



T.C.  
NECMETTİN ERBAKAN  
ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ



**GRAFEN VE Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> NANOPARTİKÜLLER İLE  
GÜÇLENDİRİLMİŞ PAN NANOELYAF  
KATKILI ELİUM REÇİNE MATRİSLİ  
NANOKOMPOZİTLERİN MEKANİK  
ÖZELLİKLERİ, TRANSLAMİNAR KIRILMA  
DAVRANIŞLARI VE ŞEKİL HAFIZASI  
ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

**Muhammet Ali ŞENYURT**

**DOKTORA TEZİ**

**Aralık-2023  
KONYA  
Her Hakkı Saklıdır**

## TEZ KABUL VE ONAYI

Muhammet Ali ŞENYURT tarafından hazırlanan “Grafen ve Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Nanopartiküller ile Güçlendirilmiş PAN Nanoelyaf Katkılı Elyum Reçine Matrisli Nanokompozitlerin Mekanik Özellikleri, Translaminar Kırılma Davranışları ve Şekil Hafızası Özelliklerinin İncelenmesi” adlı tez çalışması 18/12/2023 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oy birliği ile Necmettin Erbakan Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Mühendisliği Anabilim Dalı’nda DOKTORA TEZİ olarak kabul edilmiştir.

### Jüri Üyeleri

### İmza

#### Başkan

Doç. Dr. Mehmet Turan DEMİRCİ

.....

#### Danışman

Prof. Dr. Ahmet AVCI

.....

#### Üye

Prof. Dr. Necati ATABERK

.....

#### Üye

Doç. Dr. Mürsel EKREM

.....

#### Üye

Dr. Öğr. Üyesi Okan DEMİR

.....

Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu’nun .../.../20.. gün ve ..... sayılı kararıyla onaylanmıştır.

Prof. Dr. Şerife Yurdağül KUMCU  
FBE Müdürü

Bu tez çalışması Necmettin Erbakan Üniversitesi BAP tarafından 211419003 nolu proje ile desteklenmiştir.

## **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.

Muhammet Ali ŞENYURT

Tarih: 18.12.2024

# ÖZET

## DOKTORA TEZİ

### GRAFEN VE Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> NANOPARTİKÜLLER İLE GÜÇLENDİRİLMİŞ PAN NANOELYAF KATKILI ELİUM REÇİNE MATRİSLİ NANOKOMPOZİTLERİN MEKANİK ÖZELLİKLERİ, TRANSLAMİNAR KIRILMA DAVRANIŞLARI VE ŞEKİL HAFIZASI ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Muhammet Ali ŞENYURT

Necmettin Erbakan Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü  
Makine Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Ahmet AVCI

