çözünebilir yapıda sentetik bir polimerdir. Yoğunluğu  $1.19-1.31 \text{ g/cm}^3$  'dir. Erime sıcaklığı  $230 \text{ }^\circ\text{C}$  ' dir (Şekil 4.3).



Şekil 4.3. Polivinil alkol (PVA)'nın görünüşü

## 4.2. Bu Çalışmada Yararlanılan Cihazlar

### 4.2.1. Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

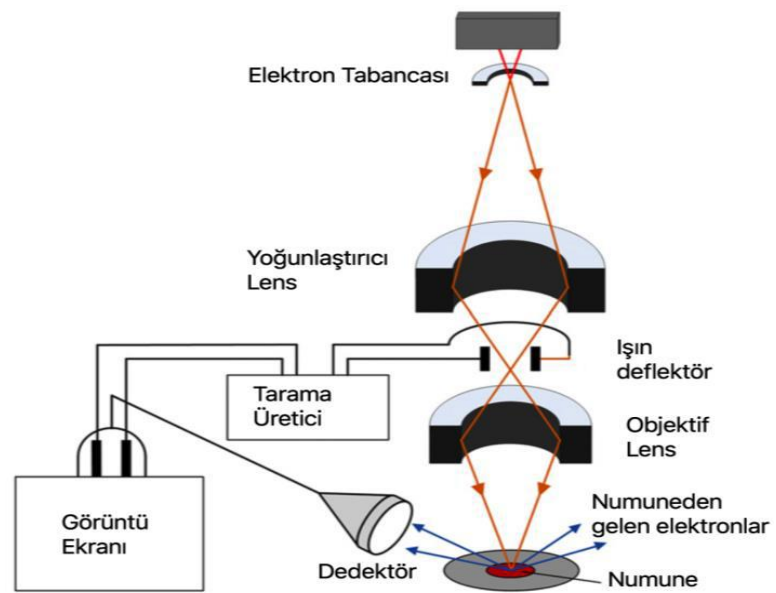
PVA nanoelyafların ve ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların deneysel aşamalardan sonra yapısal morfolojik özelliklerini incelemek amacıyla SEM ve TEM görüntüleri kullanılmıştır. SEM ve TEM görüntüleri, nanoelyafların; çapları, dağılımları ve ÇCKNT'lerin nanoelyaflar içerisinde homojen dağılımları, yüzey morfolojisinin değişimleri hakkında detaylı olarak tartışılmasını sağlamaktadır.

Optik kolon, numune hücresi ve görüntüleme sistemi olmak üzere üç önemli bölümden oluşan, nanoelyafların ve üretilen nanokompozit levhaların yapısal ve yüzey morfolojisi hakkında bilgi sahibi olmak üzere yüzey ve yapısal görüntülerini aldığımız taramalı elektron mikroskobu ya da kısaltılmış şekliyle SEM cihazı görüntüsü Şekil 4.4'te verilmiştir. SEM görüntüleri Necmettin Erbakan Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi'nde bulunan Hitachi – SU 1510 cihazı ile 20 kV gerilimde elde edilmiştir.



Şekil 4.4. Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) analizine ait çalışma prensibi aşağıda Şekil 4.5’da verilmiştir (Zhu ve ark, 2014).



Şekil 4.5. SEM cihazının çalışma prensibini gösteren şematik resim (Zhu ve ark, 2014)

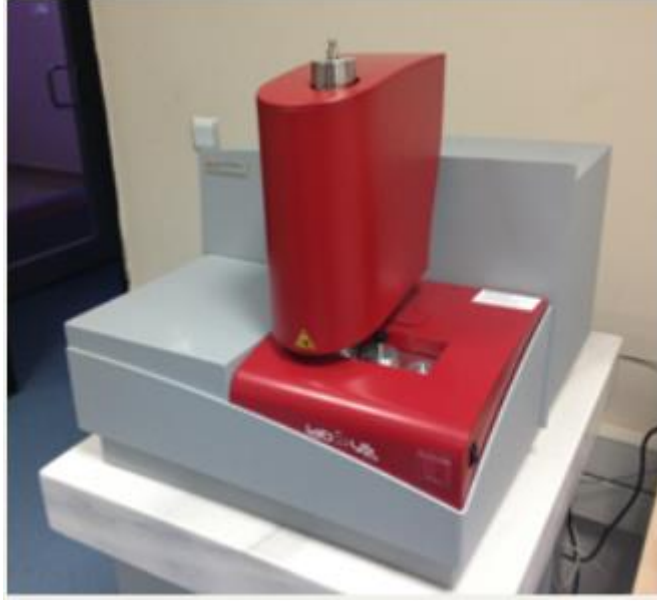
#### 4.2.2. Eşzamanlı termogravimetrik analiz (TGA ) ve diferansiyel termal analiz (DTA)

TGA (Termogravimetrik analiz) yöntemi ile polimer bazlı numunenin ısı özellikleri analiz edilebilir. TGA testi sırasında bir numunenin kütlelerinin, numunenin sıcaklığına ve zamana göre değişimi, kontrollü atmosfer altında ölçülür. TGA testinin en sık kullanım amacı bir numunenin ısı ve oksidatif dengesinin ölçülmesi ve bileşen özelliklerinin karakterize edilmesidir. TGA tekniği ile malzemenin bozunmasına, oksidasyonuna ya da bileşenlerinden uçucu moleküllerin kaybına bağlı olan kütledeki artış ya da azalış değerleri elde edilir. Özellikle polimer bazlı malzemeler için kullanılan önemli bir ısı analiz yöntemidir.

Diferansiyel termal analiz de (DTA) bir kimyasal sistem (örnek) ile inert bir referans bileşik (bu alüminyum, silisyum karbür veya cam parçacıklar olabilir) arasındaki sıcaklık farkı ölçülerek sistemin yuttuğu ısı gözlenir. DTA analizi, sıcaklık artışı ile malzemenin yuttuğu ve verdiği enerjiyi gösterir. DTA grafiğinin sol tarafındaki ilk pikten sonraki düşüşün başladığı noktadaki sıcaklık, camsı geçiş ( $T_g$ ) sıcaklığını göstermektedir. Bu  $T_g$  değerinden sonra malzeme katılığını kaybeder. Sıcaklık arttıkça grafikte bir pik oluşur. Bu pik yukarı doğru ise endotermik reaksiyon olarak nitelenir ve malzeme hızla erimeye başlayarak enerji yutar. Eğer pik aşağı doğru ise bu reaksiyona da ekzotermik reaksiyon denir ve malzeme dışarıya enerji vermektedir. Bahsedilen pikin tepe noktası erime noktası sıcaklığını ( $T_m$ ) göstermektedir. Ayrıca DTA grafiğindeki erimeyi gösteren bu pik bölgesindeki eğri altında kalan alan ölçülerek erime entalpisi hesaplanabilir. Bu çalışmada bu bilgiler göz önüne alınarak DTA grafiklerinin yorumlamaları yapılmıştır.

Eşzamanlı termogravimetrik analiz (TGA) ve diferansiyel termal analiz (DTA) eşzamanlı bir teknik olup cihazı Şekil 4.6' da gösterilmiştir. Cihazın ölçüm sıcaklığı 170 °C ile 1700 °C arasında olup ölçüm aralığı ise  $\pm 200$  mg' dir.

Bu çalışmada, TGA ve DTA analizleri Necmettin Erbakan Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezinde (BİTAM) Setaram-Labsys Evo marka cihaz kullanılarak yapılmıştır. TGA ve DTA analizleri azot atmosferi altında, test sıcaklığı 25 °C'den 600 °C'ye kadar 10 °C/dakika ısıtma hızıyla test edilmiştir.



Şekil 4.6. TGA ve DTA cihazı

#### 4.2.3. Geçirimli elektron mikroskobu (TEM)

PVA nanoelyaf ve ağırlıkça farklı oranlardaki ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafra ait TEM görüntüleri Selçuk Üniversitesi İleri Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi'nde bulunan JEOL JEM-2100 (UHR) cihazı ile elde edilmiştir. TEM cihazının görüntüsü Şekil 4.7'de verilmiştir. TEM görüntüleri, nanoelyafların; çapları, dağılımları ve ÇCKNT'lerin nanoelyafra içerisinde homojen dağılımları hakkında detaylı olarak tartışılmasını sağlamaktadır.



Şekil 4.7. Geçirimli elektron mikroskobu (TEM)

### 4.2.3. Çekme deney test cihazı

Çekme testleri Necmettin Erbakan Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi laboratuvarında bulunan Shimadzu AGS-X marka çekme test cihazında, çekme hızı 12,5 mm/dk olarak yapılmıştır.

## 4.3. Mekanik Özelliklerin Belirlenmesi İçin Yapılan Testler

### 4.3.1. Çekme deneyi

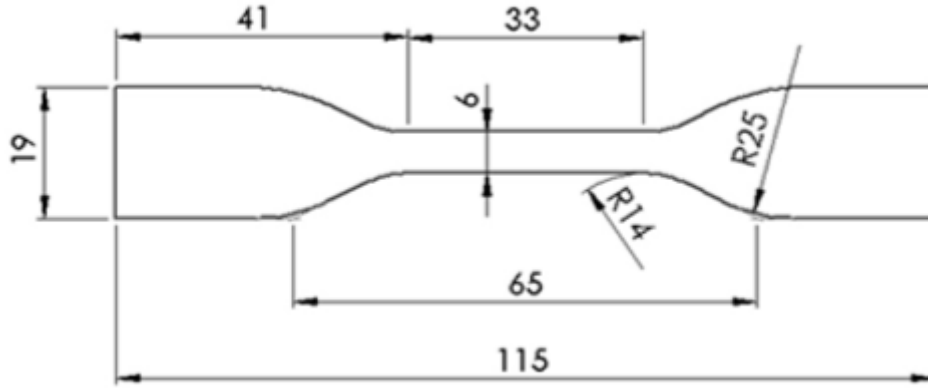
Nanoelyaf takviyeli epoksi nanokompozit malzemelere ASTM D 882-02 standartları doğrultusunda çekme testleri uygulanmıştır. Çekme testi sonucunda nanokompozit malzemelerin tek eksenli sabit çekme hızında çekme dayanımı ve birim şekil değiştirmesi başta olmak üzere mekanik özelliklerinin belirlenmesi amaçlanmıştır. Nanoelyaf katkılı nanokompozit numunelerin çekme testleri Shimadzu AGS-X marka çekme test cihazında, çekme hızı 12,5 mm/dk olarak yapılmıştır. Test sonuçlarının güvenilirliğini sağlamak için aynı özellikteki numuneden 5 adet üretilmiş ve teste tabi tutulmuştur.

Çekme test deneyi ile elde edilen malzemenin mekanik özellikleri mühendislik ve malzeme bilimi uygulamalarında önemli konumda bulunmaktadır. Mühendislik uygulamalarında gerek Ar-ge çalışmalarında gerekse tasarım ve kalite kısmında kullanılacak malzeme seçiminin doğru tespit edilebilmesi için bu test metodu verileri kullanılmaktadır.

Polimer esaslı nanokompozit deney numunelerinin çekme test verilerini ve özelliklerini çeşitli etkenler etkilemektedir. Bu etkenleri, nanokompozit malzemelerin yapısal özellikleri, numune hazırlık ve üretim süreci, testin yapıldığı ortam parametreleri ve çekme testinin yapılma aşamaları olarak dört temel bölüme ayırabiliriz.

Yapılan çalışmada epoksi nanokompozit malzemeler ASTM D 882-02 standardı doğrultusunda hazırlanmıştır. Nanokompozit malzemeler standartta belirtilen şekilde, 6 mm eninde, 115 mm boyunda, 0,90 mm kalınlığında, 5/10/15 tabakalı nanoelyaf takviyeli olacak şekilde hazırlanarak test için uygun hale getirildiler. Çekme testi, referans numunesi olan saf epoksi, saf PVA nanoelyaf ve % 1, % 3 ve % 5 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların üst üste 5/10/15 tabakalı yerleştirilmesi ile üretilen

nanokompozit deney numunelerinden 5 numune kullanılarak gerçekleştirildi. ASTM D 882-02 standartına göre üretilen çekme numunelerin boyutları Şekil 4.8'de gösterilmiştir.

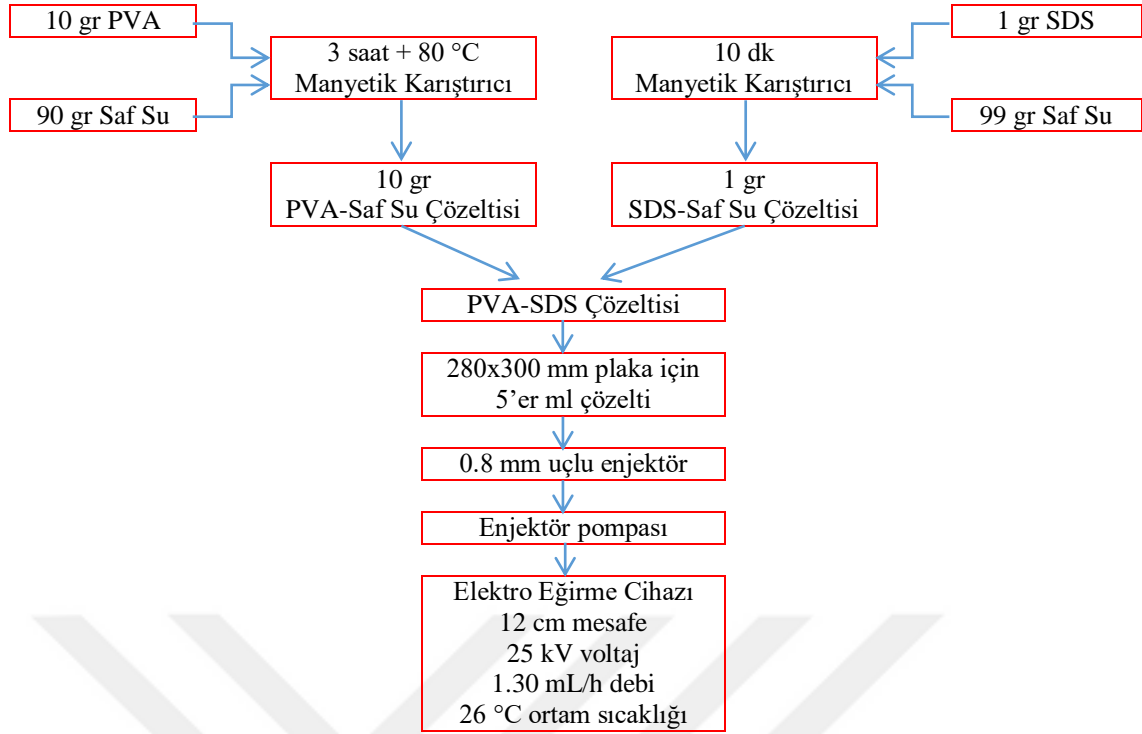


Şekil 4.8. ASTM D 882-02 standartına göre çekme numunesi boyutları

Tek eksenli sabit çekme hızında yapılan çekme testinden elde edilen sayısal veriler, şekil ve çizelge halinde bölüm 5'te verilerek yorumlanmıştır.

#### 4.4. Elektro Eğirme Yöntemiyle PVA Nanoelyaf Üretimi

Çözelti hazırlama işlemine ilk olarak PVA temin edilerek başlanmıştır. PVA çözeltisi elde etmek için ağırlıkça % 10 PVA/saf su oranı olacak şekilde öncelikle toz halindeki 10 gr PVA'yı (%10 w/w) 80 °C'de ısıtılmış 90 gr saf su içerisine yavaş yavaş ilave edilerek oluşturulan karışım 3 saat manyetik karıştırıcıda karıştırıldı ve PVA'nın saf su içerisinde tam olarak çözülmesi sağlandı. Toplam 100 gr olan çözülden buharlaşıp azalan saf su miktarı ilave edilerek karışıma devam edildi. Ayrıca ağırlıkça % 1 SDS/saf su oranı olacak şekilde sodyum dodesil sülfat (SDS) çözeltisi hazırlandı. SDS çözeltisi içerisinde, yüzey aktif madde olan SDS'den ağırlıkça 1 gr, saf sudan ise 99 gr olacak şekilde toplam 100 gr çözelti hazırlanarak manyetik karıştırıcıda 10 dakika karıştırıldı. Elde edilen iki farklı çözelti olan PVA ve SDS çözeltilerinden her 10 gr PVA çözeltisine karşılık, hazırlanan bu SDS çözeltisinden 1 gr ilave edildi. Yüzey aktif madde olan SDS yüzey gerilimi azaltmak için kullanılmıştır (Ekrem, 2017).



**Şekil 4.9.** Elektro eğirme yöntemiyle PVA nanoelyaf üretim işleminin şematik gösterimi

Elektro eğirme yöntemiyle nanoelyaf üretimi sırasında ilk olarak, hazırlanan ağırlıkça % 10 oranında SDS çözeltisi ilave edilmiş PVA çözeltisi, döner tamburlu toplayıcı altlığına sahip elektro eğirme cihazına konulmuştur (Şekil 4.9). Elektro eğirme cihazında lüle pompası 1.30 mL/h debi hızında, lüle ile toplayıcı altlık arası mesafe 12 cm ve yüksek gerilim güç kaynağı 25 kV değerlerinde olacak şekilde ayarlandı. Döner tamburlu toplayıcı altlık dönme hızı 500 dev/dk olup, ileri geri mekanizma hızı ise 5 mm/s olarak elyaf üretimine başlanmıştır. 280x300 mm ebatlarında plaka şeklinde nanoelyaf üretimi için 5 ml PVA-SDS çözeltisi kullanılmış olup enjektör ucu 0.8 mm çaptadır. Elektro eğirme yöntemi ile nanoelyaf üretimi, ortam sıcaklığının 26 °C ölçüldüğü bir laboratuvarda yapılmıştır. Üretilen nanoelyaf malzemeler 1 saat süre boyunca 60 °C sıcaklıktaki etüvde kurutulmuştur (Ekrem, 2017).

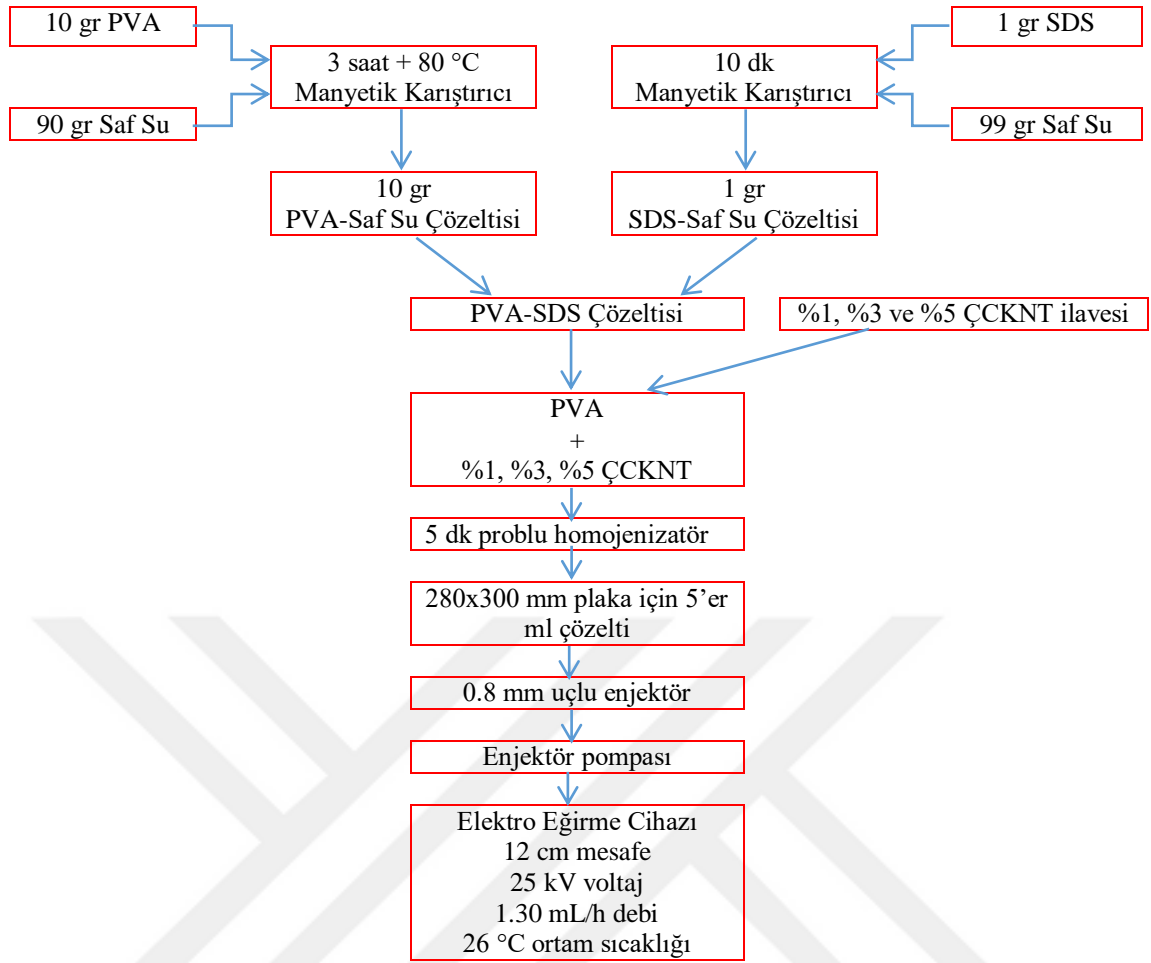
Elektro eğirme yöntemiyle üretilen nanoelyafların kalınlıkları komparatör ve mikrometre yardımı ile ölçülerek Şekil 4.10' da gösterilmiştir. Üretilen nanoelyafların kalınlıklarının belirlenmesi için numune olması amacı ile üretilen plaka şeklindeki nanoelyaf malzemelerden 10x30 mm ebatlarında kesildi. Mikrometre ve komparatör kullanılarak lamelin kalınlığı 0.90 mm olarak ölçülmüştür. Daha sonra nanoelyaflar iki lamelin arasına konularak ortalama elyaf kalınlığı 0.12 mm olarak ölçüldü. (Şekil 4.10)



**Şekil 4.10.** Elektro eğirme yöntemi ile üretilmiş nanoelyafların ortalama kalınlıklarının ölçümü

#### 4.5. Elektro Eğirme Yöntemiyle ÇCKNT Takviyeli PVA Nanoelyaf Üretimi

Bölüm 4.4'te elektro eğirme yöntemi ile PVA nanoelyaf üretimindeki işlemler tekrar yapılırken, elde edilen PVA-SDS çözeltisinin her 10 grama karşılık sırasıyla ağırlıkça %1, %3 ve %5 oranlarında ÇCKNT'ler ilave edilerek farklı kombinasyonlarda çözeltiler hazırlandı. Daha sonra problu homojenizatör yardımıyla hazırlanan farklı oranlarda ve özelliklerdeki çözeltiler 15 dk aralıklar ile 5 dk süre boyunca buz banyosunda homojen bir karışım elde edilmesi amacıyla karıştırıldı. Ardından hazırlanan bu çözeltiler elektro eğirme cihazına konularak bölüm 4.4'te ki işlemler tekrarlanmıştır (Şekil 4.11). Böylece elektro eğirme yöntemiyle ağırlıkça farklı oranda ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf üretimi gerçekleştirilmiştir. Elektro eğirme yöntemiyle farklı oranlardaki ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf üretim basamakları Şekil 4.12'de gösterilmiştir (Ekrem, 2017).