2023, 128 Sayfa

Jüri

Prof. Dr. Ahmet AVCI

Prof. Dr. Necati ATABERK

Doç. Dr. Mürsel EKREM

Doç. Dr. Mehmet Turan DEMİRCİ

Dr. Öğr. Üyesi Okan DEMİR

Bu tez çalışmasında Elium (E) reçine içerisinde 12 tabaka Poliakrilonitril (PAN) nanofiber, PAN ağırlığıncı sırasıyla %0.5, %1, %1.5 Grafen Nanoplaka (GNP) katkıli nanofiber, PAN ağırlığıncı %1 Demir Oksit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) nanopartikül katkıli nanofiber, PAN ağırlığıncı %0.5 GNP + %0.5 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanopartikül katkıli nanofiber ile güçlendirilmiş nanokompozitler üretilmiştir. Üretilen nanofiberlerin fiber çaplarının tespiti için Taramalı Elektron Mikroskop (SEM) görüntüleri alınmıştır. Nanokompozitlerin Termogravimetrik (TGA-DSC) analizi, Fourier dönüşümlü infrared spektroskopisi (FTIR) analizi, Çekme testi, Mod-I translaminar kırılma tokluğu testi, Dinamik Mekanik Analizi (DMA) ve şekil hafızası özellikleri incelenmiştir. Çekme testi sonuçlarında saf Elium 'un çekme dayanımı 44.44 MPa olarak ölçülmüş olup en iyi çekme dayanımı 68.86 MPa olarak %1 GNP katkıli PAN nanofiber ile güçlendirilmiş Elium matrisli nanokompozitin çıkmıştır. Mod-I translaminar kırılma tokluğu testi sonucunda en iyi K<sub>TLkritik</sub> değerine sahip %1GNP katkıli olan nanokompozit malzemede belirlenmiştir. DMA analizi sonucunda E 'nin camı geçiş sıcaklığı (T<sub>g</sub>) 70.76 °C olup en yüksek T<sub>g</sub> 'ye sahip olan 91.68 °C ile %1 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> katkıli nanokompozittir. Çalışmanın ana konusu olan şekil hafızası özelliklerinin incelenmesi sonucunda E 'nin geri dönüş oranına bakıldığında %80 olarak ölçülmüştür. En yüksek şekil geri dönüş oranına sahip olan ise %95 olarak %1 GNP katkıli PAN nanoelyaf takviyeli nanokompozit malzeme olmuştur.

**Anahtar Kelimeler:** Demir Oksit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>), Dinamik Mekanik Analiz (DMA), Grafen, Nanoelyaf, Nanokompozit, Poliakrilonitril (PAN), Şekil Hafızalı Malzemeler

## ABSTRACT

### Ph.D THESIS

# INVESTIGATION OF MECHANICAL PROPERTIES, TRANSLAMINAR FRACTURE BEHAVIORS AND SHAPE MEMORY PROPERTIES OF PAN NANOFIBER DOPED ELIUM RESIN MATRIX NANOCOMPOSITES REINFORCED WITH GRAPHENE AND Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> NANOPARTICLES

Muhammet Ali ŞENYURT

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

Advisor: Prof. Dr. Ahmet AVCI

2023, 128 Pages

Jury

Prof. Dr. Ahmet AVCI

Prof. Dr. Necati ATABERK

Assoc. Prof. Mürsel EKREM

Assoc. Prof. Mehmet Turan DEMİRCİ

Asst. Prof. Okan DEMİR

In this thesis study, 12 layers of Polyacrylonitrile (PAN) nanofiber in Elium (E) resin, 0.5%, 1%, 1.5% Graphene Nanoplate (GNP) doped nanofiber by weight of PAN respectively, 1% Iron Oxide (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) nanoparticle doped nanofiber by weight of PAN Nanocomposites reinforced with 0.5% GNP + 0.5% Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles by weight of PAN were produced. Scanning Electron Microscope (SEM) images were taken to determine the fiber diameters of the produced nanofibers. Thermogravimetric (TGA-DSC) analysis, Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) analysis, Tensile test, Mode-I translaminar fracture toughness test, Dynamic Mechanical Analysis (DMA) and shape memory properties of nanocomposites were examined. In the tensile test results, the tensile strength of pure Elium was measured as 44.44 MPa, and the best tensile strength was 68.86 MPa of the Elium matrix nanocomposite reinforced with 1% GNP added PAN nanofiber. As a result of the Mode-I translaminar fracture toughness test, the best  $K_{TLcritical}$  value was determined in the nanocomposite material with 1% GNP additive. As a result of DMA analysis, the glass transition temperature ( $T_g$ ) of E is 70.76 °C and the one with the highest  $T_g$  is 1% Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> doped nanocomposite with 91.68 °C. As a result of examining the shape memory properties, which is the main subject of the study, the return rate of E was measured as 80%. The one with the highest shape recovery rate was 95%, 1% GNP added PAN nanofiber reinforced nanocomposite material.

**Keywords:** Dynamic Mechanical Analysis (DMA), Graphene, Iron Oxide (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>), Nanocomposite, Nanofiber, Polyacrylonitrile (PAN), Shape Memory Materials

## ÖNSÖZ

Doktora tez çalışmamın başlangıç ve bitiş süresi boyunca beni yalnız bırakmayan, hiçbir yardımı esirgemedi, yoğun iş temposu içerisinde çok değerli vakitlerini ayırarak destek ve yardımlarını esirgemeyen, ne zaman bir zorlukla karşılaşsam her daim yol gösterici olan, akademik kariyerim boyunca her zaman tecrübeleriyle bana ışık tutan, özverili bir şekilde bizleri yetiştirmek için bütün emek ve çabalarını ortaya koymaktan çekinmeyen değerli akademisyen saygıdeğer hocam Prof. Dr. Ahmet AVCI 'ya teşekkür eder ve saygılar sunarım.

Tezin başlangıç anından bitiş anına kadar tezle ilgili görüş ve önerileri için Tez İzleme Komitesi üyelerim ve değerli hocalarım Prof. Dr. Necati ATABERK, Prof. Dr. Hayrettin DÜZCÜKOĞLU, Dr. Öğretim Üyesi Okan DEMİR 'e teşekkür ederim.

Bana her zaman değerli vakitlerini ayırarak bilgi ve tecrübelerinden yararlandığım ve her konuda desteklerini gördüğüm Doç. Dr. Mürsel EKREM 'e teşekkür ederim.

Tezle ilgili malzeme üretim ve test aşamalarında yardımlarını esirgemeyen çalışma arkadaşlarım Mak. Müh. Mustafa Mert Kurdiş, Mak. Yük. Müh. Mesut Muhammed HARMANKAYA, Mak. Yük. Müh. Mustafa Aker KESKİN 'e ve DMA analizi için yardımlarını esirgemeyen Doç. Dr. Volkan ESKİZEYBEK 'e teşekkürü bir borç bilirim.

Eğitim hayatımda bu aşamalara gelmemde en büyük pay sahibi olan ve hiçbir zaman desteklerini esirgemeyen değerli annem, babam ve kardeşlerime teşekkür ederim.

Son olarak doktora çalışmamın başından sonuna kadar göstermiş olduğu sabır ve her türlü manevi desteklerinden dolayı değerli eşime teşekkür ederim.

Muhammet Ali ŞENYURT  
KONYA-2023

## 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. KAYNAK ARAŞTIRMASI</b> .....	<b>5</b>
2.1. Elektro-eğirme Yöntemiyle Nanofiber Üretimi.....	5
2.1.1. Poliakrilonitril (PAN) Nanoelyaflar .....	7
2.2. Nanofiber Takviyeli Nanokompozit Malzemeler .....	9
2.3. Elium Termoplastik Reçine .....	16
2.4. Mod-I Translaminar Kırılma Mekanîği .....	21
2.5. Dinamik Mekanik Analiz Prensipleri (DMA) .....	26
2.5.1 Depolama Modülü (E') .....	32
2.5.2. Sönümlenme Modülü (tan $\delta$ ) .....	33
2.5.3. Kayıp Modülü (E'') .....	34
2.6. Şekil Hafızası Özelliğine Sahip Nanokompozit Malzemeler .....	34
2.7. Bu Çalışmanın Literatürdeki Yeri.....	54
<b>3. MATERYAL VE YÖNTEM</b> .....	<b>55</b>
3.1. Nanofiber ve Nanokompozit Üretiminde Kullanılan Malzemeler .....	56
3.2. Elektro-eğirme Yöntemiyle Nanofiber Malzemelerin Üretimi .....	57
3.3. Nanokompozit Malzemelerin Üretimi .....	60
3.4. Üretilen Nanokompozit Malzemelerin Testleri ve Analizleri .....	62
3.4.1. Çekme Testleri .....	62
3.4.2. Mod I Translaminar Kırılma Tokluğu Testleri .....	65
3.4.3. Dinamik Mekanik Analiz (DMA).....	68
3.4.3.1. Depolama Modülü (E') .....	68
3.4.3.2. Sönümlenme Modülü (tan $\delta$ ) .....	69
3.4.3.3. Kayıp Modülü (E'') .....	69
3.4.4. TGA- DSC Analizi .....	70
3.4.5. FTIR Analizi .....	70
3.4.6. Şekil Hafızası Özelliğinin İncelenmesi.....	71
3.4.6.1. Isıtma Haznesi Tasarımı .....	71
3.4.6.2. Şekil Hafızası Testleri.....	72
<b>4. ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA</b> .....	<b>78</b>
4.1. Çekme Testi Sonuçları .....	78