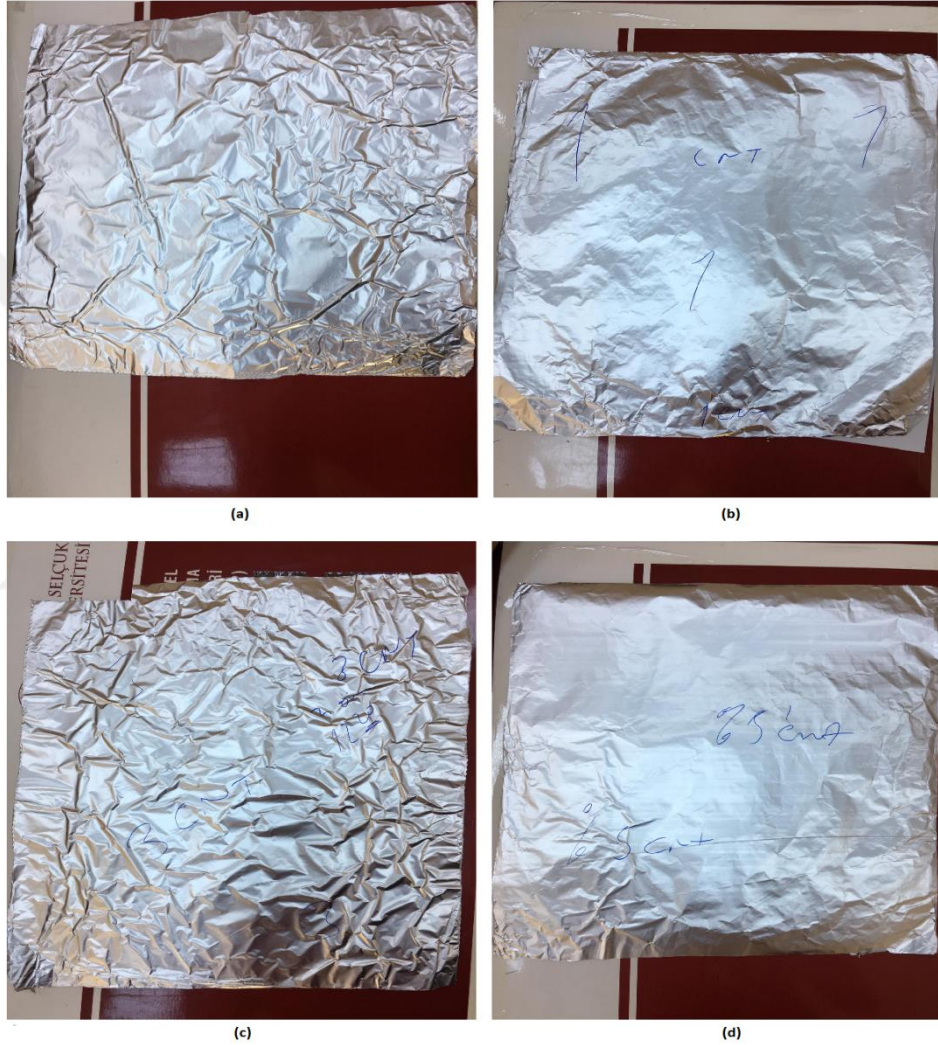
Şekil 4.11. Elektro eğirme yöntemiyle farklı oranlardaki ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf üretim işleminin şematik gösterimi



Şekil 4.12. Elektro eğirme yöntemiyle farklı oranlardaki ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf üretim basamakları (Ekrem, 2015)

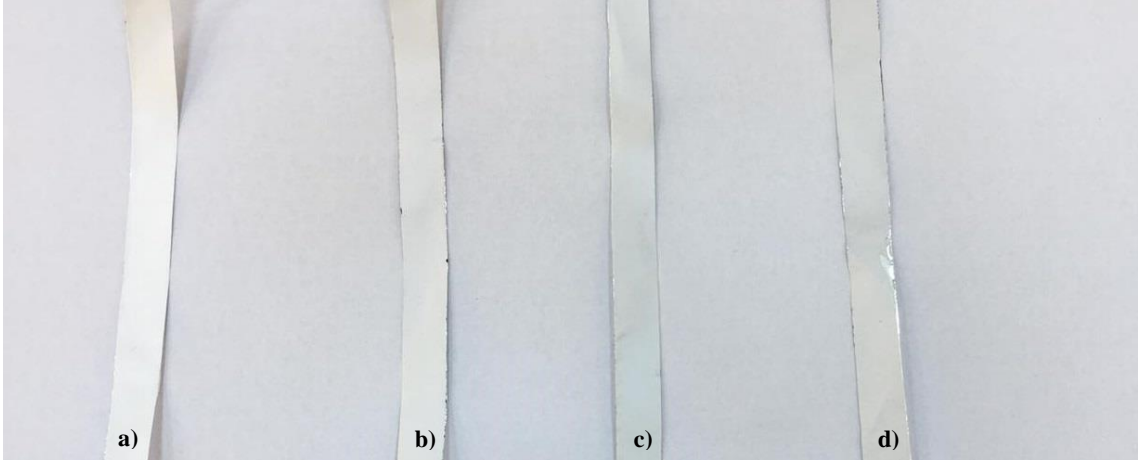
#### 4.6. Deney Numunelerin Hazırlanması

Elektro eğirme yöntemiyle bölüm 4.4 ve 4.5'te anlatıldığı şekilde ve 280x300 mm ebatlarında plaka şeklinde üretilen PVA nanoelyaf ve ağırlıkça % 1, % 3 ve % 5 oranlarında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafalara ait görseller Şekil 4.13'de gösterilmiştir.

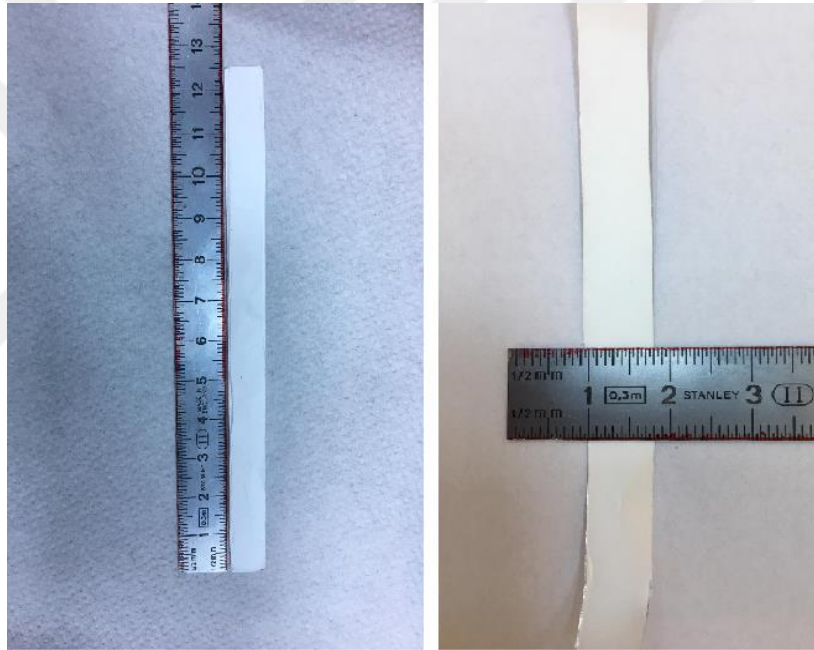


**Şekil 4.13.** Elektro eğirme yöntemiyle üretilmiş PVA nanoelyaf görselleri  
(a) PVA, (b) PVA + % 1 ÇCKNT, (c) PVA + % 3 ÇCKNT, (d) PVA + % 5 ÇCKNT

Şekil 4.13' de gösterilen ve elektro eğirme yöntemiyle 280x300 mm ebatlarında plaka şeklinde üretilen nanoelyaf malzemeler, deney numunesi üreteceğimiz kalıba üst üste yerleştirilmeye uygun olarak 8x125 mm ebatlarında kesilmiştir. Şekil 4.14'de kesilen nanoelyafaların görselleri ve Şekil 4.15'de ise kesilen bu nanoelyafaların ebatlarının ölçüm görseli bulunmaktadır.



**Şekil 4.14.** Elektro eğirme yöntemiyle üretilmiş PVA nanoelyafların 8x125 mm kesilmiş hali  
(a) PVA, (b) PVA + % 1 ÇCKNT, (c) PVA + % 3 ÇCKNT, (d) PVA + % 5 ÇCKNT



**Şekil 4.15.** Deney numunesi ebatlarına uygun kesilmiş PVA nanoelyafların ölçüm görselleri

Deney numunesi üretilecek kalıp, 165x135 mm ebatlarında 5 mm kalınlığında tam dolu alt plaka ve 155x125x0.4 mm ebatlarında, ortası ASTM D 882-02 standartları doğrultusunda Şekil 4.9’da belirtilen ölçülerde boş tutulmuş, alt kalıp ve üst kalıp olarak adlandırılan 2 kalıp olmak üzere toplam 3 parçadan oluşmaktadır. Bu üç parçanın montajlanmış hali Şekil 4.16’ da gösterilmiştir. Kalıp her üretim sonunda 3 deney numunesi verecek şekilde tasarlanmıştır.



Şekil 4.16. Deney numunesi üretilecek krom nikel kalıplar

Hazırlanan bu kalıplara ilk aşamada epoksi reçinenin yapışmaması ve kalıbın alt ve üst kalıpların birbirinden kolay ayrılabilmesi için kalıp ayırıcı sürülmüştür. Daha sonra kalınlığı 0.4 mm olan alt ve üst kalıp arasına 155x125 mm ebatlarında, 13  $\mu\text{m}$  kalınlığındaki yapışmaz politetrafloroetilen film yapıştırılmıştır (Şekil 4.17). Böylece alt ve üst iki kalıbın birbirine yapışması ve ayrılmaması da engellenmiş oldu.



Şekil 4.17. Deney numunesi üretimi yapılacak kalıplar  
(a) Kalıp ayırıcı sürülmüş kalıp, (b) Politetrafloroetilen film yapıştırılmış kalıp

Elektro-eğirme yöntemiyle üretilmiş ve kalıba yerleştirilmeye uygun olarak 8x125 mm ebatlarında kesilen bu nanoelyaflar alüminyum folyodan ayrıştırıldı. Bu nanoelyafların kalınlıkları hem mikrometre ile hem de komparatör yardımıyla 0.12  $\mu\text{m}$  olarak ölçüldü.

Kesilmiş ve alüminyum folyodan ayrılmış olan nanoelyaflar kalıp içerisine üst üste konularak 5, 10 ve 15 katman olacak şekilde kalıba yerleştirilmiştir. Şekil 4.18’te üst üste koyularak kalıba yerleştirilmiş nanoelyaf görüntüsü gösterilmiştir.



**Şekil 4.18.** Kalıba yerleştirilmiş nanoelyafların görünümü

Bu çalışmada epoksi reçine olarak MGS-L160 laminasyon reçinesi kullanılmıştır. Kürleştiricisi ise MGS-LH160 %70-90 sikloalifatik amin ve % 10-30 polioksil alkil amin karışımıdır. Reçine/kürleştirici ağırlıkça 100:25 oranında karıştırılmıştır. Kalıplara üst üste 5/10/15 katman olacak şekilde yerleştirilen nanoelyafların üzerine epoksi reçineler enjektör vasıtasıyla Şekil 4.19’te gösterildiği şekilde ilave edilmiştir.



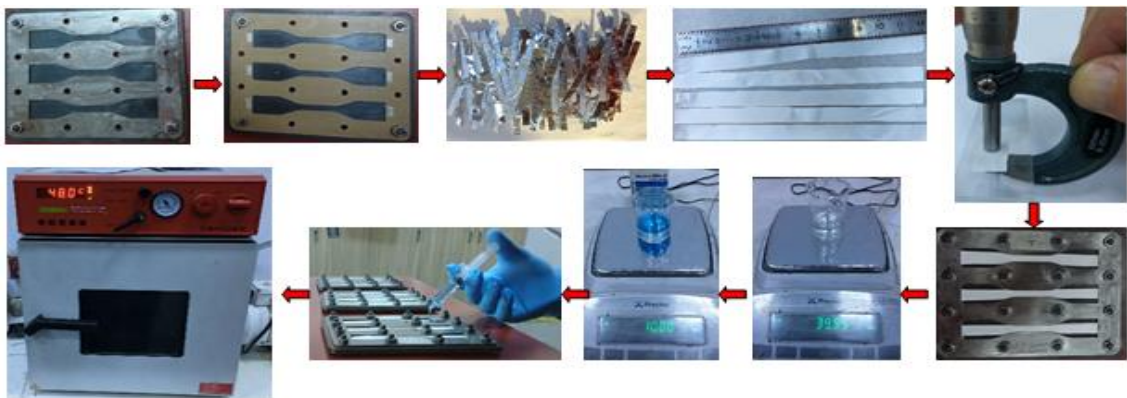
**Şekil 4.19.** Kalıba yerleştirilmiş PVA nanoelyaflara epoksi reçine ilavesi

Kaliba yerleřtirilen nanoelyafra epoksi ilave edilmesi sonrası farklı çözeltili ve katmanlarda nanoelyaf takviyeli nanokompozitler kütleme öncesi son halini almıřtır. Nanoelyaf takviyeli nanokompozitlerin ierisinde bulunan hava kabarcıđının giderilmesi için kademeli olarak sırasıyla 0.5, 0.3 ve 0.2 bar vakum basın altında 10'ar dk vakum fırınından tutulmuřtur. Daha sonra ön kütleme yapılması için 0.2 bar vakum altında ve 24 saat oda sıcaklıđında vakum fırınında tutulmuřtur. Ardından son olarak 15 saat süre ile 80°C' de son kütleme yapılarak iřlemler tamamlanmıřtır (řekil 4.20).



řekil 4.20. Deneyde kullanılan vakum ve kütleme cihazı

Elektro eđirme yöntemiyle üretilmiř olan PVA nanoelyaf ve % 1, % 3 ve % 5 oranlarında CKNT ile güçlendirilmiř PVA nanoelyafların üst üste konularak (5/10/15) üretilen epoksi nanokompozit malzemelerin üretim yönteminin řematik gösterimi kısaca řekil 4.21'de gösterilmiřtir.



řekil 4.21. Elektro eđirme yöntemiyle üretilmiř nanoelyaf takviyeli kompozitlerin üretim ařamaları

Çizelge 4.3'te belirtildiği gibi toplamda 78 adet deney numunesinin üretilmesi bu şekilde yapılarak tamamlanmış ve kalıplarından çıkartılmıştır.

**Çizelge 4.3. Üretilen nanokompozit malzemeler**

Numuneler	Nanokompozit Numune Açıklaması	Adet
Epoksi	Nanoelyaf takviyesi olmayan epoksi nanokompozit malzeme	6
P5	5 kat PVA nanoelyaf takviyeli nanokompozit malzeme	6
P10	10 kat PVA nanoelyaf takviyeli nanokompozit malzeme	6
P15	15 kat PVA nanoelyaf takviyeli nanokompozit malzeme	6
1KNT5	Ağırlıkça % 1 ÇCKNT ile takviyelendirilmiş 5 kat PVA nanoelyaf takviyeli nanokompozit malzeme	6
1KNT10	Ağırlıkça % 1 ÇCKNT ile takviyelendirilmiş 10 kat PVA nanoelyaf takviyeli nanokompozit malzeme	6
1KNT15	Ağırlıkça % 1 ÇCKNT ile takviyelendirilmiş 15 kat PVA nanoelyaf takviyeli nanokompozit malzeme	6
3KNT5	Ağırlıkça % 3 ÇCKNT ile takviyelendirilmiş 5 kat PVA nanoelyaf takviyeli nanokompozit malzeme	6
3KNT10	Ağırlıkça % 3 ÇCKNT ile takviyelendirilmiş 10 kat PVA nanoelyaf takviyeli nanokompozit malzeme	6
3KNT15	Ağırlıkça % 3 ÇCKNT ile takviyelendirilmiş 15 kat PVA nanoelyaf takviyeli nanokompozit malzeme	6
5KNT5	Ağırlıkça % 5 ÇCKNT ile takviyelendirilmiş 5 kat PVA nanoelyaf takviyeli nanokompozit malzeme	6
5KNT10	Ağırlıkça % 5 ÇCKNT ile takviyelendirilmiş 10 kat PVA nanoelyaf takviyeli nanokompozit malzeme	6
5KNT15	Ağırlıkça % 5 ÇCKNT ile takviyelendirilmiş 15 kat PVA nanoelyaf takviyeli nanokompozit malzeme	6

#### 4.7. PVA Nanokompozitlerde Elyaf/Matris Hacim Oranı

Elektro eğirme yöntemiyle üretilmiş olan PVA nanoelyaf ve ağırlıkça % 1, % 3 ve % 5 oranlarında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf takviyeli epoksi nanokompozit malzemelerin, ASTM D 882-02 standartları doğrultusunda, şekli ve ölçüleri Şekil 4.8'de gösterilmişti. Sabit çene hızında çekme testine maruz bırakılan ve mekanik özellikleri incelenen nanokompozit malzemelerde, özellikle inceleme yaptığımız ve aynı zamanda kopmanında yaşandığı, Şekil 4.8'de gösterilen 33 mm uzunluğunda ve 6 mm eninde olan uzama boyudur. Çekme testi sonucu tüm numunelerimizde kopmalar bu uzama boyunun olduğu alanda olmuştur. Bu sebepten dolayı kompozit malzemelerde elyaf/hacim oranı hesaplarımız bu alan üzerinden yapılacaktır.

Bu çalışmada üretilen kompozit malzemelerde elyaf/matris hacim oranı denklem 4.5'de verilen eşitlikten yararlanılarak elde edilmiştir.

$$V_f = \frac{V_e}{V_m} \quad (4.5)$$

Denklem 4.5'deki eşitlikte  $V_f$  elyaf/matris hacim oranını,  $V_e$  elyaf hacmini ve  $V_m$  matris hacmini ifade etmektedir. Elyaf hacminin ( $V_e$ ) ve matris hacminin ( $V_m$ ) birimi  $\text{mm}^3$ 'tür. Kompozit malzeme içerisindeki farklı katmanlardaki elyaf hacmi ( $V_e$ ) denklem 4.6'de verilen, matris hacmi ( $V_m$ ) ise denklem 4.7'de verilen eşitliklerden hesaplanmıştır.

$$V_e = n \times V_\zeta \times \frac{V_K}{V_P} \quad (4.6)$$

Denklem 4.6'deki eşitlikte  $n$  kompozit malzemedeki nanoelyaf katman sayısını,  $V_\zeta$  bir plaka nanoelyaf içerisindeki çözelti miktarında bulunan PVA hacmi,  $V_P$  bir plaka nanoelyaf hacmini ve  $V_K$  incelenen bölgedeki bir katman nanoelyaf hacmini ifade etmektedir.  $V_\zeta$  birimi mililitre,  $V_P$  ve  $V_K$  birimleri ise  $\text{mm}^3$ 'tür.

$$V_m = x \times y \times z \quad (4.7)$$

Denklem 4.7'deki eşitlikte  $x$  incelenen bölge enini,  $y$  uzunluğunu ve  $z$  kalınlığını milimetre cinsinden ifade etmektedir.

Yukarıda verilen denklemler yardımıyla nanoelyaf takviyeli epoksi nanokompozit malzemelerde elyaf/matris hacim oranları hesaplanmıştır. Hesaplamalarda Şekil 4.9'da uzama boyu referans alınmış olup çizelde 4.4'te verilen veriler kullanılmıştır.

**Çizelge 4.4.** Farklı katmanlardaki nanokompozit malzemelerin ebatları

Nanoelyaf	Katman (n)	En (x)	Uzunluk (y)	Kalınlık (z)
P5	5	6	33	0,90
P10	10	6	33	0,92
P15	15	6	33	0,98
1KNT5	5	6	33	0,93
1KNT10	10	6	33	0,94
1KNT15	15	6	33	1,00
3KNT5	5	6	33	0,86
3KNT10	10	6	33	0,92
3KNT15	15	6	33	0,86
5KNT5	5	6	33	0,82
5KNT10	10	6	33	0,86
5KNT15	15	6	33	0,95

ÇCKNT ile güçlendirilmemiş 5 kat PVA nanoelyaf içeren nanokompozit malzeme elyaf/matris hacim oranı şu şekilde hesaplanmıştır.

$$n = 5 \quad (1)$$

$$V_C = 0.5 \text{ ml} = 500 \text{ mm}^3 \quad (2)$$

$$V_P = 280 \times 300 \times 0,12 = 10800 \text{ mm}^3 \quad (3)$$

$$V_K = 33 \times 6 \times 0,12 = 23,76 \text{ mm}^3 \quad (4)$$

$$V_m = 33 \times 6 \times 0,90 = 178,2 \text{ mm}^3 \quad (5)$$

$$V_e = 5 \times 500 \times (23,76/10800) = 5,5 \text{ mm}^3 \quad (6)$$

5 kat PVA nanoelyaf içeren kompozit malzeme elyaf/matris hacim oranı;  $V_f = 5,5/178,2 = 0,0309$  olarak hesaplanmıştır.