4.1.1. Nanoelyafların Çekme Test Sonuçları .....	78
4.1.2. Nanoelyafların SEM Görüntüleri.....	81
4.1.3. Tabakalı Nanokompozitlerin Çekme Test Sonuçları.....	83
4.1.4. Kırılma Yüzeyleri SEM Görüntüleri .....	85
4.2. Mod I Translaminar Kırılma Tokluğu Testi .....	92
4.2.1. Mod-I Translaminar Kırılma Tokluğu Testleri SEM Görüntüleri.....	93
4.3. DMA Analizi Sonuçları .....	96
4.3.1. Depolama Modülü (E') .....	96
4.3.2. Sönümleme Modülü (tan $\delta$ ) .....	98
4.3.3. Kayıp Modülü (E'') .....	100
4.4. TGA-DSC Eğrileri .....	101
4.5. FTIR Ölçümleri.....	103
4.6. Şekil Hafızası Testi Sonuçları.....	105
4.2.1. İlk Şekil Hafızasını Silme ve Yeniden Programlama .....	110
<b>5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER .....</b>	<b>115</b>
5.1 Sonuçlar .....	115
5.2 Öneriler .....	118
<b>6. KAYNAKLAR .....</b>	<b>119</b>

## SİMGELER VE KISALTMALAR

### Simgeler

$C_p$	: Özgül Isı
$E'$	: Depolama Modülü
$E''$	: Kayıp Modülü
GPa	: Giga Paskal
N	: Newton
K	: Kelvin
kV	: Kilovolt
$K_{TLkritik}$	: Kritik Translaminar Kırılma Tokluğu
MPa	: Mega Paskal
nm	: Nanometre
P	: Uygulanan yük
$R_r$	: Şekil geri kazanım oranı
$R_f$	: Şekil sabitlik oranı
$\tan(\delta)$	: Sönümlenme Modülü
$\sigma_{max}$	: Maksimum Gerilme

### Kısaltmalar

ABS	: Akrilonitril butadien stiren
ASTM	: Amerikan Test ve Malzeme Kurumu
CS	: Kitosan
ÇCKNT	: Çok cidarlı karbon nanotüp
DMA	: Dinamik Mekanik Analiz
DMF	: Di-metil Formamid
DSC	: Diferansiyel taramalı kalorimetri
E	: Etilen Reçine
EDA	: Etilen-di-amin
EMI	: Elektromanyetik girişim
ESET	: Tek kenar çentik
FESEM	: Alan emisyonlu taramalı elektron mikroskobu
FT-IR	: Fourier dönüşümlü infrared spektroskopisi
GNP	: Grafen Nanoplaka
Mod I	: Açılma Modu
PAN	: Poliakrilonitril
PA6	: Poliamid 6
PVA	: Polivinil alkol
SEM	: Taramalı elektron mikroskobu
TEM	: Geçirimli elektron mikroskobu
TGA	: Termogravimetrik analiz
$T_g$	: Camı geçiş sıcaklığı
$T_h$	: Şekil programlama sıcaklığı
TPU	: Termoplastik poliüretan
UV-VIS	: Ultraviyole görünür spektroskopisi
VARTM	: Vakum yardımcı reçine transfer kalıplama

## 1. GİRİŞ

Günümüz teknolojisinin hızla gelişmesi beraberinde birçok yeni malzemelerin ihtiyacı doğmuş ve bu minvalde yeni malzemelerin, üretim yöntemlerinin ortaya çıkmasını sağlamıştır. Termoplastik, kompozitlerde kullanım için termoset muadillerine göre daha yüksek tokluk, daha yüksek darbe direnci, daha hızlı ve daha esnek üretim nedeniyle birçok önemli avantaja sahiptir. Bugün ki teknolojinin ilerlemesi ile geleneksel malzemeler kullanılarak ihtiyaçlar karşılanamamaktadır. Dolayısı ile araştırmalar birbiri ile kimyasal etkileşime girmeyen farklı malzemelerin birleştirilmesi ile oluşturulan kompozit malzemelere yöneltilmiş ve bu alanda oldukça başarılı sonuçlar elde edilmiştir. Kompozit malzemelerin kullanım alanları son yıllarda çok yaygınlaşmıştır. Başta uzay ve havacılık sanayi olmak üzere otomotiv, denizcilik, spor malzemeleri gibi birçok alanda kompozit malzemeler kullanılmaktadır. Kompozit malzemelerin geniş kullanım alanları bulmalarının en önemli nedenleri metallere göre daha hafif ve üstün mekanik özelliklere sahip olmalarıdır. Metallere göre yüksek özgül mukavemet ve rijitlik değerlerine sahip olmalarının yanı sıra, yüksek yorulma ve korozyon direncine sahiptirler. Ayrıca, düşük ısıl genişleme katsayılarına ve yüksek titreşim sönümlenme özelliklerini de bulundurlar.

Polimer matrisli kompozit malzemeler kullanılan polimer malzemeye göre termoset, termoplastik ve elastomer esaslı olmak üzere üçe ayrılırlar. Günümüz otomotiv sektöründe otomobil aksamalarında kullanılan plastik malzemelerin büyük bir kısmı geri dönüştürülebilir malzemelerden oluşmaktadır. Termoplastik malzemeleri ısı ile eritilip tekrar kullanılabilen malzemeler iken termoset malzemeler geri dönüştürülemeyen malzemelerdir. Termosetlerde ancak başka bir şekilde kullanılarak geri dönüşüm sağlanabilir. Kompozit malzemelerde matris malzeme olarak kullanılan termoset reçineler yerine termoplastik reçineler de bu alanda kullanılmaya başlamıştır. Üretim maliyetinin ucuz olması, mikro çatlaklara karşı gösterdiği direnç, yüksek kırılma tokluğu, darbe dayanımı, kalite kontrol ve termoset malzemelerin aksine geri dönüşebilir olması termoplastik veya polimer matrisli kompozit malzemelerin önemini artırmaktadır (Ekrem, 2006). Termoplastik PP / PE FRP kompozitlerinin statik ve yorulma mukavemetleri, üretim karmaşıklıkları ve zayıf arayüz özellikleri nedeniyle ısıyla sertleşen muadillerinden çok daha düşüktür (Goel ve ark., 2009, Tarpani ve ark., 2014). Ayrıca, PAN nanoelyaf takviyeli termoplastik epoksi polimer (PETTP) kompozitler üzerinde herhangi bir araştırma yapılmamıştır.

Nanoteknolojinin hızla ilerlemesi, malzemelerin geliştirilmiş özelliklerine yönelik çeşitli araştırmalara olan ilgiyi artırmıştır. Bu kapsamda, termoplastik matrisli nanokompozit malzemeler, nanoteknoloji ve polimer bilimindeki bu gelişmelerin birleşiminden ortaya çıkan heyecan verici bir alanı temsil etmektedir. Termoplastik matrisli nanokompozitler, termoplastik polimer matris içinde nano boyuttaki katkı maddeleri içeren malzemelerdir. Bu katkı maddeleri genellikle karbon nanotüpler, grafen, nanoseramikler veya nano boyutlu metal oksitler gibi özel nano partikülleridir. Bu nano boyutlu katkı maddelerinin termoplastik matrise eklenmesi, malzemenin mekanik, termal ve elektriksel özelliklerini önemli ölçüde geliştirebilir. Bu nanokompozit malzemelerin çekirdek avantajları arasında yüksek mukavemet, hafiflik, termal iletkenlik ve elektriksel iletkenlik yer almaktadır. Ayrıca, termoplastik matrisli nanokompozitlerin işlenebilirliği ve şekil değiştirme özellikleri, endüstriyel uygulamalarda çeşitli avantajlar sunmaktadır.