Üst üste 5/10/15 tabakalı olacak şekilde yerleştirilmiş PVA nanoelyaf ve ağırlıkça % 1, % 3 ve % 5 oranlarında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf takviyeli epoksi kompozitlerin elyaf/matris hacim oranları benzer şekilde hesaplanmış ve Çizelge 4.5'te tablo halinde verilmiştir.

Çizelge 4.5. Farklı katmanlardaki nanokompozit malzemelerin elyaf/matris hacim oranı verileri

Nanoelyaf	Katman (n)	En (x) (mm)	Uzunluk (y) (mm)	Kalınlık (z) (mm)	$V_C$ ( $mm^3$ )	$V_P$ ( $mm^3$ )	$V_K$ ( $mm^3$ )	$V_m$ ( $mm^3$ )	$V_e$ ( $mm^3$ )	% $V_f$
PVA	5	6	33	0,90	500	10800	23,76	178,20	5,500	3,09
	10	6	33	0,92	500	10800	23,76	181,60	11,000	6,06
	15	6	33	0,98	500	10800	23,76	194,97	16,500	8,46
PVA + %1 ÇCKNT	5	6	33	0,93	500	10800	23,76	183,23	5,500	3,00
	10	6	33	0,94	500	10800	23,76	186,68	11,000	5,89
	15	6	33	1,00	500	10800	23,76	197,31	16,500	8,36
PVA + %3 ÇCKNT	5	6	33	0,86	500	10800	23,76	169,71	5,500	3,24
	10	6	33	0,92	500	10800	23,76	182,54	11,000	6,03
	15	6	33	0,86	500	10800	23,76	170,35	16,500	9,69
PVA + %5 ÇCKNT	5	6	33	0,82	500	10800	23,76	162,64	5,500	3,38
	10	6	33	0,86	500	10800	23,76	170,64	11,000	6,45
	15	6	33	0,95	500	10800	23,76	188,29	16,500	8,76

## 5. ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA

Yapılan bu tez çalışmasında uygulamalı deneysel çalışmalar iki kısımdan oluşmaktadır. Birinci aşama, elektro eğirme yöntemiyle PVA nanoelyafların ve ağırlıkça % 1, % 3 ve % 5 oranlarında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların üretimi, termal analizleri ve karakterizasyonu, ikinci aşamada ise üretilen bu nanoelyaflar kullanılarak epoksi kompozit malzemeler üretilmesi ve mekanik özelliklerinin belirlenmesi amacıyla yapılan performans testleridir. Ayrıca yapılan bu testler ve analizler sonucunda ortaya çıkan veriler doğrultusunda, referans deney numunesi olan epoksi reçine ile PVA nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelerin kıyaslanması yapılmıştır.

Birinci aşamada nanoelyaflar, PVA ve ağırlıkça % 1, % 3 ve % 5 oranlarında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA polimer çözeltileri kullanılarak, çok lüveli, döner toplayıcı altlığa sahip elektro eğirme cihazında üretilmiştir. Elektro eğirme yöntemiyle üretilmiş olan PVA nanoelyafların ve ağırlıkça farklı oranlarda ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların yapısal morfolojik özelliklerini belirlemek amacıyla SEM ve TEM görüntüleri incelenmiş, termal özelliklerinin belirlenmesi için ise TGA ve DTA analizleri gerçekleştirilmiştir. PVA nanoelyafların fiziksel özellikleri (çap vs.), ÇCKNT'lerin PVA nanoelyaflarda ki dağılımlarının durumu ile yüzey ve yapısal morfolojisi hakkında detaylı bilgi sahibi olmak için SEM ve TEM görüntülerinden yararlanılmaktadır.

İkinci aşamada, elektro eğirme yöntemi ile üretilen PVA nanoelyafların ve ağırlıkça % 1, % 3 ve % 5 oranlardaki ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların, bir kalıp içerisinde 5/10/15 kat olacak şekilde üst üste yerleştirilmesi ile nanokompozit malzemeler üretilmiştir. Üretilen bu nanokompozit malzemelerin sabit çene hızında çekme deneylerinden elde edilen test sonuçları grafikler halinde verilmiş ve tartışılmıştır. Nanokompozit malzemelerin termal özelliklerinin belirlenmesi için ise TGA ve DTA analizleri gerçekleştirilmiş ve elde edilen değerler referans numunesi ile kıyaslanmıştır. Çekme deneyleri sonucunda kırılan numunelerin kırılma yüzeylerinin SEM görüntüleri incelenmiştir. PVA nanoelyaf ve ÇCKNT'ler ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaflar ile takviyelendirilmiş epoksi kompozit malzemelerde mukavemet artışındaki hasar mekanizmaları SEM görüntüleriyle birlikte açıklanmıştır.

### 5.1. Nanoelyafların SEM Görüntüleri

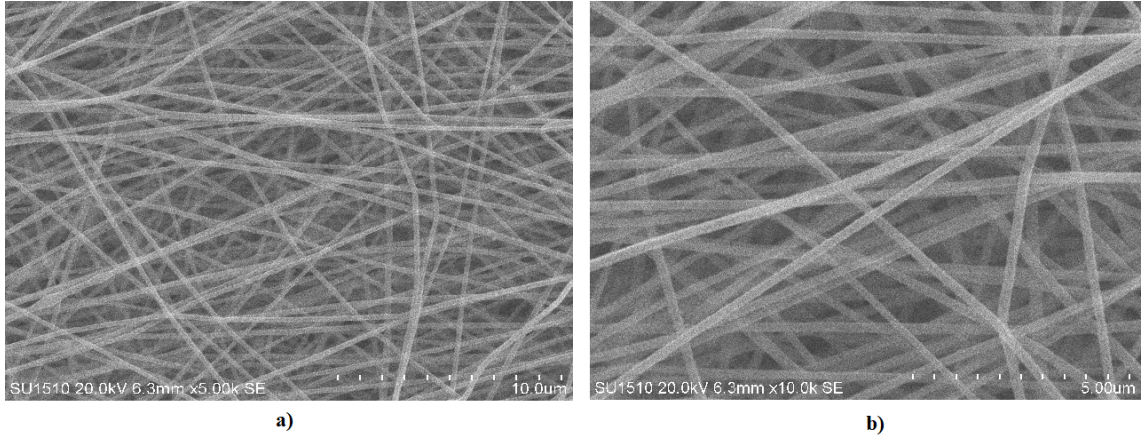
Şekil 5.1, Şekil 5.2, Şekil 5.3 ve Şekil 5.4' de sırasıyla PVA nanoelyaf ve ağırlıkça % 1, % 3 ve % 5 oranlarında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların 5.00 kX ve 10.0 kX büyütme SEM görüntüleri verilmiştir.

PVA nanoelyaf ve ağırlıkça % 1, % 3 ve % 5 oranlarında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaflara ait SEM görüntülerinden faydalanılarak Autocad programı aracılığıyla elyaf çaplarının ölçümleri yapılmıştır. Yapılan ölçümler sonucunda en küçük ve en büyük çap değerleri kullanılarak 10 farklı değer dikkate alınmış ve ortalaması verilmiştir. Ölçümleri yapılan 10 farklı çap değeri neticesinde ortalama olarak PVA nanoelyafların çap ölçümleri 220-400 nm aralığında ve ağırlıkça % 1 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların çap ölçüsü 150-335 nm aralığındadır. Ayrıca, ağırlıkça % 3 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların çap ölçüsü 115-265 nm aralığında iken ağırlıkça % 5 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların çap ölçüsü ise 95-190 nm olarak belirlenmiştir. Çizelge 5.1'de bu değerler tablo halinde verilmiştir.

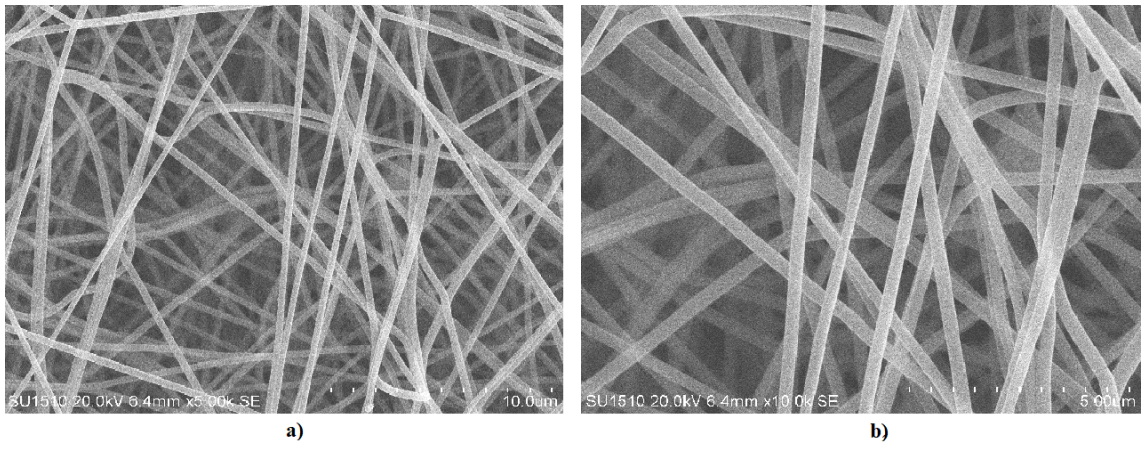
**Çizelge 5.1.** Elektro eğirme yöntemiyle üretilmiş nanoelyaflar

Nanoelyaflar	Elyaf Çap Değerleri (nm)
PVA	305±85
1KNT	240 ±90
3KNT	190 ±70
5KNT	140 ±45

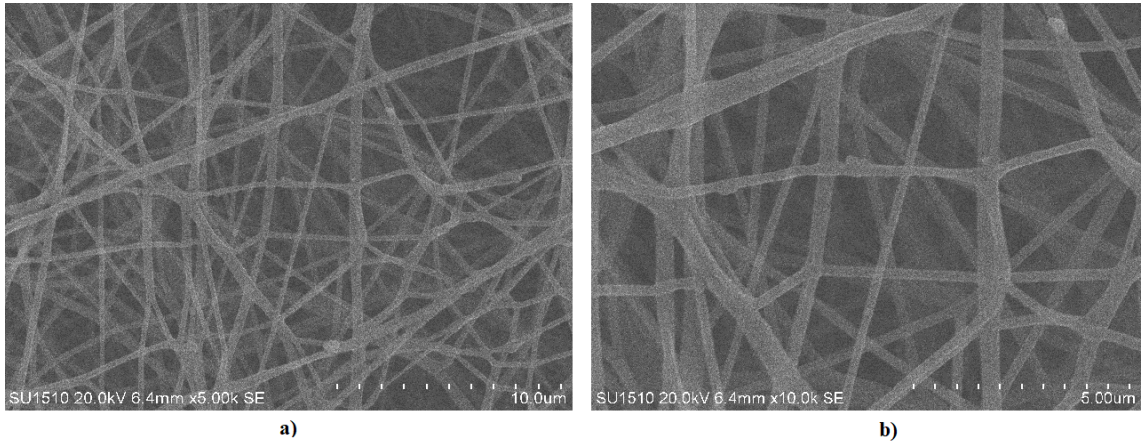
SEM görüntülerinden PVA nanoelyaf ve ağırlıkça % 1 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların boncuksuz ve homojen bir yapıda ve nanoelyafların düzgün ve pürüzsüz bir yüzeye sahip oldukları görülmektedir.



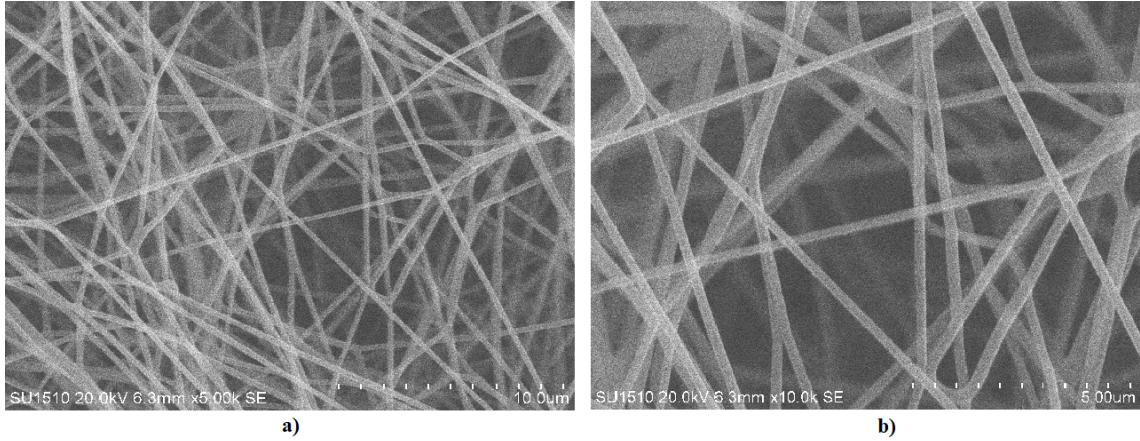
**Şekil 5.1.** PVA nanoelyafların SEM görüntüleri; a) 5.00 kX büyütme ve b) x10.00 kX büyütme



**Şekil 5.2.** Ağırlıkça %1 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların SEM görüntüleri; a) 5.00 kX büyütme ve b) 10.00 kX büyütme



**Şekil 5.3.** Ağırlıkça %3 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların SEM görüntüleri; a) 5.00 kX büyütme ve b) 10.00 kX büyütme



**Şekil 5.4.** Ağırlıkça %5 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların SEM görüntüleri; a) 5.00 kX büyütme ve b) 10.00 kX büyütme

ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaflarda toplam çözelti içerisindeki ağırlıkça ÇCKNT oranı arttıkça nanoelyaf yapısı ve elyaf çapları farklılık göstermektedir. Genel anlamda polimer çözeltisinin viskozitesinin düşük değerlerde ve elektrik iletkenliğinin olması, üretilen elyaf çaplarının ince olmasına neden olmaktadır. Elektro eğirme işleminde çözeltinin elektrik iletkenliği artırılırsa, çözeltinin taşıdığı yüklerde artacaktır. Böylece düzgün ve daha küçük çaplarda nanoelyaflar elde edilmektedir. Polimer çözeltisine ilave edilen ÇCKNT'lerin yüksek elektriksel iletkenliklerinin olmasından dolayı eklendikleri polimer çözeltisinin elektriksel iletkenliği artmaktadır. Dolayısıyla PVA çözeltisi içerisine ilave edilen ÇCKNT miktarı arttıkça nanoelyaf çapları azalarak ince elyaflar oluşmaktadır. SEM görüntüleri de bu durumu desteklemektedir.

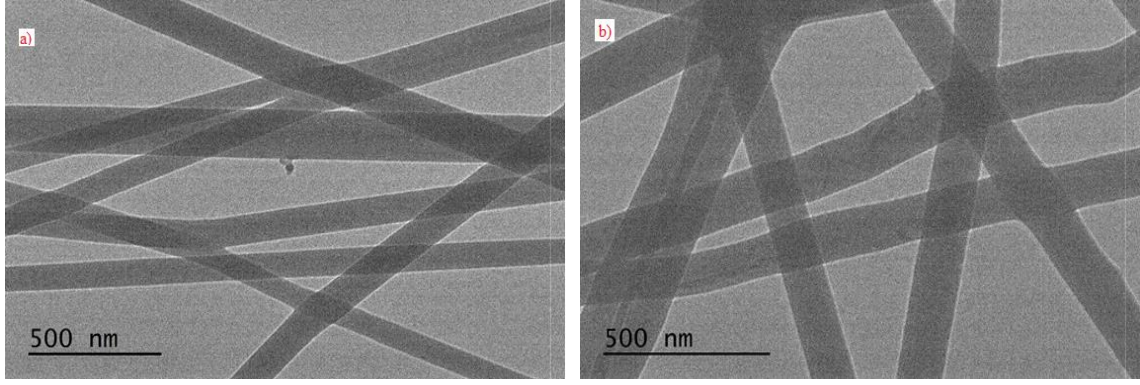
Çözelti içerisindeki ağırlıkça ÇCKNT miktarlarının artmasıyla da topaklanma artarak boncuklanmaya sebep olmaktadır. Elyaf sürekliliğinde ise kesiklikler oluşmaktadır. ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaflarda toplam çözelti içerisindeki ÇCKNT oranı arttıkça, boncuksuz ve homojen bir yapıda olmalarına rağmen PVA nanoelyaflara göre yüzeylerinin yapısı daha porozlu bir yapıda olmuştur. Ağırlıkça % 3 ve % 5 oranlarında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların SEM görüntüleri incelendiğinde bazı elyafların kırılmış olduğu görülmektedir. Bu duruma sebep olan etken ise ÇCKNT'lerin polimer çözeltisi içerisinde kısmi topaklanma oluşturarak polimer zincirleri arasında boşluk oluşturduğu değerlendirilmiştir. ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaflarda toplam çözelti içerisindeki ÇCKNT oranı arttıkça topaklanma dediğimiz ve yapısal bir kusur olan aglomerasyon artmaktadır.

Buna bağı olarak polimer zincirleri arasındaki boşluk artmakta ve nanoelyaflarda kesikli bir yapı oluşmaktadır. Bu durumlar TEM görüntüleriyle de desteklenmiştir.

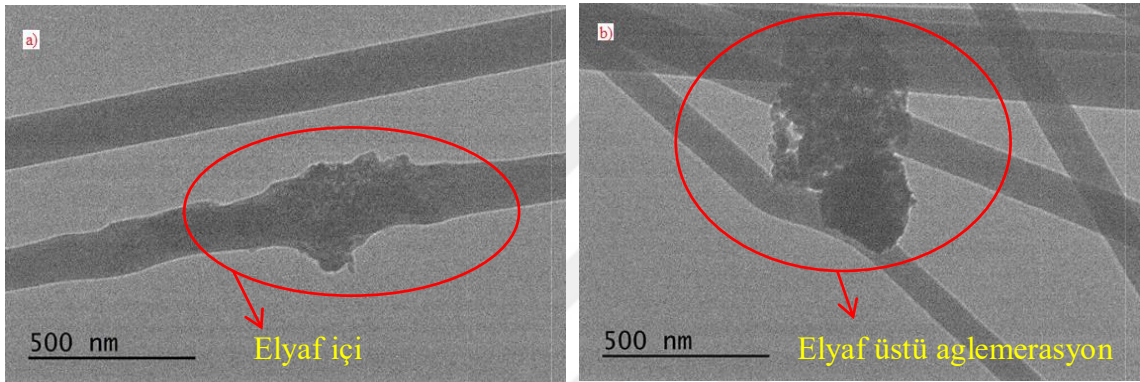
Şekil 5.4' deki SEM görüntüleri incelendiğinde, ağırlıkça % 5 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA katkılı nanoelyaflarda elyafların yapısal bütünlüğünün bozulduğu görülmektedir. Nanoelyaf eksenine doğrultusunda yapısal kusur olan aglomerasyona bağı olarak boncuklu yapıların arttığı görülmektedir.

## 5.2. Nanoelyafların TEM Görüntüleri

Şekil 5.5 ve Şekil 5.6'da elektro eğirme tekniği ile üretilen PVA nanoelyafların ve ağırlıkça % 1, % 3 ve % 5 oranlarda ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların yapılarına ait TEM görüntüleri bulunmaktadır. PVA nanoelyafların ve ağırlıkça % 1, %3 ve % 5 oranlarında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların çapları, TEM görüntüleri incelendiğinde ve Autocad programına aktarılarak çaplarının hesaplamaları yapıldığında SEM görüntülerindeki belirlenen çaplar ile benzerlik gösterdiği görüldü. Ayrıca TEM görüntüleri incelendiğinde PVA nanoelyafların eş dağılımlı ve homojen bir biçimde elde edildiği gözlemlenmektedir. Ağırlıkça % 1 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf içerisinde yer alan ÇCKNT'ler, nanoelyaf eksenine doğrultusunda homojen ve topaklanma oluşmadan düzgün bir biçimde dağılıma sahiptirler. ÇCKNT'lerin ve polimerlerin arasındaki etkileşim özellikle ÇCKNT'lerin yakınında yer alan polimerin özelliklerini daha iyi bir hale getirmekte ve mikro yapısal özelliklerini geliştirmektedir. Ayrıca hibrid nanoelyaflar ÇCKNT'lerin çıkıntılarından dolayı pürüzlü bir yüzey sergilemektedirler (Hou ve ark, 2005). Şekil 5.6'daki TEM görüntüleri incelendiğinde ağırlıkça % 3 ve % 5 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların içerisinde bulunan ÇCKNT'lerin yapısal kusur olan aglomerasyona sahip oldukları ve topaklanmalarının oldukları görülmektedir. Topaklanma oluşumu SEM görüntülerinde görülen boncuklu yapının oluşmasına sebep olmaktadır. PVA polimeri içerisindeki ÇCKNT oranı arttıkça yapısal kusur olan aglomerasyon ve topaklanma artmakta, boşluklu bir yapı oluşmaktadır. Aglomerasyon ve boncuklanma nanoelyafların yapılarını değiştirmekte ve mikro düzeyde yapısal özelliklerini negatif yönde etkilemektedir. Şekil 5.6.a'daki 3KTN'nin TEM görüntüsünde elyaf içerisinde aglomerasyon olduğu, Şekil 5.6.b'de ki 5KTN'nin TEM görüntüsünde ise elyaf üstü aglomerasyon olduğu gözlemlenmiştir.



**Şekil 5.5.** Nanoelyafların TEM görüntüleri a) PVA nanoelyaf, b) PVA + % 1 ÇCKNT nanoelyaf

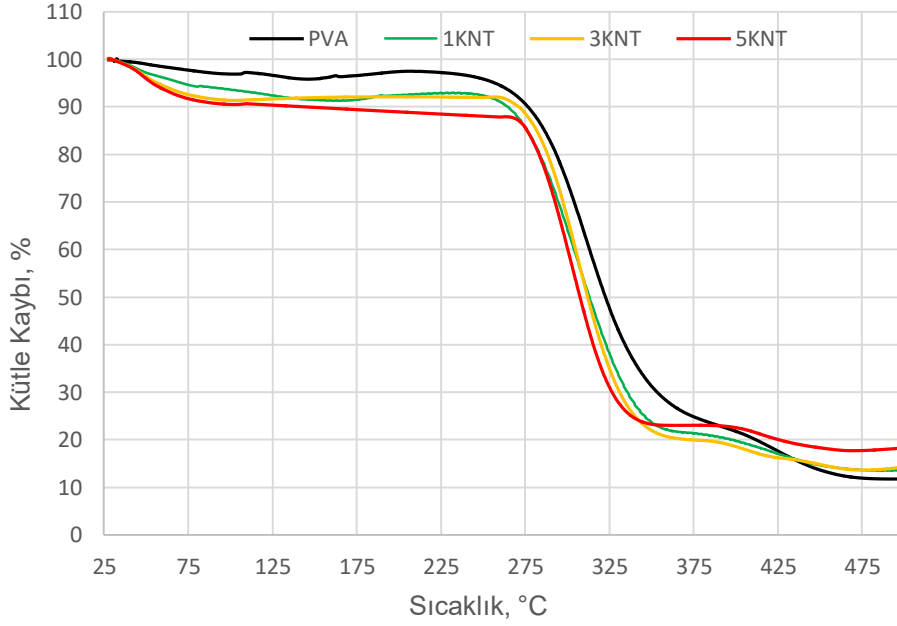


**Şekil 5.6.** Nanoelyafların TEM görüntüleri; a) PVA + % 3 ÇCKNT nanoelyaf, b) PVA + % 5 ÇCKNT nanoelyaf

### 5.3. Nanoelyafların TGA/DTA Analizleri

Bu çalışma kapsamında elektro eğirme yöntemiyle üretilen PVA nanoelyaf ve ağırlıkça % 1, % 3 ve % 5 oranlarında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların TGA sonuçları grafik olarak Şekil 5.7’de verilmiştir.

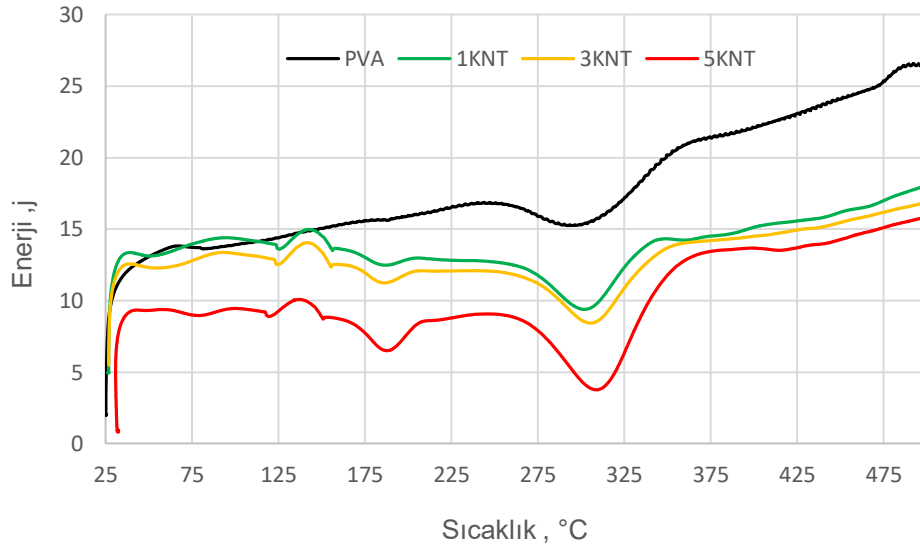
Şekil 5.7’de verilen grafikten PVA nanoelyaflara ait sırasıyla % 10, % 50 kütle kaybı ve tamamen bozunmanın gerçekleştiği sıcaklıklar 272°C, 322 °C ve 493 °C olarak elde edilmiştir. Ağırlıkça % 1 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf numunesine ait sırasıyla % 10, % 50 kütle kaybı ve tamamen bozunmanın gerçekleştiği sıcaklıklar 267 °C, 308 °C ve 467 °C’dir. Ağırlıkça % 3 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf numunesine ait sırasıyla % 10, % 50 kütle kaybı ve tamamen bozunmanın gerçekleştiği sıcaklıklar 268 °C, 312 °C ve 469 °C olarak elde edilmiştir. Ayrıca % 5 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf numunesine ait sırasıyla % 10, % 50 kütle kaybı ve tamamen bozunmanın gerçekleştiği sıcaklıklar 264 °C, 308 °C ve 463 °C değerlerinde olduğu tespit edilmiştir.



**Şekil 5.7.** PVA nanoelyaf ve % 1, % 3 ve % 5 oranlarında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların TGA eğrileri

Bu çalışma kapsamında elektro eğirme yöntemiyle üretilen PVA nanoelyaf ve ağırlıkça % 1, % 3 ve % 5 oranlarda ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların DTA sonuçları grafik olarak Şekil 5.8'de verilmiştir.

Şekil 5.8'de verilen grafikten elektro eğirme yöntemiyle üretilmiş PVA nanoelyaf ve ağırlıkça % 1, % 3 ve % 5 oranlarda ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların DTA analiz sonuçları karşılaştırıldığında, PVA nanoelyafların ve ağırlıkça % 1 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların erime sıcaklıkları ( $T_m$ ) sırasıyla 290 °C ve 298 °C'dir. Ayrıca ağırlıkça % 3 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların erime sıcaklıkları ( $T_m$ ) 302 °C iken, ağırlıkça %5 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların erime sıcaklıkları 305 °C değerindedir. Ağırlıkça % 1 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların  $T_m$  sıcaklık değeri ÇCKNT takviyesi olmayan PVA nanoelyaflarla karşılaştırıldığında daha yüksektir. Fakat ÇCKNT'lerin PVA matris içerisinde aglomer olmalarından dolayı ağırlıkça % 1 oranının üzerinde ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaflarda  $T_m$  değerlerindeki artış oranında düşüş olmuştur.



**Şekil 5.8.** PVA nanoelyaf ve % 1, % 3 ve % 5 oranlarda ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların DTA eğrileri

Şekil 5.8’de verilen grafik incelendiğinde PVA nanoelyafların ve ağırlıkça % 1 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların camsı geçiş sıcaklıkları ( $T_g$ ) sırasıyla 64 °C ve 53 °C’dir. Ayrıca ağırlıkça % 3 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların camsı geçiş sıcaklıkları ( $T_g$ ) 58 °C iken, ağırlıkça % 5 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların erime sıcaklıkları 72 °C değerindedir.

PVA nanoelyaf ve ağırlıkça farklı oranlarda ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların camsı geçiş sıcaklıkları, erime sıcaklıkları, % 10, % 50 kütle kaybı ve tamamen bozunma sıcaklıkları ve kalan kütle miktarları Çizelge 5.2’de listelenmiştir.

**Çizelge 5.2.** PVA nanoelyafların ve ÇCKNT takviyeli PVA nanoelyafların  $T_g$ ,  $T_m$ , bozunma sıcaklıkları ve % kalan kütle miktarları

Numune	$T_g$ (°C)	$T_m$ (°C)	% Kütle Kaybında Bozunma Sıcaklıkları (°C)			% Kalan Kütle Miktarı
			%10	%50	Tamamen Bozunma	
P15	75	290	272	322	493	11
1KNT	53	298	267	308	467	13
3KNT	58	302	268	312	469	14
5KNT	72	305	264	308	463	18

Termoset polimerler genel olarak nispeten yüksek çapraz bağlanma yoğunluğuna sahiptirler. Bu da yüksek bozunma sıcaklığına neden olur, nano parçacıkların varlığı polimerlerin termal kararlılıklarını esas olarak 3 yola etkileyebilir (Chisholm ve ark., 2005).

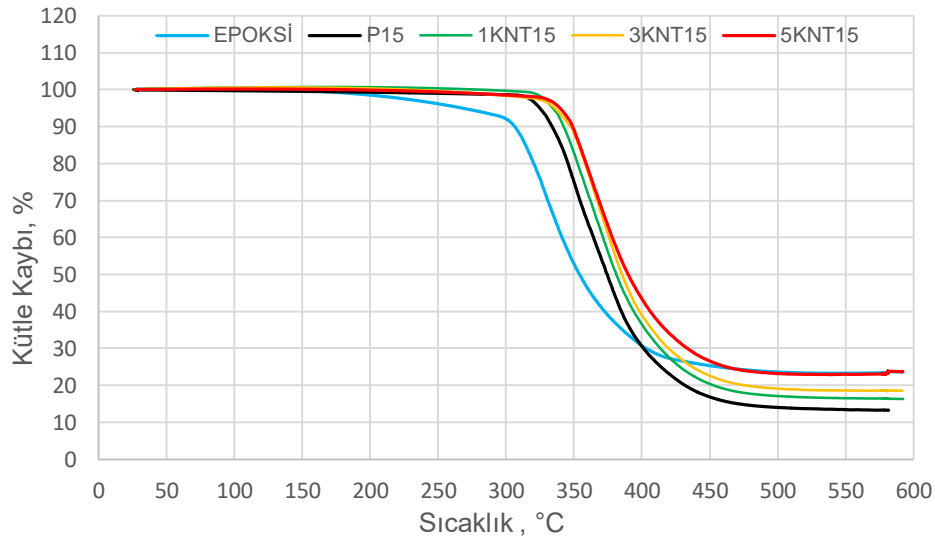
- 1) Çapraz bağlanma yoğunluğunu azaltarak,
- 2) Isıl iletkenliğini azaltarak,
- 3) Polimer zincirleri arasındaki Van der Waals etkileşimini zayıflatarak.

Nano parçacık sayısı sızma eşiği değerine ulaştıktan sonra nanoparçacıklar topaklanmaya başlayarak matris-nano parçacık arasındaki bu etkileşim azalmaktadır. Topaklanmanın sistemde kirlilik olarak işlev gördüğü nanoparçacık oranında termal kararlılık sıcaklığını azaltmaktadır (Ghosh ve ark., 2012). Topaklanan nanoparçacıklar termal analiz sırasında verilen ısıyı yutarak bozunma esnasında ek ısı kaynağı olarak davranmaktadır. Bu etki sebebi ile nanoparçacık oranı artırıldıkça tamamen bozunma sıcaklarında düşüşler gerçekleşmiştir.

#### 5.4. Nanokompozit Levhaların TGA/DTA Analizleri

Bu çalışma kapsamında elektro eğirme yöntemiyle üretilen PVA nanoelyaf ve ağırlıkça % 1, % 3 ve % 5 oranlarında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf takviyeli nanokompozit levhalardan, 15 kat nanoelyaf nanokompozit levhaların TGA ve DTA sonuçları irdelenmiştir. Bu incelemede TGA sonuçları grafik olarak Şekil 5.9'de verilmiştir.

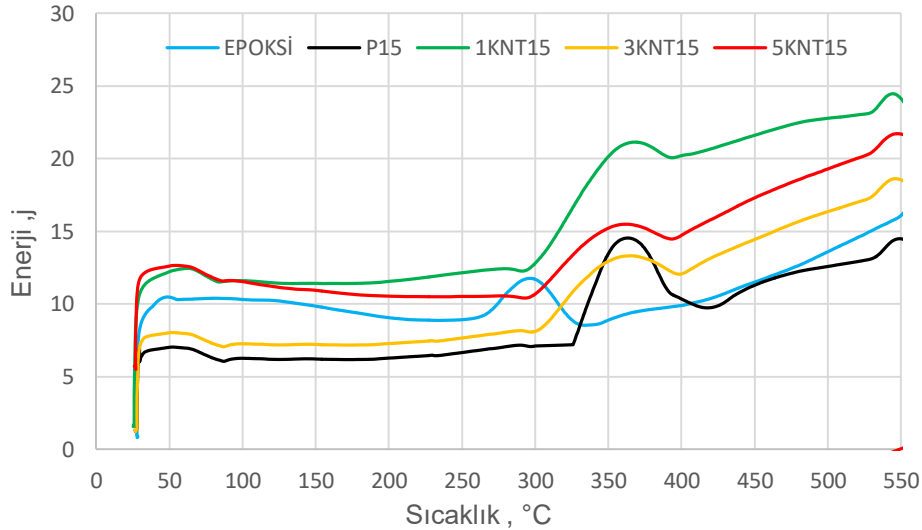
Şekil 5.9'de verilen grafikten saf epoksiye ait sırasıyla % 10, % 50 kütle kaybı ve tamamen bozunmanın gerçekleştiği sıcaklıklar 306 °C, 353 °C ve 456 °C olarak elde edilmiştir. ÇCKNT ile güçlendirilmemiş PVA nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelere ait sırasıyla % 10, % 50 kütle kaybı ve tamamen bozunmanın gerçekleştiği sıcaklıklar 334 °C, 374 °C ve 462 °C'dir. Ağırlıkça % 1 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelere ait sırasıyla % 10, % 50 kütle kaybı ve tamamen bozunmanın gerçekleştiği sıcaklıklar 342 °C, 381 °C ve 470 °C olarak elde edilmiştir. Ağırlıkça % 3 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelere ait sırasıyla % 10, % 50 kütle kaybı ve tamamen bozunmanın gerçekleştiği sıcaklıklar 347 °C, 385 °C ve 485 °C olarak elde edilmiştir. Ağırlıkça % 5 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelere ait sırasıyla % 10, % 50 kütle kaybı ve tamamen bozunmanın gerçekleştiği sıcaklıklar 348 °C, 390 °C ve 496 °C olarak elde edilmiştir.



Şekil 5.9. Nanokompozit levhaların TGA eğrileri

Bu incelemede DTA sonuçları grafik olarak Şekil 5.10'da verilmiştir. Şekil 5.10'da verilen grafikten elektro eğirme yöntemiyle üretilmiş PVA nanoelyaf ve ağırlıkça % 1, % 3 ve % 5 oranlarda ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelerin DTA analiz sonuçları karşılaştırıldığında, PVA nanoelyaf ve ağırlıkça % 1 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelerin erime sıcaklıkları ( $T_m$ ) sırasıyla 410 °C ve 387 °C'dir. Ayrıca ağırlıkça % 3 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelerin erime sıcaklıkları ( $T_m$ ) 392 °C iken, ağırlıkça % 5 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelerin erime sıcaklıkları 385 °C değerindedir. Nanoelyaf takviyesi olmayan epoksi kompozit levhaların erime sıcaklıkları ( $T_m$ ) 335 °C iken, camsı geçiş sıcaklıkları ( $T_g$ ) ise sırasıyla 48°C'dir.

Şekil 5.9'da verilen grafik incelendiğinde PVA nanoelyaf ve ağırlıkça % 1 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelerin camsı geçiş sıcaklıkları ( $T_g$ ) sırasıyla 82 °C ve 77 °C olup 50-100 °C aralığındadır. Ayrıca ağırlıkça % 3 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelerin camsı geçiş sıcaklıkları ( $T_g$ ) 79 °C iken, ağırlıkça % 5 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelerin erime sıcaklıkları 80 °C değerindedir.



Şekil 5.10. Nanokompozit levhaların DTA eğrileri

PVA nanoelyaf ve ağırlıkça farklı oranlarda ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelerin camsı geçiş sıcaklıkları, erime sıcaklıkları, % 10, % 50 kütle kaybı ve tamamen bozunma sıcaklıkları ve kalan kütle miktarları Çizelge 5.3’de listelenmiştir.

Çizelge 5.3. Nanokompozit levhaların  $T_g$ ,  $T_m$ , bozunma sıcaklıkları ve % kalan kütle miktarları

Numune	$T_g$ (°C)	$T_m$ (°C)	% Kütle Kaybında Bozunma Sıcaklıkları (°C)			% Kalan Kütle Miktarı
			% 10	% 50	Tamamen Bozunma	
EPOKSİ	48	335	306	353	456	25
P15	82	410	334	374	462	14
1KNT15	77	387	342	381	470	17
3KNT15	79	392	347	385	485	19
5KNT15	80	385	348	390	496	23

### 5.5. Nanokompozit Levhaların Çekme Deneyi Sonuçları

PVA nanoelyaf ve ağırlıkça % 1, % 3 ve % 5 oranlarında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafın, kalıp içerisinde üst üste 5/10/15 tabakalı olacak şekilde yerleştirilerek üretilmiş olan epoksi nanokompozit malzemelerin sabit çekme hızı altında çekme deneyleri gerçekleştirilmiş ve bu çekme testi sonucunda çekme gerilmesi-birim şekil değiştirme grafikleri elde edilmiştir. Nanokompozit malzemelerin

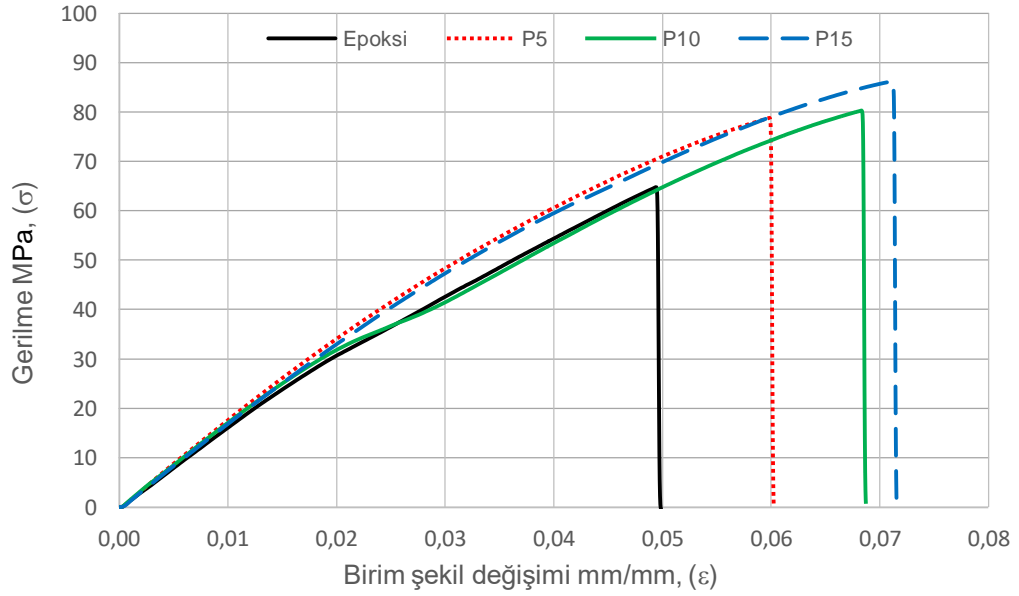
tabakalar arası olan bölgeye PVA nanoelyaf ve ağırlıkça % 1, % 3 ve % 5 oranlarında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf lar yerleştirilerek tasarlanmıştır.

Şekil 5.11’de nanoelyaf takviyesi olmayan epoksi deney numunesi ile saf PVA nanoelyaf ların üst üste 5/10/15 tabakalı olacak şekilde kalıp içerisine yerleştirilmesiyle üretilmiş kompozit malzemelerin çekme deneyi öncesi görünüşleri mevcuttur. Şekil 5.12’de de ise bu nanokompozit malzemelerin referans numunesi olan epoksi ile kıyaslandığı çekme gerilmesi-birim şekil değiştirme grafiği bulunmaktadır. Şekil 5.12’deki grafik detaylı incelendiğinde nanoelyaf takviyesi olmayan epoksi deney numunesinin çekme dayanımı 64.776 MPa, üst üste 5 tabaka yerleştirilmiş PVA nanoelyaf (P5) ile takviye edilmiş kompozit malzemenin çekme dayanımı 78,783 MPa olmuştur. Ayrıca üst üste 10 tabaka yerleştirilmiş PVA nanoelyaf (P10) ile takviye edilmiş kompozit malzemenin çekme dayanımının 80,287 MPa ve üst üste 15 tabaka yerleştirilmiş PVA nanoelyaf (P15) ile takviye edilmiş kompozit malzemenin çekme dayanımının 86,197 MPa oldukları görülmektedir. PVA nanoelyaf ile takviye edilmiş kompozit malzemelerin çekme dayanımlarının referans numunesinin çekme dayanımına göre artış gösterdiği görülmektedir. Aynı zamanda PVA nanoelyaf ile takviye edilmiş kompozit malzeme içerisindeki nanoelyaf tabakalarının artırılmasının çekme dayanımını artırdığı gözlemlenmektedir. Bunun sebebi Şekil 4.8’deki numune görselindeki uzama boyu olarak adlandırdığımız bölgede aynı matris hacmi içerisinde nanoelyaf tabakaların artmasına bağlı olarak elyaf/matris hacim oranının artmasıdır.