Nano boyuttaki malzemelerin kompozit malzemelerde kullanılması malzemelerin mekanik özelliklerini iyileştirmektedir. Özellikle havacılıkta ve otomotiv sanayisinde kullanılan kompozitlerin hafif olması ve dayanıklı olması istenir. Bunu sağlamak için çeşitli uygulamalar mevcuttur. Havacılık ve otomotivde kullanılan kompozitlerin yapıları karbon/epoksi, cam/epoksi, kevlar/epoksi gibi iki fazlı yapıdadır. Bunlardan epoksinin mekanik özellikleri; karbon, cam, kevlar elyaflara kıyasla çok düşüktür. Epoksinin özelliklerinin iyileştirilmesi için nanopartikül ve/veya nanoelyaflarla takviyelendirilir. Literatürde %5 den %50 ye kadar artış sağlandığı ifade edilmiştir.

Şekil hafızalı malzeme, malzemelerin kendilerine özgü sahip oldukları özelliklerine dayalı olarak tasarlanan ve kullanılan bir malzeme türünü ifade eder. Bu tür malzemeler, belirli bir şekli veya yapıyı alabilme yeteneğine sahiptir ve bu şekli dış etkenlerle değiştirildikten sonra bile orijinal şekline geri dönebilirler. Şekil hafızası malzemeleri, sıcaklık, gerilme veya manyetik alan gibi farklı uyarıcılara yanıt vererek şekil değiştirebilirler. Bu özellikleri, bir dizi endüstriyel uygulamada kullanılır, örneğin tıp alanında implantlar, havacılıkta uçak kanatları ve otomotiv sektöründe farklı parçaların tasarımında şekil hafızası malzemeleri önemli bir rol oynar. Bu malzemeler, mükemmel dayanıklılık ve esneklik sağlayarak, çeşitli endüstrilerde inovasyon ve gelişmeye katkıda bulunur.

Şekil hafızası, bir malzemenin deforme olup geçici bir şekle sabitlenebilme yeteneğidir. Orijinal şeklin geri kazanımı daha sonra yalnızca harici bir uyararla tetiklenebilir. Şekil hafızalı polimerler, tek yönlü bir etki olarak çeşitli çevresel ve uzamsal olarak lokalize uyarılara yanıt olarak ezberlenmiş bir şekli geri kazanacak

şekilde programlanabilen yüksek oranda deforme olabilen malzemelerdir. Şekil-hafıza fonksiyonu, makro ölçekli deformasyon ve işleme yoluyla, özellikle de polimerlerdeki çalıştırma birimlerinin ve geometri belirleme birimlerinin iskelet yapısının makromoleküler yönelimlerini dikte ederek çalıştırma davranışını mümkün kılan tersine çevrilebilir bir etki olarak da üretilebilir. Şekil hafızalı polimerler programlanabilir ve rastgele şekillere yeniden programlanabilir. Hem şekil geri kazanım hem de çalıştırma davranışı yeniden programlanabilir (Lendlein ve Gould, 2019).