15 tabakalı PVA nanoelyaf içeren kompozit malzemenin çekme dayanımı 5 tabakalı PVA nanoelyaf içeren kompozit malzemeye göre % 10 oranında artmıştır. Ayrıca nanoelyaf takviyesi olmayan referans numunesine göre 5 tabakalı PVA nanoelyaf içeren kompozit malzemenin çekme dayanımı % 22 artış gösterirken, 10 tabakalı PVA nanoelyaf içeren kompozit malzemenin çekme dayanımı % 24 artış ve 15 tabakalı PVA nanoelyaf içeren kompozit malzemenin çekme dayanımı % 33 artış göstermektedir.(Şekil 5.12)



Şekil 5.11. PVA nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelerin çekme deneyi öncesi görünüşleri; a) Epoksi, b) P5, c) P10, d) P15



Şekil 5.12. PVA nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelerin çekme deneyi sonucu elde edilen gerilme-birim şekil değiştirme grafiği

Çizelge 5.4’de nanoelyaf takviye edilmemiş deney numunesi ve PVA nanoelyaf takviye edilmiş üst üste 5/10/15 tabakalı kompozit malzemelerin çekme testi sonucu hesaplanan verileri bulunmaktadır. Çizelgede bulunan elastisite modülü gerilme-birim şekil değiştirme grafiğinden, gerilmenin 10 MPa - 20 MPa olduğu aralıktan alınan değerlere göre hesaplanmıştır. Tokluk ise aynı grafikten grafik çizgisi altında kalan alan üzerinden hesaplanmıştır.

Çizelge sonuçlarına göre nanoelyaf içermeyen referans numunenin elastisite modülü 1,65 GPa olarak hesaplanmıştır. Nanoelyaf takviyesi olmayan referans numunesine göre 5 tabakalı PVA nanoelyaf ile takviyelendirilmiş kompozit malzemenin elastisite modülü % 9 artış gösterirken, 10 tabakalı PVA nanoelyaf içeren kompozit malzemenin elastisite modülü % 4 artış ve 15 tabakalı PVA nanoelyaf içeren kompozit malzemenin elastisite modülü % 5 artış göstermektedir.

Ayrıca nanoelyaf içermeyen referans numunenin tokluk değeri 1680,4 kJ/m<sup>3</sup> olarak hesaplanmıştır. Nanoelyaf takviyesi olmayan referans numunesine göre 5 tabakalı PVA nanoelyaf ile takviyelendirilmiş kompozit malzemenin tokluk değeri % 59 artış gösterirken, 10 tabakalı PVA nanoelyaf içeren kompozit malzemenin tokluk değeri % 83 artış ve 15 tabakalı PVA nanoelyaf içeren kompozit malzemenin tokluk değeri % 112 artış göstermektedir.

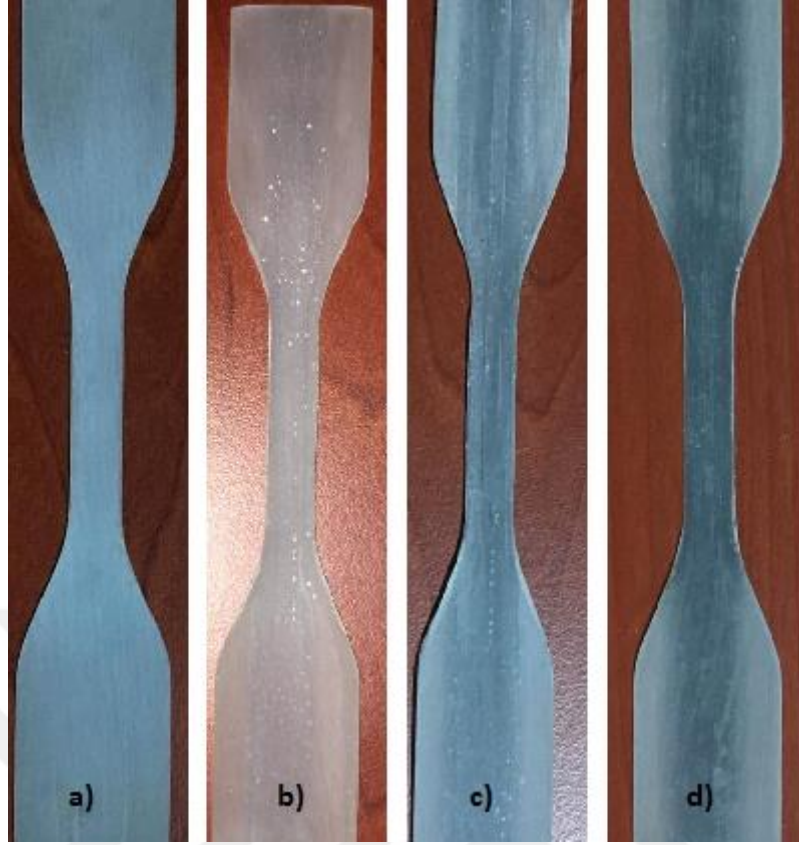
**Çizelge 5.4.** PVA nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelerin çekme deneyi verileri

Malzeme	Çekme Dayanımı N/mm <sup>2</sup> (MPa)	Maksimum Birim Şekil Değiştirme (mm/mm)	Elastiklik Modülü N/mm <sup>2</sup> (MPa)	Tokluk kJ/m <sup>3</sup>	Poissons's Oranı
<b>Epoksi</b>	64,776 ±8,0	0,050	1615,126	1680,4	0,18718
<b>P5</b>	78,783 ±6,0	0,060	1753,986	2676,8	0,19315
<b>P10</b>	80,287 ±7,5	0,069	1684,371	3085,1	0,25059
<b>P15</b>	86,197 ±6,5	0,072	1696,573	3568,4	0,20570

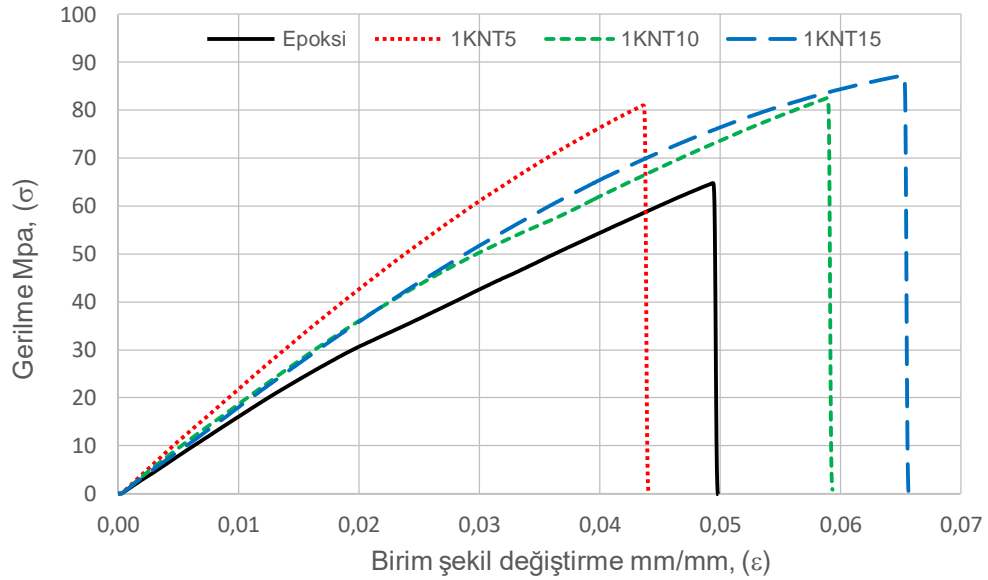
Şekil 5.13’de nanoelyaf takviyesi olmayan epoksi deney numunesi ile ağırlıkça % 1 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların üst üste 5/10/15 tabakalı olacak şekilde kalıp içerisine yerleştirilmesiyle üretilmiş kompozit malzemelerin sabit yük altında çekme deneyi öncesi görünüşleri mevcuttur. Şekil 5.14’de de ise bu nanokompozit malzemelerin kıyaslandığı çekme gerilmesi-birim şekil değiştirme grafiği bulunmaktadır. Şekil 5.14’deki grafik detaylı incelendiğinde nanoelyaf takviyesi olmayan epoksi deney numunesinin çekme dayanımı 64.776 MPa, üst üste 5 tabaka

yerleştirilmiş % 1 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf (1KNT5) ile takviye edilmiş kompozit malzemenin çekme dayanımı 81,007 MPa olmuştur. Ayrıca üst üste 10 tabaka yerleştirilmiş % 1 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf (1KNT10) ile takviye edilmiş kompozit malzemenin çekme dayanımının 82,534 MPa ve üst üste 15 tabaka yerleştirilmiş % 1 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf (1KNT15) ile takviye edilmiş kompozit malzemenin çekme dayanımının 87,232 MPa oldukları görülmektedir. % 1 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf ile takviye edilmiş kompozit malzemenin çekme dayanımının referans numunesinin çekme dayanımına göre artış gösterdiği görülmüştür. Aynı zamanda % 1 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf ile takviye edilmiş kompozit malzeme içerisindeki nanoelyaf tabakalarının artırılmasının çekme dayanımını artırdığı gözlemlenmektedir. Bunun sebebi Şekil 4.8'deki numune görselindeki uzama boyu olarak adlandırdığımız bölgede aynı matris hacmi içerisinde nanoelyaf tabakaların artmasına bağlı olarak elyaf/matris hacim oranının artmasıdır.

15 tabakalı % 1 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf içeren kompozit malzemenin çekme dayanımı, 5 tabakalı %1 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf içeren kompozit malzemeye göre % 7,5 oranında artmıştır. Ayrıca nanoelyaf takviyesi olmayan referans numunesine göre 5 tabakalı % 1 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf içeren kompozit malzemenin çekme dayanımı % 25 artış gösterirken, 10 tabakalı % 1 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf içeren kompozit malzemenin çekme dayanımı % 27,5 artış ve 15 tabakalı %1 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf içeren kompozit malzemenin çekme dayanımı % 34,5 artış göstermektedir. (Şekil 5.14)



**Şekil 5.13.** Ağırlıkça % 1 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelerin çekme deneyi öncesi görüntüleri;  
a) Epoksi, b) 1KNT5, c) 1KNT10, d) 1KNT15



**Şekil 5.14.** Ağırlıkça % 1 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelerin çekme deneyi sonucu elde edilen gerilme-birim şekil değiştirme grafiği

Çizelge 5.5’de nanoelyaf takviye edilmemiş deney numunesi ve ağırlıkça % 3 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf takviye edilmiş üst üste 5/10/15 tabakalı kompozit malzemelerin çekme testi sonucu hesaplanan verileri bulunmaktadır. Çizelgede bulunan elastisite modülü gerilme-birim şekil değiştirme grafiğinden gerilmenin 10 MPa - 20 MPa olduğu aralıktan alınan değerlere göre hesaplanmıştır. Tokluk ise aynı grafikten grafik çizgisi altında kalan alan üzerinden hesaplanmıştır.

Çizelge sonuçlarına göre nanoelyaf içermeyen referans numunenin elastisite modülü 1,65 GPa olarak hesaplanmıştır. Nanoelyaf takviyesi olmayan referans numunesine göre 5 tabakalı % 1 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf içeren kompozit malzemenin elastisite modülü % 34 artış gösterirken, 10 tabakalı % 1 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf içeren kompozit malzemenin elastisite modülü % 15 artış ve 15 tabakalı % 1 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf içeren kompozit malzemenin elastisite modülü % 13 artış göstermektedir.

Ayrıca nanoelyaf içermeyen referans numunenin tokluk değeri 1680,4 kJ/m<sup>3</sup> olarak hesaplanmıştır. Nanoelyaf takviyesi olmayan referans numunesine göre 5 tabakalı % 1 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf içeren kompozit malzemenin tokluk değeri % 12 artış gösterirken, 10 tabakalı % 1 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf içeren kompozit malzemenin tokluk değeri % 60 artış ve 15 tabakalı % 1 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf içeren kompozit malzemenin tokluk değeri % 96 artış göstermektedir.

**Çizelge 5.5.** % 1 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelerin çekme deneyi verileri

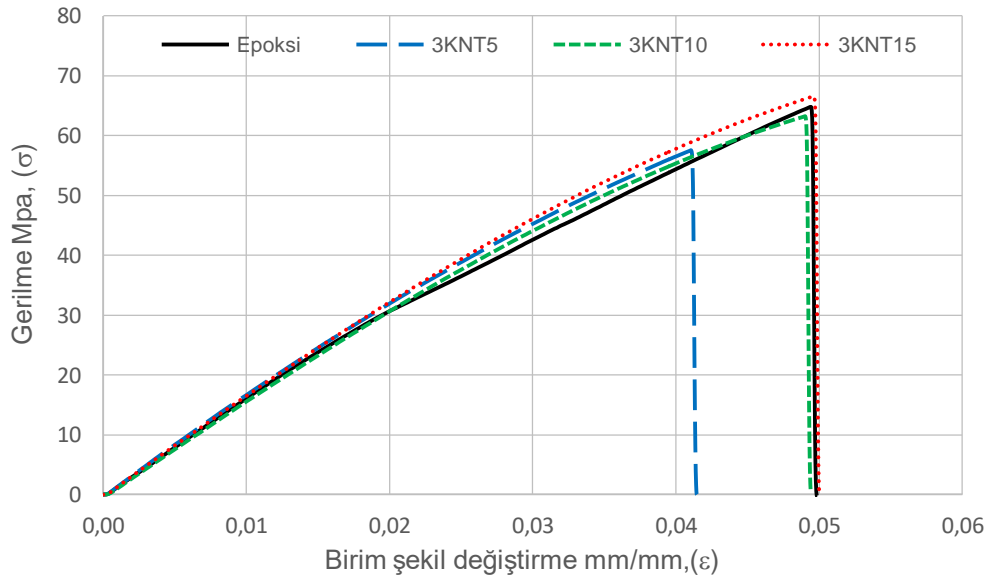
Malzeme	Çekme Dayanımı N/mm <sup>2</sup> (MPa)	Maksimum Birim Şekil Değiştirme (mm/mm)	Elastiklik Modülü N/mm <sup>2</sup> (MPa)	Tokluk kJ/m <sup>3</sup>	Poissons's Oranı
<b>Epoksi</b>	64,776 ±8,0	0,050	1615,126	1680,4	0,18718
<b>1KNT5</b>	81,007 ±6,5	0,044	2175,534	1895,7	0,20050
<b>1KNT10</b>	82,534 ±5,0	0,059	1859,487	2691,3	0,21449
<b>1KNT15</b>	87,232 ±5,5	0,066	1829,233	3302,6	0,19326

Şekil 5.15’de nanoelyaf takviyesi olmayan epoksi deney numunesi ile ağırlıkça % 3 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların üst üste 5/10/15 tabakalı olacak şekilde kalıp içerisine yerleştirilmesiyle üretilmiş kompozit malzemelerin çekme deneyi öncesi görünüşleri mevcuttur. Şekil 5.16’da de ise bu nanokompozit malzemelerin kıyaslandığı çekme gerilmesi-birim şekil değiştirme grafiği

bulunmaktadır. Şekil 5.16'daki grafik detaylı incelendiğinde nanoelyaf takviyesi olmayan epoksi deney numunesinin çekme dayanımı 64.776 MPa, üst üste 5 tabaka yerleştirilmiş % 3 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf (3KNT5) ile takviye edilmiş kompozit malzemenin çekme dayanımı 57,520 MPa olmuştur. Ayrıca üst üste 10 tabaka yerleştirilmiş % 3 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf (3KNT10) ile takviye edilmiş kompozit malzemenin çekme dayanımının 63,193 MPa ve üst üste 15 tabaka yerleştirilmiş % 3 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf (3KNT15) ile takviye edilmiş kompozit malzemenin çekme dayanımının 66,557 MPa oldukları görülmektedir. % 3 ÇCKNT ile güçlendirilmiş üst üste yerleştirilmiş 5 ve 10 tabakalı PVA nanoelyaf ile takviye edilmiş kompozit malzemenin çekme dayanımının referans numunesinin çekme dayanımına göre azalma gösterdiği fakat 15 tabakalı PVA nanoelyaf ile takviye edilmiş kompozit malzemenin çekme dayanımının artış gösterdiği görülmüştür. Ayrıca % 3 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf ile takviye edilmiş kompozit malzeme içerisindeki nanoelyaf tabakalarının artırılmasının çekme dayanımını artırdığı gözlemlenmektedir. Bunun sebebi Şekil 4.8'deki numune görselindeki uzama boyu olarak adlandırdığımız bölgede aynı matris hacmi içerisinde nanoelyaf tabakaların artmasına bağlı olarak elyaf/matris hacim oranının artmasıdır. 15 tabakalı % 3 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf içeren kompozit malzemenin çekme dayanımı 5 tabakalı % 3 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf içeren kompozit malzemeye göre % 15,7 oranında artmıştır. Ayrıca nanoelyaf takviyesi olmayan referans numunesine göre 5 tabakalı % 3 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf içeren kompozit malzemenin çekme dayanımı % 12,6 azalma gösterirken, 10 tabakalı % 3 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf içeren kompozit malzemenin çekme dayanımı % 2,5 azalma göstermiştir. Lakin 15 tabakalı % 3 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf içeren kompozit malzemenin çekme dayanımı % 2,7 artış göstermektedir. (Şekil 5.16)



**Şekil 5.15.** Ağırlıkça % 3 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelerin çekme deneyi öncesi görüntüleri;  
a) Epoksi, b) 3KNT5, c) 3KNT10, d) 3KNT15



**Şekil 5.16.** Ağırlıkça % 3 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelerin çekme deney testi sonucu elde edilen gerilme-birim şekil değiştirme grafiği

Çizelge 5.6’da nanoelyaf takviye edilmemiş deney numunesi ve % 3 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf takviye edilmiş üst üste 5/10/15 tabakalı kompozit malzemelerin çekme testi sonucu hesaplanan verileri bulunmaktadır. Çizelgede bulunan elastisite modülü gerilme-birim şekil değiştirme grafiğinden gerilmenin 10 MPa - 20 MPa olduğu aralıktan alınan değerlere göre hesaplanmıştır. Tokluk ise aynı grafikten grafik çizgisi altında kalan alan üzerinden hesaplanmıştır.

Çizelge sonuçlarına göre nanoelyaf içermeyen referans numunenin elastisite modülü 1,65 GPa olarak hesaplanmıştır. Nanoelyaf takviyesi olmayan referans numunesine göre 5 tabakalı % 3 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf ile takviyelendirilmiş kompozit malzemenin elastisite modülü % 1,3 artış gösterirken, 10 tabakalı % 3 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf içeren kompozit malzemenin elastisite modülü % 2,4 azalma ve 15 tabakalı % 3 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf içeren kompozit malzemenin elastisite modülü % 2 artış göstermektedir.

Ayrıca nanoelyaf içermeyen referans numunenin tokluk değeri 1680,4 kJ/m<sup>3</sup> olarak hesaplanmıştır. Nanoelyaf takviyesi olmayan referans numunesine göre 5 tabakalı % 3 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf içeren kompozit malzemenin tokluk değeri % 25 azalma gösterirken, 10 tabakalı % 3 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf içeren kompozit malzemenin tokluk değerinde değişiklik olmamıştır. 15 tabakalı % 3 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf içeren kompozit malzemenin tokluk değeri ise referans numunesine göre yaklaşık % 8 artış göstermektedir.

**Çizelge 5.6.** % 3 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelerin çekme deneyi sonucu verileri

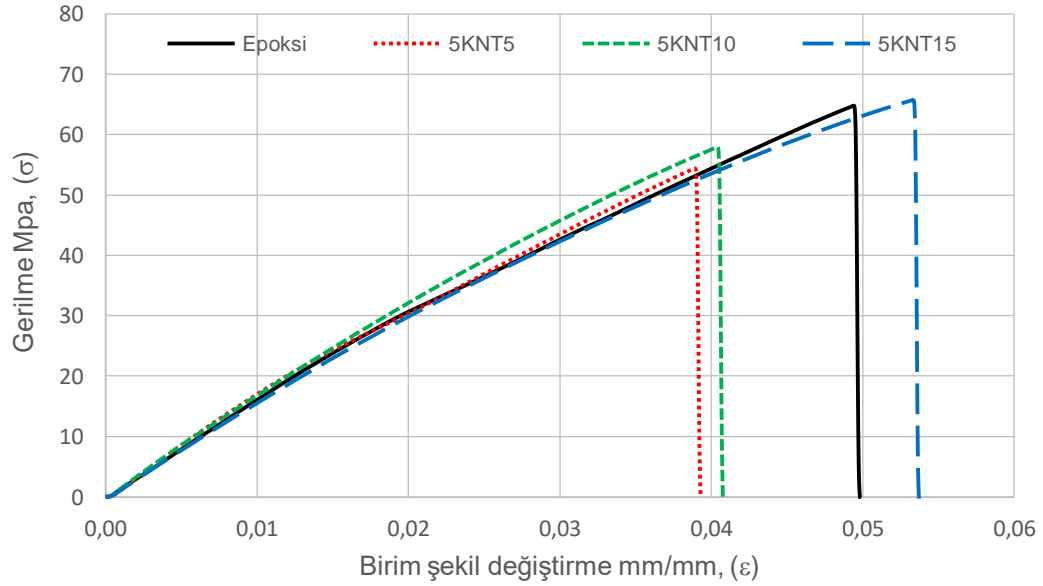
Malzeme	Çekme Dayanımı N/mm <sup>2</sup> (MPa)	Maksimum Birim Şekil Değiştirme (mm/mm)	Elastiklik Modülü N/mm <sup>2</sup> (MPa)	Tokluk kJ/m <sup>3</sup>	Poisson's Oranı
<b>Epoksi</b>	64,776 ±8,0	0,050	1615,126	1680,4	0,18718
<b>3KNT5</b>	57,520 ±2,5	0,041	1636,056	1253,9	0,21212
<b>3KNT10</b>	63,193 ±5,0	0,049	1576,649	1690,5	0,20043
<b>3KNT15</b>	66,557 ±4,0	0,050	1646,697	1805,4	0,23116

Şekil 5.17’de nanoelyaf takviyesi olmayan epoksi deney numunesi ile ağırlıkça % 5 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların üst üste 5/10/15 tabakalı olacak şekilde kalıp içerisine yerleştirilmesiyle üretilmiş kompozit malzemelerin çekme deneyi öncesi görüntüleri mevcuttur. Şekil 5.18’de de ise bu nanokompozit malzemelerin kıyaslandığı çekme gerilmesi-birim şekil değiştirme grafiği bulunmaktadır. Şekil

5.18'deki grafik detaylı incelendiğinde nanoelyaf takviyesi olmayan epoksi deney numunesinin çekme dayanımı 64.776 MPa, üst üste 5 tabaka yerleştirilmiş % 5 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf (5KNT5) ile takviye edilmiş kompozit malzemenin çekme dayanımı 54,398 MPa olmuştur. Ayrıca üst üste 10 tabaka yerleştirilmiş % 5 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf (5KNT10) ile takviye edilmiş kompozit malzemenin çekme dayanımının 57,935 MPa ve üst üste 15 tabaka yerleştirilmiş % 5 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf (5KNT15) ile takviye edilmiş kompozit malzemenin çekme dayanımının 65,736 MPa oldukları görülmektedir. % 5 ÇCKNT ile güçlendirilmiş üst üste yerleştirilmiş 5 ve 10 tabakalı PVA nanoelyaf ile takviye edilmiş kompozit malzemenin çekme dayanımının referans numunesinin çekme dayanımına göre azalma gösterdiği fakat 15 tabakalı PVA nanoelyaf ile takviye edilmiş kompozit malzemenin çekme dayanımının artış gösterdiği görülmüştür. Ayrıca % 5 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf ile takviye edilmiş kompozit malzeme içerisindeki nanoelyaf tabakalarının artırılmasının çekme dayanımını artırdığı gözlemlenmektedir. Bunun sebebi Şekil 4.8'deki numune görselindeki uzama boyu olarak adlandırdığımız bölgede aynı matris hacmi içerisinde nanoelyaf tabakaların artmasına bağlı olarak elyaf/matris hacim oranının artmasıdır. 15 tabakalı % 5 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf içeren kompozit malzemenin çekme dayanımı 5 tabakalı % 5 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf içeren kompozit malzemeye göre % 21 oranında artmıştır. Ayrıca nanoelyaf takviyesi olmayan referans numunesine göre 5 tabakalı % 5 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf içeren kompozit malzemenin çekme dayanımı % 19 azalma gösterirken, 10 tabakalı % 5 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf içeren kompozit malzemenin çekme dayanımı % 12 azalma göstermiştir. Lakin 15 tabakalı %5 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf içeren kompozit malzemenin çekme dayanımı % 1,5 artış göstermektedir. (Şekil 5.18)



**Şekil 5.17.** Ağırlıkça % 5 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf takviyeli kompozitlerin çekme deneyi öncesi görünümleri;  
a) Epoksi, b) 5KNT5, c) 5KNT10, d) 5KNT15



**Şekil 5.18.** Ağırlıkça % 5 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelerin çekme deneyi sonucu elde edilen gerilme-birim şekil değiştirme grafiği

Çizelge 5.7’de nanoelyaf takviye edilmemiş deney numunesi ve % 5 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf takviye edilmiş üst üste 5/10/15 tabakalı kompozit malzemelerin çekme testi sonucu hesaplanan verileri bulunmaktadır. Çizelgede bulunan elastisite modülü gerilme-birim şekil değiştirme grafiğinden gerilmenin 10 MPa - 20 MPa olduğu aralıktan alınan değerlere göre hesaplanmıştır. Tokluk ise aynı grafikten grafik çizgisi altında kalan alan üzerinden hesaplanmıştır.

Çizelge sonuçlarına göre nanoelyaf içermeyen referans numunenin elastisite modülü 1,65 GPa olarak hesaplanmıştır. Nanoelyaf takviyesi olmayan referans numunesine göre 5 tabakalı % 5 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf ile takviyelendirilmiş kompozit malzemenin elastisite modülü % 0,8 artış gösterirken, 10 tabakalı % 5 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf içeren kompozit malzemenin elastisite modülü % 0,5 artış göstermiştir. Lakin 15 tabakalı % 5 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf içeren kompozit malzemenin elastisite modülü % 5,5 azalma göstermektedir.

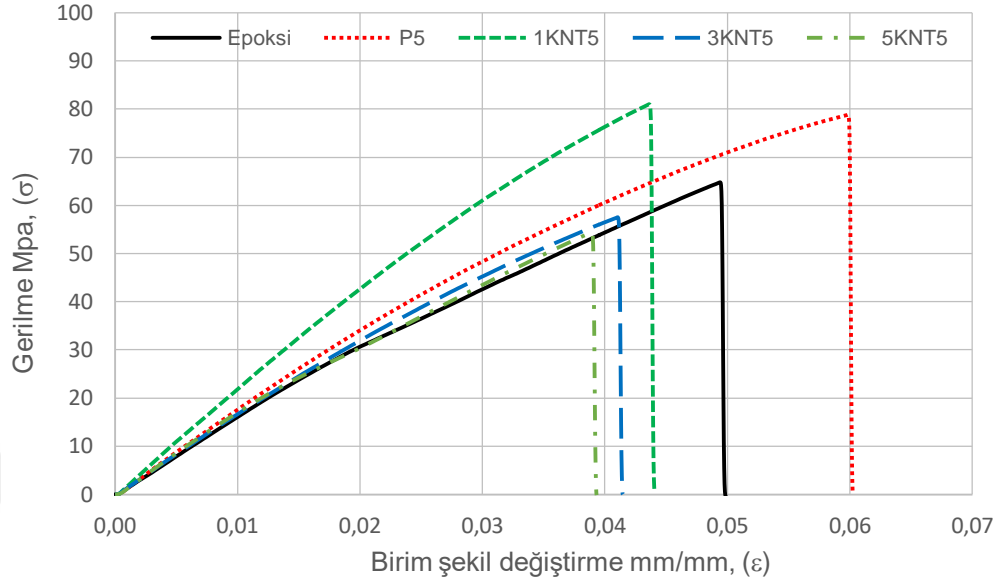
Ayrıca nanoelyaf içermeyen referans numunenin tokluk değeri 1680,4 kJ/m<sup>3</sup> olarak hesaplanmıştır. Nanoelyaf takviyesi olmayan referans numunesine göre 5 tabakalı % 5 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf içeren kompozit malzemenin tokluk değeri % 35 azalma gösterirken, 10 tabakalı % 5 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf içeren kompozit malzemenin tokluk değeri % 28 azalma göstermiştir. 15 tabakalı % 5 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf içeren kompozit malzemenin tokluk değeri ise referans numunesine göre yaklaşık % 11 artış göstermektedir.

**Çizelge 5.7.** % 5 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelerin çekme deneyi sonucu verileri

Malzeme	Çekme Dayanımı N/mm <sup>2</sup> (MPa)	Maksimum Birim Şekil Değiştirme (mm/mm)	Elastiklik Modülü N/mm <sup>2</sup> (MPa)	Tokluk kJ/m <sup>3</sup>	Poissons's Oranı
<b>Epoksi</b>	64,776 ±8,0	0,050	1615,126	1680,4	0,18718
<b>5KNT5</b>	54,398 ±9,0	0,039	1629,482	1080,3	0,22543
<b>5KNT10</b>	57,935 ±11,0	0,041	1622,930	1213,9	0,21784
<b>5KNT15</b>	65,736 ±8,5	0,054	1529,591	1868,4	0,19547

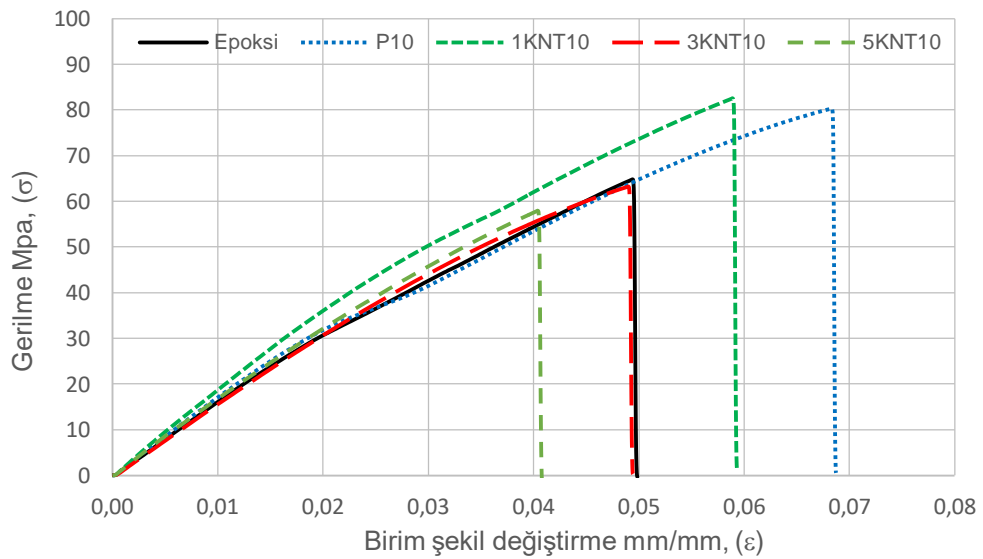
Şekil 5.19’da nanoelyaf takviyesi olmayan epoksi deney numunesi ile ağırlıkça % 1, % 3 ve % 5 oranlarında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların üst üste 5 tabakalı olacak şekilde kalıp içerisine yerleştirilmesiyle üretilmiş kompozit

malzemelerin kıyaslandığı çekme gerilmesi-birim şekil değiştirme grafiği bulunmaktadır.



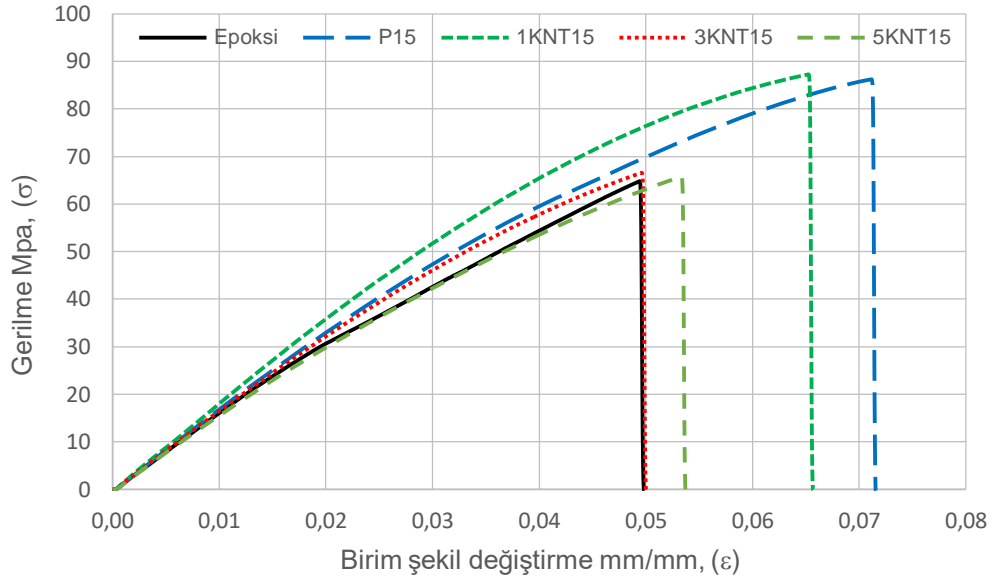
**Şekil 5.19.** 5 tabakalı nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelerin çekme deney testi sonucu elde edilen gerilme-birim şekil değiştirme grafiği

Şekil 5.20’de nanoelyaf takviyesi olmayan deney numunesi ile ağırlıkça % 1, %3 ve % 5 oranlarında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların üst üste 10 tabakalı olacak şekilde kalıp içerisine yerleştirilmesiyle üretilmiş kompozit malzemelerin kıyaslandığı çekme gerilmesi-birim şekil değiştirme grafiği bulunmaktadır.



**Şekil 5.20.** 10 tabakalı nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelerin çekme deney testi sonucu elde edilen gerilme-birim şekil değiştirme grafiği

Şekil 5.21’de nanoelyaf takviyesi olmayan deney numunesi ile ağırlıkça % 1, %3 ve % 5 oranlarında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların üst üste 15 tabakalı olacak şekilde kalıp içerisine yerleştirilmesiyle üretilmiş kompozit malzemelerin kıyaslandığı çekme gerilmesi-birim şekil değiştirme grafiği bulunmaktadır.

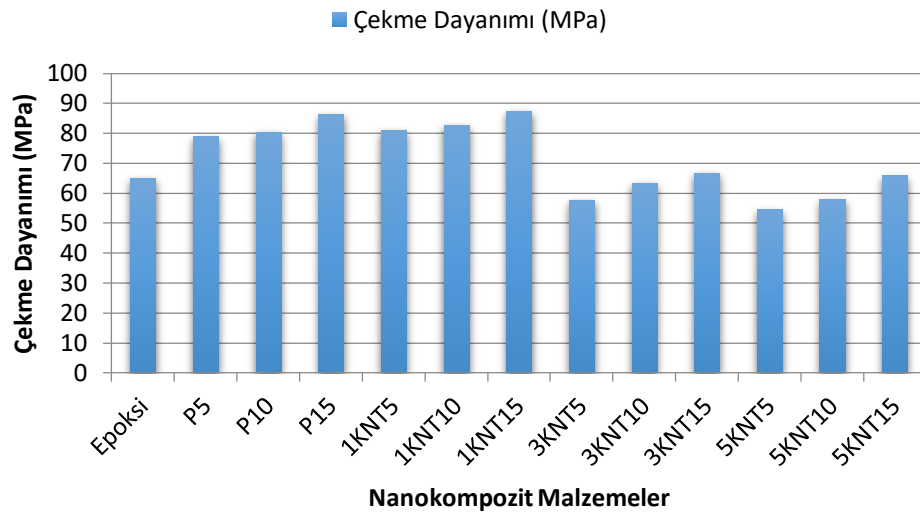


Şekil 5.21. 15 tabakalı nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelerin çekme deney testi sonucu elde edilen gerilme-birim şekil değiştirme grafiği

Çizelge 5.8’de nanoelyaf takviye edilmemiş deney numunesi ve PVA nanoelyaf ve % 1, % 3 ve % 5 ÇCKNT ile güçlendirilmiş 5/10/15 tabakalı PVA nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelerin çekme testi sonucu hesaplanan verileri bulunmaktadır.

**Çizelge 5.8.** PVA nanoelyaf ve % 1, % 3 ve % 5 ÇCKNT ile güçlendirilmiş 5/10/15 tabakalı PVA nanoelyaf takviyeli nanokompozit malzemelerin çekme deneyi sonucu verileri

Malzeme	Çekme Dayanımı N/mm <sup>2</sup> (MPa)	Maksimum Birim Şekil Değişirme (mm/mm)	Elastiklik Modülü N/mm <sup>2</sup> (MPa)	Tokluk kJ/m <sup>3</sup>	Poissons's Oranı
<b>Epoksi</b>	64,776 ±8,0	0,050	1615,126	1680,4	0,18718
<b>P5</b>	78,783 ±6,0	0,060	1753,986	2676,8	0,19315
<b>P10</b>	80,287 ±7,5	0,069	1684,371	3085,1	0,25059
<b>P15</b>	86,197 ±6,5	0,072	1696,573	3568,4	0,20570
<b>1KNT5</b>	81,007 ±6,5	0,044	2175,534	1895,7	0,20050
<b>1KNT10</b>	82,534 ±5,0	0,059	1859,487	2691,3	0,21449
<b>1KNT15</b>	87,232 ±5,5	0,066	1829,233	3302,6	0,19326
<b>3KNT5</b>	57,520 ±2,5	0,041	1636,056	1253,9	0,21212
<b>3KNT10</b>	63,193 ±5,0	0,049	1576,649	1690,5	0,20043
<b>3KNT15</b>	66,557 ±4,0	0,050	1646,697	1805,4	0,23116
<b>5KNT5</b>	54,398 ±9,0	0,039	1629,482	1080,3	0,22543
<b>5KNT10</b>	57,935 ±11,0	0,041	1622,930	1213,9	0,21784
<b>5KNT15</b>	65,736 ±8,5	0,054	1529,591	1868,4	0,19547



**Şekil 5.22.** Nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelerin çekme deney testi sonucu elde edilen çekme dayanımı grafiği

Çekme deneyi sonucunda, nanokompozit malzemelerin tabakalar arası olan bölgesine PVA nanoelyafların takviye edilmesi, kompozit malzemenin çekme dayanımlarını ve birim şekil değişirme gibi mekanik özelliklerini genel anlamda olumlu yönde etkilemiş ve değiştirmiştir. Bu olumlu yöndeki değişim de, kompozit malzemelerde kullanılan nanoelyafların karakteristik özelliklerinin de önemli ölçüde etkisi bulunmaktadır. Kullanılan nanoelyafların yapısı, geometrik dizilimi, fiziksel ve

kimyasal özellikleri ile nanoelyaflar arasındaki etkileşimi, elektro eğirme yöntemiyle üretilmiş nanoelyafların mekanik özelliklerini büyük ölçüde etkilemektedir. Bundan dolayı üretilen nanoelyafların bireysel mekanik özelliklerinin belirlenmesi büyük bir öneme sahiptir.

PVA nanoelyaflar ve ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaflar takviye edilmiş aynı çözeltiye sahip kompozit malzeme içerisindeki, nanoelyaf tabakalarının artırılmasının çekme dayanımını ve malzeme tokluğunu artırdığı gözlemlenmektedir. Çizelge 5.8 incelendiğinde aynı çözeltiye sahip nanokompozit malzemelerin içerisindeki nanoelyaf tabakasının artması ile çekme dayanımı ve malzeme tokluğu artmaktadır. PVA nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelerde çekme dayanımı ve malzeme tokluğu, büyükten küçüğe doğru sırasıyla P15, P10 ve P5 kompozit malzemelerde olurken, benzer durumlar % 1, % 3 ve % 5 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf takviyeli malzemelerde de gözlemlenmiştir. Bunun sebebi Şekil 4.8'deki numune görselindeki uzama boyu olarak adlandırdığımız bölgede aynı matris hacmi içerisinde nanoelyaf tabakaların artmasına bağlı olarak elyaf/matris hacim oranının artmasıdır.

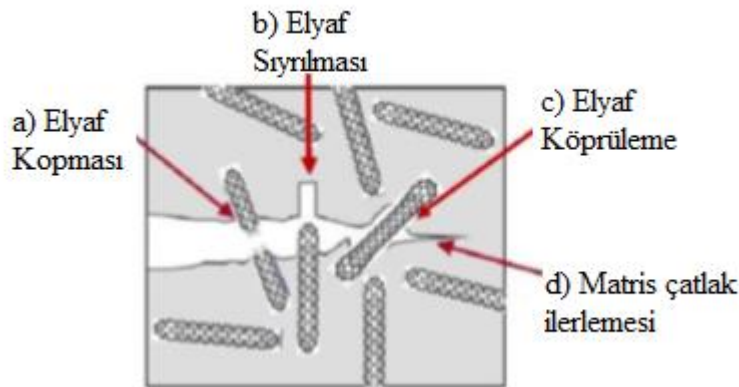
ÇCKNT'lerin nanoelyaflara ilave edilmesi kompozit malzemelerin mekanik, iletkenlik ve termal özellikleri üzerinde önemli bir yer tutmaktadır. Ağırlıkça % 1 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların çekme dayanımında ve tokluk değerlerinde, aynı kat nanoelyafa sahip saf PVA nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelere göre artış görülmüştür. Lakin ağırlıkça % 3 ve % 5 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların çekme dayanımında ve tokluk değerlerinde, aynı kat nanoelyafa sahip saf PVA nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelere göre düşüş görülmüştür. Aynı kat nanoelyafa sahip % 1 % 3 ve % 5 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaflar takviyeli nanokompozit malzemeler kıyaslandığında ÇCKNT oranının artması ile çekme dayanımı ve tokluk değerlerinde düşme görülmektedir. Bunun sebebi, TEM görüntülerinde de görüldüğü gibi ağırlıkça % 3 ve % 5 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların yapısında hem elyaf içerisinde hem de elyaf üzerinde ara ara aglomerasyon oluşması ve iyi ıslanabilirliğin olmamasıdır. Yapısal bir kusur olan aglomerasyon oluşumu, nanoelyafların genellikle mekaniksel özelliklerini negatif yönde etkilerken nanokompozit malzemelerin üretiminde kürlenme sıcaklığı vs. gibi üretim parametreleriyle olumlu yönde değişebilir.

Üretilen nanokompozit malzemelerin morfolojik özellikleri ve çekme testi sonuçları göz önüne alındığında, nanoelyaf tabaka sayısı sabit tutulduğunda, nanoelyaf

çözeltisi içerisindeki ağırlıkça ÇCKNT oranı artırıldığında kompozit malzemenin çekme dayanımı, maksimum birim şekil değiştirme ve tokluğu azalırken; ağırlıkça aynı oranda ÇCKNT içeren PVA nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelerde nanoelyaf tabakalarının artması çekme dayanımını, maksimum birim şekil değiştirmeyi ve tokluğu artırmaktadır.

### 5.6. Nanokompozit Levhaların Kırılma Yüzeylerinin SEM Görüntüleri

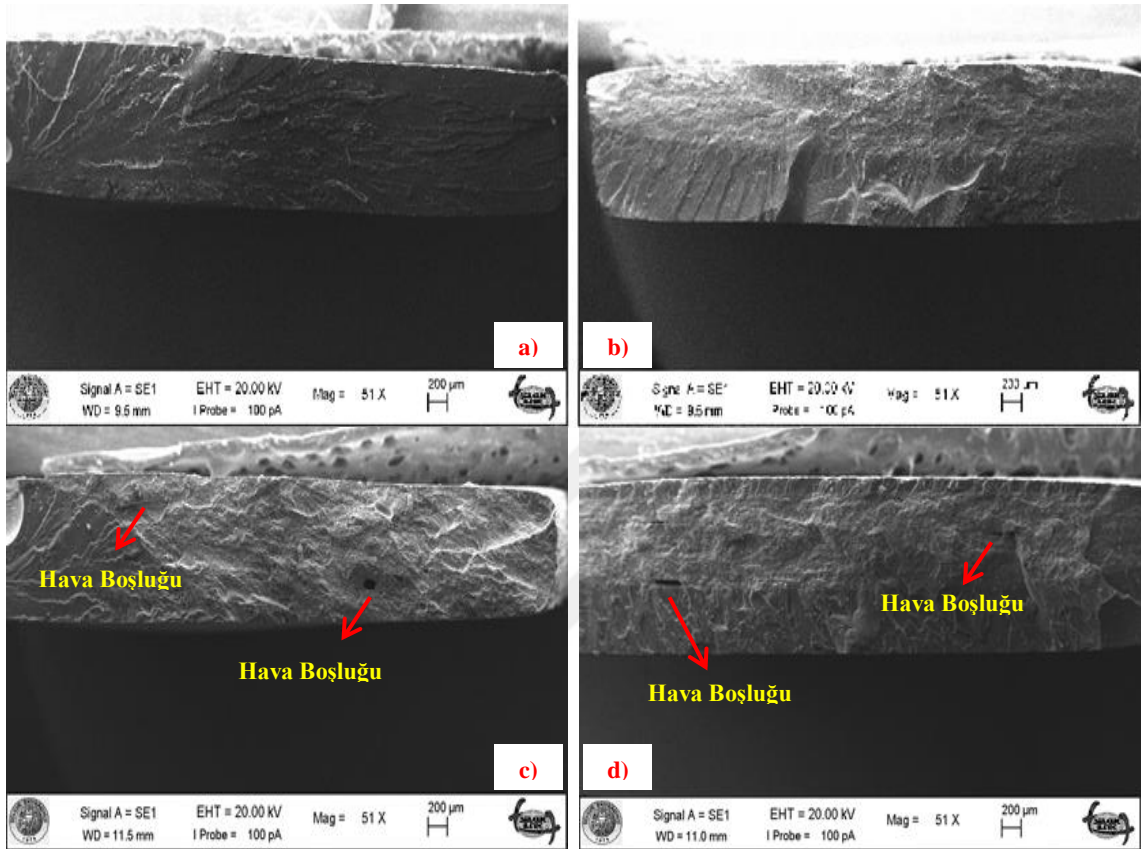
Enerji yayılımının bazı önemli mekanizmaları nanoelyaflar ile takviyelendirilmiş kompozit malzemelerde tanımlanmıştır. Bunlar elyaf kopması, sıyrılması, çatlak köprülenme ve matris kırılmasıdır (Thostenson ve ark., 2005). Şekil 5.23’de elyafların hasar mekanizmaları gösterilmiştir (Ekrem, 2017). Bu mekanizmaların hepsi enerji yutan mekanizmalar olup, kırılma tokluğunun artmasına yardımcı olur. Elyaflar epoksi matris içerisine homojen bir şekilde dağıtıldığında çatlak ucunda ikincil çatlaklar oluşturarak veya çatlak köprülenmesi ile çatlak ucundaki gerilme yoğunluğunun azalmasını sağlayarak tabakalar arası kırılma tokluğunun artmasına neden olurlar.



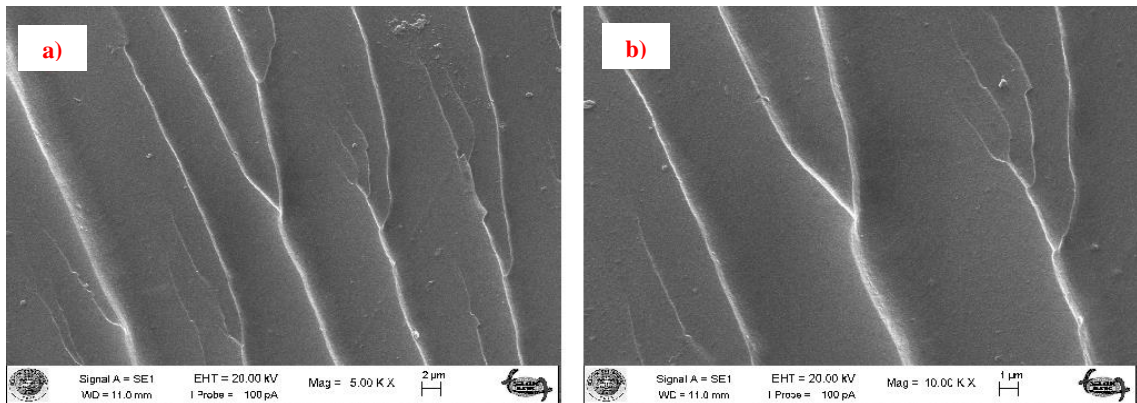
Şekil 5.23. Elyafların hasar mekanizmaları (M. Ekrem, 2015)

PVA nanoelyaf katkılı nanokompozit malzemelerin çekme testi sonrasında kopma yüzeyleri 5000 ve 10000 büyütme ile SEM analizleri gerçekleştirilerek Şekil 5.24’de verilmiştir. Genel anlamda SEM görüntüleri incelendiğinde elyaf kırılması, elyafların epoksiden sıyrılması, epoksi reçinenin elyafların etrafını sarması ve epoksi-elyaf arasında iyi bir ıslanabilirliğin olduğu görülmektedir. Nanoelyafların kompozit malzemelere takviye edilmesi kopan yüzeylerin yapısal ve morfolojik özelliklerini etkilemektedir.

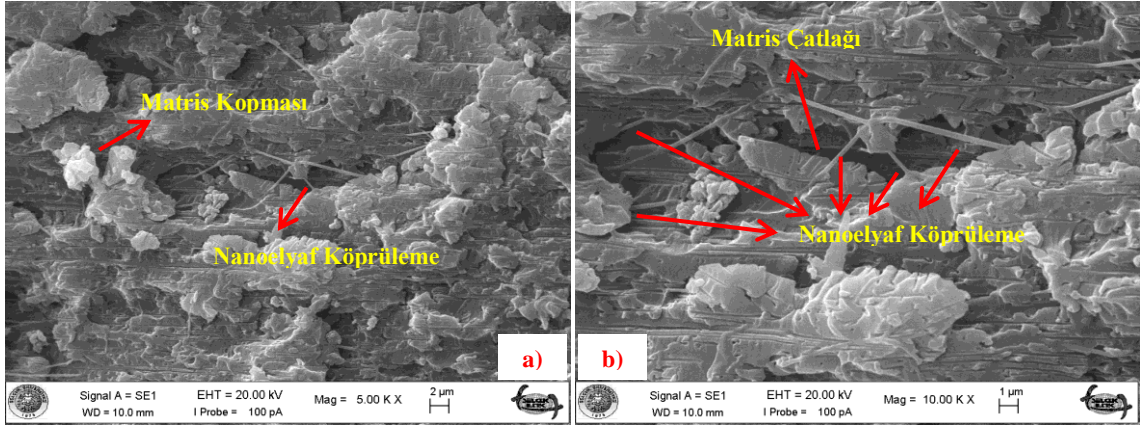
PVA nanoelyaf ve ağırlıkça % 1, % 3 ve % 5 oranlarında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaflarda tokluk mekanizmalarının aynı olduğu gözlenmiştir. Epoksi reçine içerisindeki nanoelyafların kopması, sıyrılması ve köprülenme mekanizmaları modifiye edilmiş epoksinin kayma dayanımını, tokluğu, sünekliği ve kırılma tokluğu iyileştirmiştir.



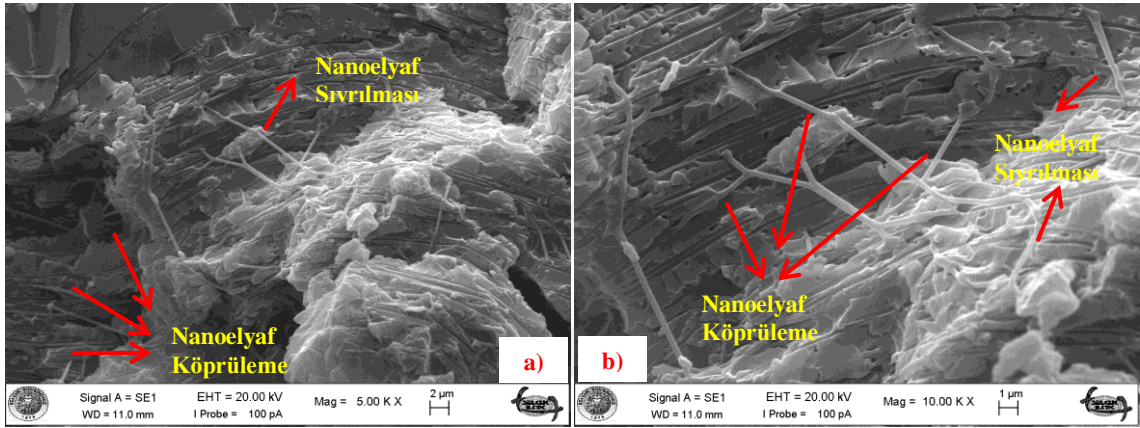
Şekil 5.24. Nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelerin çekme deneyi sonucu kırık yüzeylerin SEM görüntüleri; a) P15, b) 1KNT15, c) 3KNT15 ve d) 5KNT15



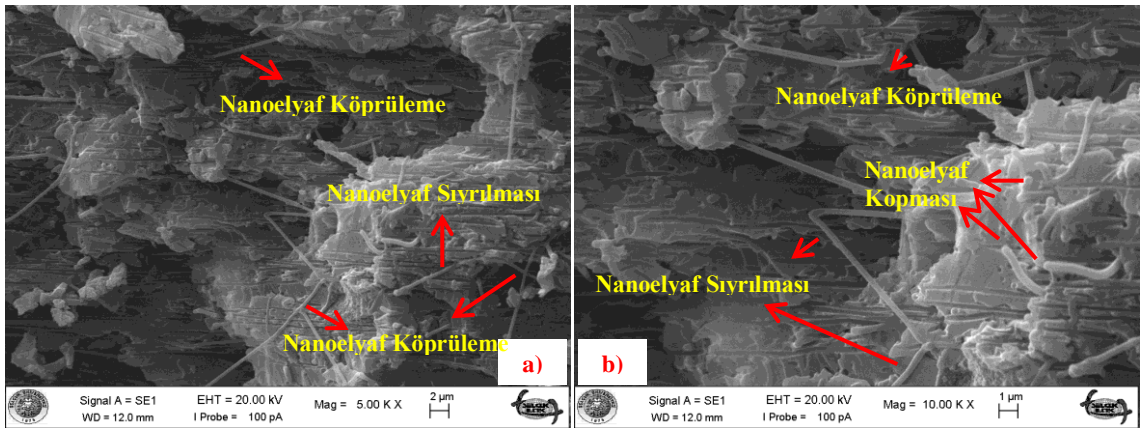
Şekil 5.25. Saf epoksi deney numunesinin çekme deneyi sonucu hasar yüzeylerinin SEM görüntüleri; a) 5.00 kX büyütme, b) 10.00 kX büyütme



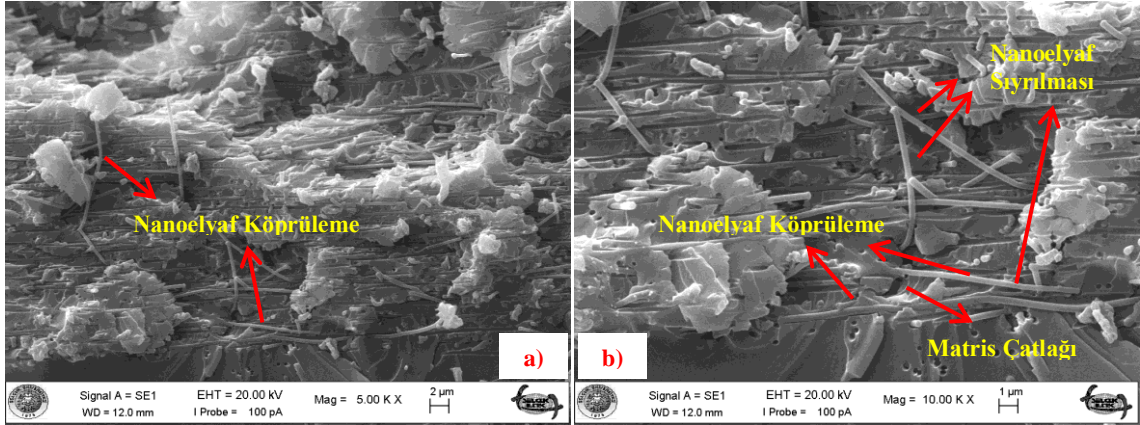
Şekil 5.26. 15 kat PVA nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelerin çekme deneyi sonucu hasar yüzeylerinin SEM görüntüleri; a) 5.00 kX büyütmeli, b) 10.00 kX büyütmeli



Şekil 5.27. % 1 ÇCKNT ile güçlendirilmiş 15 kat PVA nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelerin çekme deneyi sonucu hasar yüzeylerinin SEM görüntüleri; a) 5.00 kX büyütmeli, b) 10.00 kX büyütmeli



Şekil 5.28. % 3 ÇCKNT ile güçlendirilmiş 15 kat PVA nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelerin çekme deneyi sonucu hasar yüzeylerinin SEM görüntüleri; a) 5.00 kX büyütmeli, b) 10.00 kX büyütmeli



**Şekil 5.29.** % 5 ÇCKNT ile güçlendirilmiş 15 kat PVA nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelerin çekme deneyi sonucu hasar yüzeylerinin SEM görüntüleri; a) 5.00 kX büyütmeli, b) 10.00 kX büyütmeli

Şekil 5.25, Şekil 5.26, Şekil 5.27, Şekil 5.28 ve Şekil 5.29’ de üst üste 15 kat PVA nanoelyaf ve ağırlıkça % 1, % 3 ve % 5 oranlarında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf takviyeli kompozit malzemelerde kırılma yüzeylerinin SEM görüntüleri 5000X ve 10000X büyütmeli olarak verilmiştir. Numunelerin kırılma yüzeyleri incelendiğinde ağırlıkça % 3 ve % 5 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf haricinde ki diğer nanoelyafların ıslanabilirliğin iyi olup, mekanik özelliklerini olumlu yönde etkilemiştir. Fakat % 3 ve % 5 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafta ise hava boşluklarının bulunduğu ve ıslanabilirliğin az olduğu gözlenmiştir.

Nanoelyafların matriksten sıyrılması, nanoelyafın epoksiyi absorbe etmesi ve kırılma esnasında köprüleme etkisi oluşturması üretilen kompozit malzemelerde tokluğun artmasında etkin bir rol almaktadır. Şekil 5.28’de gösterildiği gibi % 5 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların bir kısmı boyun vererek kopmuş bir kısmında da uzama meydana gelmiştir. Ayrıca nanoelyafların bazıları da çaplarının arttığı görülmektedir. Artmasının nedeni ise kompozit malzemelerin üretimi esnasında nanoelyafların kürleşmeden önce bir miktar epoksiyi absorbe etmesidir. Bu durum açıkça ortaya koymaktadır ki nanoelyaflar epoksiyle etkili ve homojen bir şekilde ıslanabilmektedir. İyi bir ıslanabilirlik tabakalar arası bölgenin iyileştirilmesi için gerekli parametrelerden biridir. Bunlara ilaveten nanoelyafların koptuktan sonraki uçlarında ise ÇCKNT olduğu görülmektedir. Çekme dayanımları göz önüne alındığında, ÇCKNT’lerin nanoelyafların dayanımını PVA nanoelyaf ve referans kompozit malzemelere göre artırmaktadır.

## 6. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

### 6.1 Sonuçlar

Bu tez çalışmasında, elektro eğirme yöntemiyle üretilen Polivinil Alkol (PVA) nanoelyafların ve ağırlıkça % 1, % 3 ve % 5 oranlarında Çok Cıdarlı Karbon Nanotüp (ÇCKNT) ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların, bir kalıp yardımıyla epoksi reçine içerisinde üst üste 5/10/15 tabakalı olacak şekilde yerleştirilmesi sonucu üretilen nanokompozit levhaların mekanik özellikleri belirlenmiş ve referans numunesi olan saf epoksi ile kıyaslanmıştır. Üretilen bu nanokompozit malzemeler için çekme deneyleri gerçekleştirilmiş olup tek eksenli sabit çekme hızında çekme dayanımı, elastisite modülü, tokluk ve Poisson oranları gibi değişkenler incelenmiş ve referans numunelerin davranışlarıyla kıyaslanmıştır. Çok Cıdarlı Karbon Nanotüplerin (ÇCKNT) elyaf morfolojisine ve nanoelyaflar ile beraber nanokompozitler de kullanıldığında birim şekil değiştirme, elastisite modülü, Poisson oranı ve tokluk gibi değişkenlere etkileri de incelenmiştir. Ayrıca nanoelyafların nanokompozit içerisindeki yapısı ve dağılımının kompozit yapı içerisindeki davranışları incelenmiştir.

PVA nanoelyaf ve ağırlıkça % 1, % 3 ve % 5 oranlarında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların çapları ve ÇCKNT'lerin nanoelyaf içerisindeki dağılımları, Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) ve Geçirimli Elektron Mikroskopu (TEM) aracılığıyla incelenmiştir. PVA nanoelyaflar ve ağırlıkça % 1, % 3 ve % 5 oranlarında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaflar kullanılarak üretilen nanokompozit levhaların termal karakterizasyonları ve özellikleri, Termogravimetrik Analiz (TGA) ve Diferansiyel Termal Analiz (DTA) ile incelenmiş ve yorumlanmıştır. Ayrıca bu nanokompozit levhaların tek eksenli sabit çene hızında yapılan çekme deneyleri sonucunda oluşan kırık yüzeylerinin morfolojisi de taramalı elektron mikroskopu (SEM) ile incelenmiştir.

Elde edilen sonuçlar maddeler halinde şu şekildedir:

- Ölçümleri yapılan 10 farklı çap değeri neticesince ortalama olarak PVA nanoelyafların çap ölçüleri  $310 \pm 90$  nm aralığında ve ağırlıkça % 1 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların çap ölçüsü  $240 \pm 90$  nm aralığındadır. Ayrıca, ağırlıkça % 3 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların çap ölçüsü  $190 \pm 75$  nm aralığında iken ağırlıkça % 5 oranında

ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyafların çap ölçüsü ise  $140\pm 45$  nm olarak belirlenmiştir. Çap ölçüleri dikkate alındığında, nanoelyaf içerisindeki ağırlıkça ÇCKNT oranının artmasına bağlı olarak elyaf çaplarında düşme olduğu ve ince çapa sahip elyafların olduğu görülmüştür. SEM ve TEM görüntülerinde bu durumu desteklemektedir. Polimer çözeltisine ilave edilen ÇCKNT'lerin yüksek elektriksel iletkenliklerinin olmasından dolayı eklendikleri polimer çözeltisinin elektriksel iletkenliği artmaktadır. Elektro eğirme işleminde çözeltinin elektrik iletkenliği artırılırsa, çözeltinin taşıdığı yüklerde artacaktır. Böylece düzgün ve daha küçük çaplarda nanoelyaflar elde edilmektedir. Dolayısıyla PVA çözeltisi içerisine ilave edilen ÇCKNT miktarı arttıkça nanoelyaf çapları azalarak ince elyaflar oluşmaktadır.

- Nanoelyafların SEM ve TEM görüntüleri incelendiğinde, saf PVA nanoelyaflarda ve % 1 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaflarda aglomerasyon olmadığı lakin % 3 ve % 5 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaflarda aglomerasyon olduğu gözlemlenmiştir. PVA çözeltisinin içerisine ilave edilen ÇCKNT miktarı arttıkça yapısal kusur olan aglomerasyon ve topaklanma artmakta, boşluklu bir yapı oluşmaktadır. Aglomerasyon ve boncuklanma nanoelyafların yapılarını değiştirmekte ve mikro düzeyde yapısal özelliklerini negatif yönde etkilemektedir.
- PVA nanoelyaflara ait % 10, % 50 kütle kaybı ve tamamen bozunmanın gerçekleştiği sıcaklıklar sırasıyla  $272^{\circ}\text{C}$ ,  $322^{\circ}\text{C}$  ve  $493^{\circ}\text{C}$  olarak elde edilmiştir. Ayrıca erime sıcaklığı ( $T_m$ )  $290^{\circ}\text{C}$  ve camsı geçiş sıcaklığı ( $T_g$ )  $75^{\circ}\text{C}$ 'dir.
- Ağırlıkça % 1 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaflara ait % 10, % 50 kütle kaybı ve tamamen bozunmanın gerçekleştiği sıcaklıklar sırasıyla  $267^{\circ}\text{C}$ ,  $308^{\circ}\text{C}$  ve  $467^{\circ}\text{C}$ 'dir. Ayrıca erime sıcaklığı ( $T_m$ )  $298^{\circ}\text{C}$  ve camsı geçiş sıcaklığı ( $T_g$ )  $53^{\circ}\text{C}$ 'dir.
- Ağırlıkça % 3 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaflara ait % 10, % 50 kütle kaybı ve tamamen bozunmanın gerçekleştiği sıcaklıklar sırasıyla  $267^{\circ}\text{C}$ ,  $312^{\circ}\text{C}$  ve  $469^{\circ}\text{C}$  olarak elde edilmiştir. Ayrıca erime sıcaklığı ( $T_m$ )  $302^{\circ}\text{C}$  ve camsı geçiş sıcaklığı ( $T_g$ )  $58^{\circ}\text{C}$ 'dir.
- Ağırlıkça % 5 oranında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaflara ait % 10, % 50 kütle kaybı ve tamamen bozunmanın gerçekleştiği sıcaklıklar sırasıyla  $264$

$^{\circ}\text{C}$ ,  $308\text{ }^{\circ}\text{C}$  ve  $463\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'dir. Ayrıca erime sıcaklığı ( $T_m$ )  $305\text{ }^{\circ}\text{C}$  ve camsı geçiş sıcaklığı ( $T_g$ )  $72\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'dir.

- Saf epoksi kompozit malzeme ile 5 tabakalı PVA nanoelyaf içeren nanokompozit malzemenin çekme dayanımı karşılaştırıldığında, epoksinin çekme dayanımı  $64,776 \pm 8,0\text{ MPa}$  iken P5'in çekme dayanımı % 22 artış göstererek  $78,783 \pm 6,0\text{ MPa}$  olmuştur. Ayrıca epoksi kompozit malzemeye göre 10 tabakalı PVA nanoelyaf içeren kompozit malzemenin çekme dayanımı % 24 artış göstererek  $80,287 \pm 7,5\text{ MPa}$  ve 15 tabakalı PVA nanoelyaf içeren kompozit malzemenin çekme dayanımı % 33 artış göstererek  $86,197 \pm 6,5\text{ MPa}$  olmuştur.
- Saf epoksi kompozit malzeme ile 5 tabakalı % 1 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf içeren nanokompozit malzemenin çekme dayanımı karşılaştırıldığında, epoksinin çekme dayanımı  $64,776 \pm 8,0\text{ MPa}$  iken 1KNT5'in çekme dayanımı % 25 artış göstererek  $81,007 \pm 6,5\text{ MPa}$  olmuştur. Ayrıca epoksi kompozit malzemeye göre 1KNT10'un çekme dayanımı % 27,5 artış göstererek  $82,534 \pm 5,0\text{ MPa}$  ve 1KNT15'in çekme dayanımı % 34,5 artış göstererek  $87,232 \pm 5,5\text{ MPa}$  olmuştur.
- Saf epoksi kompozit malzeme ile 5 tabakalı % 3 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf içeren nanokompozit malzemenin çekme dayanımı karşılaştırıldığında, epoksinin çekme dayanımı  $64,776 \pm 8,0\text{ MPa}$  iken 3KNT5'in çekme dayanımı % 12,6 azalma göstererek  $57,520 \pm 2,5\text{ MPa}$  olmuştur. Ayrıca epoksi kompozit malzemeye göre 3KNT10'un çekme dayanımı % 2,5 azalma göstererek  $63,193 \pm 5,0\text{ MPa}$  ve 3KNT15'in çekme dayanımı % 2,7 artış göstererek  $66,557 \pm 4,0\text{ MPa}$  olmuştur.
- Saf epoksi kompozit malzeme ile 5 tabakalı % 5 ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf içeren nanokompozit malzemenin çekme dayanımı karşılaştırıldığında, epoksinin çekme dayanımı  $64,776 \pm 8,0\text{ MPa}$  iken 5KNT5'in çekme dayanımı % 19 azalma göstererek  $54,398 \pm 9,0\text{ MPa}$  olmuştur. Ayrıca epoksi kompozit malzemeye göre 5KNT10'un çekme dayanımı % 12 azalma göstererek  $57,935 \pm 11,0\text{ MPa}$  ve 5KNT15'in çekme dayanımı % 1,5 artış göstererek  $65,736 \pm 8,5\text{ MPa}$  olmuştur.
- Çekme testi sonuçlarına göre, nanokompozit malzemelerde PVA çözelti yapısı veya çözelti içerisindeki ÇCKNT miktarı aynı kalmak şartıyla, üst üste yerleştirilen elyaf tabaka sayısının artmasıyla çekme dayanımı, maksimum birim

şekil deęiştirme ve tokluk deęerlerinin arttığı görülmüştür. Bunun sebebi Şekil 4.8'deki numune görselindeki uzama boyu olarak adlandırdığımız bölgede, aynı matris hacmi içerisinde nanoelyaf tabakaların artmasına baęlı olarak elyaf/matris hacim oranının artmasıdır. Elyaf/matris hacim oranının artması ile malzemenin çekme dayanımı doęru orantılı olarak artmaktadır.

- Ayrıca çekme testi sonuçlarına göre, nanokompozit malzemelerde üst üste yerleştirilmiş nanoelyafların tabaka sayısı sabit kalmak şartıyla, çözelti içerisindeki ÇCKNT miktarının artmasına baęlı olarak çekme dayanımı, maksimum birim şekil deęiştirme ve tokluk deęerlerinin artması beklenirken, % 3 ve % 5 oranlarında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf içeren kompozit malzemelerde azaldığı görülmüştür. Buna neden olan durum, aęırlıkça % 3 ve %5 oranlarında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf içeren kompozit malzemelerde yapısal kusur olan aglomerasyon ve topaklanmanın arttığı, boşluklu bir yapının oluştuęu görülmüştür. Ek olarak iyi bir ıslanabilirliğin olmadığı ve buna baęlı olarakta hava boşluklarının oluştuęu gözlemlenmiştir.
- Çekme testi sonucunda nanokompozit malzemelerin, kopma yüzeylerinin SEM görüntüleri incelendiğinde hasarın, elyaf kırılması, elyafların epoksiden sıyrılması şeklinde oluştuęu, epoksi reçinenin elyafların etrafını sarması ve matris çatlak ilerlemesini durdurma eğilimi gösteren elyaf köprülenme mekanizmalarının olduğu görülmektedir. Ayrıca % 3 ve % 5 oranlarında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaf içeren kompozit malzemelerde epoksi-elyaf arasında iyi bir ıslanabilirliğin olmadığı SEM görüntüleriyle desteklenmektedir.
- PVA nanolyaf ve aęırlıkça % 1, % 3 ve % 5 oranlarında ÇCKNT ile güçlendirilmiş PVA nanoelyaflarda tokluk mekanizmalarının aynı olduğu gözlenmiştir. Epoksi reçine içerisindeki nanoelyafların kopması, sıyrılması ve köprülenme mekanizmaları modifiye edilmiş epoksinin kayma dayanımını, tokluęunu, süneklilięini ve kırılma tokluęunu iyileştirmiştir.

## 6.2 Öneriler

Üretimi yapılan nanokompozit malzemelerin;

- Yorulma, kırılma, darbe testleri ve hasar mekanizmaları araştırılabilir.
- Ayrıca nanoparçacıkların ve nanoelyafların hava araçlarının maruz kaldığı -50 °C ile +50 °C sıcaklıkları arasındaki davranışları incelenebilir.
- Elyaf/matris hacim oranının daha yüksek değerlerde olduğu yeni nanokompozit malzemelerin üretimi yapılabilir ve mekanik özellikleri araştırılabilir.



## KAYNAKLAR

- Andrady, A. L., 2008, Science and technology of polymer nanofibers, John Wiley & Sons, p.
- Andrews, R. ve Weisenberger, M., 2004, Carbon nanotube polymer composites, *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 8 (1), 31-37.
- Bağcı, İ., 2006, Epoksi reçinesi ile nanokompozit sentezi, *Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara*.
- Barber, A. H., Cohen, S. R., Kenig, S. ve Wagner, H. D., 2004, Interfacial fracture energy measurements for multi-walled carbon nanotubes pulled from a polymer matrix, *Composites science and technology*, 64 (15), 2283-2289.
- Bozeman, B., Larédo, P. ve Mangematin, V., 2007, Understanding the emergence and deployment of “nano” S&T, *Research Policy*, 36 (6), 807-812.
- Chisholm, N., Mahfuz, H., Rangari, V. K., Ashfaq, A. ve Jeelani, S., 2005, Fabrication and mechanical characterization of carbon/SiC-epoxy nanocomposites, *Composite Structures*, 67 (1), 115-124.
- Coleman, J. N., Khan, U., Blau, W. J. ve Gun'ko, Y. K., 2006a, Small but strong: a review of the mechanical properties of carbon nanotube-polymer composites, *Carbon*, 44 (9), 1624-1652.
- Coleman, J. N., Khan, U. ve Gun'ko, Y. K., 2006b, Mechanical reinforcement of polymers using carbon nanotubes, *Advanced materials*, 18 (6), 689-706.
- Deitzel, J. M., Kleinmeyer, J., Harris, D. ve Tan, N. B., 2001, The effect of processing variables on the morphology of electrospun nanofibers and textiles, *Polymer*, 42 (1), 261-272.
- Demir, M. M., Yilgor, I., Yilgor, E. ve Erman, B., 2002, Electrospinning of polyurethane fibers, *Polymer*, 43 (11), 3303-3309.
- Du, J., Bai, J. ve Cheng, H., 2007, The present status and key problems of carbon nanotube based polymer composites, *Express Polymer Letters*, 1 (5), 253-273.
- Ekrem, M., 2015, Karbon nanotüp ve polivinil alkol nanoelyafla güçlendirilmiş epoksi yapıştırıcıların alüminyum bağlantılar üzerindeki kırılma davranışları, *Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*.
- Ekrem, M., 2017, Mechanical properties of MWCNT Reinforced polyvinyl alcohol nanofiber mats by electrospinnig method, *El-Cezeri Journal of Science and Engineering*, 4 (2), 190-200.
- Fan, Z., 2007, Flow and rheology of multi-walled carbon nanotubes thermoset resin suspensions in processing of glass fiber composites, University of Delaware, p.
- Fujihara, K., Teo, W., Lim, T., Ma, Z. ve Ramakishna, S., 2005, An introduction to electrospinning and nanofibers, *National University of Singapore, USA*.
- Ghosh, P., Pathak, A., Goyat, M. ve Halder, S., 2012, Influence of nanoparticle weight fraction on morphology and thermal properties of epoxy/TiO<sub>2</sub> nanocomposite, *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 31 (17), 1180-1188.
- Gojny, F., Wichmann, M., Köpke, U., Fiedler, B. ve Schulte, K., 2004, Carbon nanotube-reinforced epoxy-composites: enhanced stiffness and fracture toughness at low nanotube content, *Composites science and technology*, 64 (15), 2363-2371.
- Gojny, F. H., Wichmann, M. H., Fiedler, B. ve Schulte, K., 2005, Influence of different carbon nanotubes on the mechanical properties of epoxy matrix composites—a comparative study, *Composites science and technology*, 65 (15-16), 2300-2313.

- Grossiord, N., Loos, J., Regev, O. ve Koning, C. E., 2006, Toolbox for dispersing carbon nanotubes into polymers to get conductive nanocomposites, *Chemistry of materials*, 18 (5), 1089-1099.
- Hamer, S., Leibovich, H., Green, A., Intrater, R., Avrahami, R., Zussman, E., Siegmann, A. ve Sherman, D., 2011, Mode I interlaminar fracture toughness of Nylon 66 nanofibrillated interleaved carbon/epoxy laminates, *Polymer composites*, 32 (11), 1781-1789.
- Huang, Z.-M., Zhang, Y.-Z., Kotaki, M. ve Ramakrishna, S., 2003, A review on polymer nanofibers by electrospinning and their applications in nanocomposites, *Composites science and technology*, 63 (15), 2223-2253.
- Jeong, J., Jeon, S., Lee, T., Park, J., Shin, J., Alegaonkar, P., Berdinsky, A. ve Yoo, J., 2006, Fabrication of MWNTs/nylon conductive composite nanofibers by electrospinning, *Diamond and related materials*, 15 (11-12), 1839-1843.
- Kamae, T. ve Drzal, L. T., 2012, Carbon fiber/epoxy composite property enhancement through incorporation of carbon nanotubes at the fiber–matrix interphase–Part I: The development of carbon nanotube coated carbon fibers and the evaluation of their adhesion, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 43 (9), 1569-1577.
- Kataphinan, W., 2004, Electrospinning and potential applications, The University of Akron, p.
- Khare, R. ve Bose, S., 2005, Carbon nanotube based composites-a review, *Journal of minerals and Materials Characterization and Engineering*, 4 (01), 31.
- Kim, J. Y. ve Kim, S. H., 2006, Influence of multiwall carbon nanotube on physical properties of poly (ethylene 2, 6-naphthalate) nanocomposites, *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, 44 (7), 1062-1071.
- Kosmidou, T. V., Vatalis, A., Delides, C., Logakis, E., Pissis, P. ve Papanicolaou, G., 2008, Structural, mechanical and electrical characterization of epoxy-amine/carbon black nanocomposites, *Express Polymer Letters*, 2 (5), 364-372.
- Kozanoğlu, G. S., 2006, Elektrospinning yöntemiyle nanolif üretim teknolojisi, *Fen Bilimleri Enstitüsü*.
- Kucukyıldırım, B. O. ve Eker, A. A., 2012, Surface roughness changes and corrosion on nickel titanium orthodontic wires compared to stainless steel wires in various artificial salivas, *Materials Testing*, 54 (4), 261-265.
- Li, Y., Wei, B., Liang, J., Yu, Q. ve Wu, D., 1999, Transformation of carbon nanotubes to nanoparticles by ball milling process, *Carbon*, 37 (3), 493-497.
- Lordi, V., Ma, S. ve Yao, N., 1999, Towards probing pentagons on carbon nanotube tips, *Surface science*, 421 (1-2), L150-L155.
- Lozano, P. C., Wardle, B. L., Moloney, P. ve Rawal, S., 2015, Nanoengineered thrusters for the next giant leap in space exploration, *MRS Bulletin*, 40 (10), 842-849.
- Lyons, J. M., 2004, Melt-electrospinning of thermoplastic polymers: An experimental and theoretical analysis, Drexel University Philadelphia, p.
- Ma, P.-C., Liu, M.-Y., Zhang, H., Wang, S.-Q., Wang, R., Wang, K., Wong, Y.-K., Tang, B.-Z., Hong, S.-H. ve Paik, K.-W., 2009, Enhanced electrical conductivity of nanocomposites containing hybrid fillers of carbon nanotubes and carbon black, *ACS applied materials & interfaces*, 1 (5), 1090-1096.
- Ma, P. C., Tang, B. Z. ve Kim, J.-K., 2008, Effect of CNT decoration with silver nanoparticles on electrical conductivity of CNT-polymer composites, *Carbon*, 46 (11), 1497-1505.
- Moniruzzaman, M. ve Winey, K. I., 2006, Polymer nanocomposites containing carbon nanotubes, *Macromolecules*, 39 (16), 5194-5205.

- Naebe, M., Lin, T., Tian, W., Dai, L. ve Wang, X., 2007, Effects of MWNT nanofillers on structures and properties of PVA electrospun nanofibres, *Nanotechnology*, 18 (22), 225605.
- Nan, C.-W., Shi, Z. ve Lin, Y., 2003, A simple model for thermal conductivity of carbon nanotube-based composites, *Chemical physics letters*, 375 (5-6), 666-669.
- Njuguna, J., Pielichowski, K. ve Alcock, J. R., 2007, Epoxy-based fibre reinforced nanocomposites, *Advanced Engineering Materials*, 9 (10), 835-847.
- Oğuz, İ., 2005, İletken Polimer/Kırmızı Çamur Nanokompozitlerinin Kimyasal Yöntemle Hazırlanması ve Özelliklerinin İncelenmesi, *Yüksek Lisans Tezi, Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*.
- Phong, N. T., Gabr, M. H., Okubo, K., Chuong, B. ve Fujii, T., 2013, Improvement in the mechanical performances of carbon fiber/epoxy composite with addition of nano-(Polyvinyl alcohol) fibers, *Composite structures*, 99, 380-387.
- Shtein, M., Nadiv, R., Lachman, N., Wagner, H. D. ve Regev, O., 2013, Fracture behavior of nanotube-polymer composites: Insights on surface roughness and failure mechanism, *Composites science and technology*, 87, 157-163.
- Siochi, E. J. ve Harrison, J. S., 2015, Structural nanocomposites for aerospace applications, *MRS Bulletin*, 40 (10), 829-835.
- Spitalsky, Z., Tasis, D., Papagelis, K. ve Galiotis, C., 2010, Carbon nanotube-polymer composites: chemistry, processing, mechanical and electrical properties, *Progress in polymer science*, 35 (3), 357-401.
- Staab, G., Laminar composites. 1999, Elsevier.
- Sun, L., Gibson, R. F., Gordaninejad, F. ve Suhr, J., 2009, Energy absorption capability of nanocomposites: a review, *Composites science and technology*, 69 (14), 2392-2409.
- Tang, L.-C., Wan, Y.-J., Peng, K., Pei, Y.-B., Wu, L.-B., Chen, L.-M., Shu, L.-J., Jiang, J.-X. ve Lai, G.-Q., 2013a, Fracture toughness and electrical conductivity of epoxy composites filled with carbon nanotubes and spherical particles, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 45, 95-101.
- Tang, L.-C., Wan, Y.-J., Yan, D., Pei, Y.-B., Zhao, L., Li, Y.-B., Wu, L.-B., Jiang, J.-X. ve Lai, G.-Q., 2013b, The effect of graphene dispersion on the mechanical properties of graphene/epoxy composites, *Carbon*, 60, 16-27.
- Taniguchi, N., ARAKAWA, C. ve KOBAYASHI, T., 1974, On the basic concept of 'nano-technology', *Proceedings of the International Conference on Production Engineering, 1974-8*, 18-23.
- Tavman, İ. ve Turgut, A., 2006, Mikro ve nano boyutlu tanecik katkılı polimer kompozitlerin mekanik özellikleri, *Proceedings of 11th International Materials Symposium*, 570-575.
- Teo, W.-E. ve Ramakrishna, S., 2009, Electrospun nanofibers as a platform for multifunctional, hierarchically organized nanocomposite, *Composites science and technology*, 69 (11-12), 1804-1817.
- Thostenson, E. T., Ren, Z. ve Chou, T.-W., 2001, Advances in the science and technology of carbon nanotubes and their composites: a review, *Composites science and technology*, 61 (13), 1899-1912.
- Thostenson, E. T., Li, C. ve Chou, T.-W., 2005, Nanocomposites in context, *Composites science and technology*, 65 (3-4), 491-516.
- Üstündağ, G., 2009, Electrospinning Yöntemiyle Biyomedikal Kullanıma Yönelik Yüzey Üretimi ve Uygulaması, *Yüksek Lisans Tezi, Uludağ Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Bursa*.

- Weisenberger, M., Grulke, E., Jacques, D., Rantell, A. T. ve Andrews, R., 2003, Enhanced mechanical properties of polyacrylonitrile/multiwall carbon nanotube composite fibers, *Journal of nanoscience and nanotechnology*, 3 (6), 535-539.
- Wernik, J. ve Meguid, S., 2014, On the mechanical characterization of carbon nanotube reinforced epoxy adhesives, *Materials & Design*, 59, 19-32.
- Wichmann, M. H., Schulte, K. ve Wagner, H. D., 2008, On nanocomposite toughness, *Composites science and technology*, 68 (1), 329-331.
- Xia, H., Wang, Q., Li, K. ve Hu, G. H., 2004, Preparation of polypropylene/carbon nanotube composite powder with a solid-state mechanochemical pulverization process, *Journal of Applied Polymer Science*, 93 (1), 378-386.
- Yeo, L. Y. ve Friend, J. R., 2006, Electrospinning carbon nanotube polymer composite nanofibers, *Journal of experimental nanoscience*, 1 (2), 177-209.
- Yılmazbayhan, A., 2006, Maleik Anhidritle GraftlanmıĖ Oligomerlerin Ve İ-PP/Silikat Nanokompozitlerin Tepkimeli Ekstrüzyon Yöntemiyle Sentezi Ve Karakterizasyonu, *Yüksek Lisans Tezi, Hacettepe Üniversitesi, Ankara*.
- Yu, M.-F., Files, B. S., Arepalli, S. ve Ruoff, R. S., 2000, Tensile loading of ropes of single wall carbon nanotubes and their mechanical properties, *Physical review letters*, 84 (24), 5552.
- Yurdagül, T., 2007, Poliinden/poli (oksümetilen) iletken karışımlarının hazırlanması ve özelliklerinin incelenmesi, Gazi Üniversitesi, *Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi*.
- Zhang, F.-H., Wang, R.-G., He, X.-D., Wang, C. ve Ren, L.-N., 2009, Interfacial shearing strength and reinforcing mechanisms of an epoxy composite reinforced using a carbon nanotube/carbon fiber hybrid, *Journal of materials science*, 44 (13), 3574-3577.
- Zhang, Q.-H. ve Chen, D.-J., 2004, Percolation threshold and morphology of composites of conducting carbon black/polypropylene/EVA, *Journal of materials science*, 39 (5), 1751-1757.
- Zucchelli, A., Focarete, M. L., Gualandi, C. ve Ramakrishna, S., 2011, Electrospun nanofibers for enhancing structural performance of composite materials, *Polymers for Advanced Technologies*, 22 (3), 339-349.

## ÖZGEÇMİŞ

### KİŞİSEL BİLGİLER

**Adı Soyadı** : Fatih YILDIRIM  
**Uyruğu** : Türkiye Cumhuriyeti  
**Doğum Yeri ve Tarihi** : Karaman / 20.09.1991  
**Telefon** : +90 552 204 68 84  
**Faks** :  
**e-mail** : fatihyildirim02@gmail.com

### EĞİTİM

Derece	Adı, İlçe, İl	Bitirme Yılı
Lise	: Karaman Anadolu Lisesi – Karaman	Haziran - 2010
Üniversite	: Selçuk Üniversitesi – Konya	Haziran - 2015
Yüksek Lisans	: Necmettin Erbakan Üniversitesi – Konya	2015 - Devam
Doktora	:	

### İŞ DENEYİMLERİ

Yıl	Kurum	Görevi
2015 – 2016	Özdöken Tarım Makinaları A.Ş	Arge - Tasarım Mühendisi
2016 – 2017	Çelikel Tarım Makinaları Tic. Ltd. Şti.	Arge – Proje Takım Lideri
2017 – Devam	Bifa Bisküvi Gıda San. A.Ş	Bakım-Onarım Teknik Amir

### YABANCI DİLLER

İngilizce

### YAYINLAR

1. International Eurasian Conference on Science, Engineering and Technology (EurasianSciEnTech 2018) 22-23 November 2018 Ankara / Turkey, pp 1846-1851 (2018) (Yüksek Lisans tezinden yapılmıştır.)