Şekil hafızalı malzemeler, çevresel bir değişiklik gibi harici bir uyarana maruz kaldıklarında eğilme, bükülme veya büzülme gibi programlanabilir hareketler üretme yetenekleriyle karakterize edilir (Lendlein ve Gould, 2019). Doğada, uyarıcı kontrollü şekil değişiklikleri, yinelemeli evrimsel iyileştirme ile programlanır (Poppinga ve ark., 2017, Poppinga ve ark., 2018). Örneğin, bir sinekkapanının kapanması ve geri dönüşü olmayan tek yönlü tropizmler (yönlendirmeler) gibi uyarıcıya duyarlı bitki hareketi, tersine çevrilebilir plastik hareketlere bölünebilir. Burada, belirli bir hareketin tersine çevrilebilirliği, sistem içindeki işlevi için çok önemlidir. İnsan yapımı malzemelerde bu tür akıllı hareketlerin uygulanması, ışık ve ısı gibi uyaranlarda meydana gelen değişikliklere tek seferlik bir olay olarak veya tersine çevrilerek yanıt veren malzemelerin tasarımını mümkün kılarak, karmaşık duyu-tepki döngüsüne dayanan malzemelere göre bir avantaj sağlar. Bu nedenle, seramikler, alaşımlar ve yumuşak malzemelerde bildirilen programlanabilir şekil belleği özellikleriyle, son birkaç on yılda çeşitli şekil hafızalı malzemeler tasarlanmış ve gerçekleştirilmiştir (Lendlein ve Kelch, 2002). Polimerik malzemeler, endüstriyel canlılıkları, morfolojik çok yönlülüğü ve sentetik esneklikleri nedeniyle uyarıcıya duyarlı şekil değiştiren malzemeler olarak yoğun ilgi görmüştür. Makro ölçekli hareket, makromoleküler yapıdaki konformasyonel değişikliklerle veya uyarıcı ile indüklenen faz ayrılmasıyla, örneğin hidrojellerde şişmeye ve kabarmaya neden olarak üretilir (Qiu ve Park, 2001).

Bu tez çalışmasında öncelikle termoplastik matris malzeme olan Elium (E) reçinesi ile plakalar üretilmiştir. Daha sonra elektro-eğirme yöntemiyle Poliakrilonitril (PAN) nanoelyafları, PAN ağırlığınca sırasıyla %0.5, %1, %1.5 Grafen (GNP), %1 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanopartikül, %0.5 GNP + %0.5 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanopartikülle güçlendirilmiş PAN nanoelyaf malzemeler üretilmiştir, sonrasında elektro-eğirme ile üretilmiş PAN nanoelyaf ile güçlendirilmiş 12 katman Elium termoplastik reçine matrisli nanokompozit malzemeler üretilmiş olup üretilen bu nanokompozitlerin ve nanoelyafların mekanik özellikleri, üretilen nanoelyafların fiber çaplarını, nanokompozitlerin kırılma hasar mekanizmalarını

gözlemek için SEM analizleri, nanokompozitlerin TGA-DSC analizleri ve FTIR analizleri gerçekleştirilmiştir. Ayrıca saf Eium plaka ve nanokompozitlerin dinamik mekanik analizleri, mod-I translaminar kırılma tokluğu testleri gerçekleştirilmiştir. Aynı zamanda bu tez çalışmasının ana konusu olan saf Eium plaka ve üretilen nanokompozit malzemelerin şekil hafızası özellikleri incelenmiştir. Şekil geri dönüş oranı, şekil sabitlik oranı ve şekil hafıza indeksleri gözlemlenerek birbirleri ile karşılaştırılmıştır. Son olarak saf Eium malzemesinin ilk sahip olduğu şekli silip yeni kalıcı şekil hafızası verme (yeniden programlama) testi gerçekleştirilmiştir.

## 2. KAYNAK ARAŞTIRMASI

Günümüzde malzeme bilimi, nanoteknoloji ve polimer bilimi arasındaki entegre çalışmalar, çeşitli endüstrilerde devrim niteliğinde malzemelerin ortaya çıkmasına öncülük etmektedir. Bu bağlamda, termoplastik matrisli tabakalı nanokompozit malzemeler, nanoteknolojinin inovasyonları ve termoplastik polimer matrislerin avantajlarını bir araya getirerek dikkat çekmektedir. Nanofiber katkılı tabakalı nanokompozit malzemeler, termoplastik polimer matris içinde nano boyutlu fiber katkı maddeleri içeren özel malzemelerdir. Bu nano boyutlu katkı maddeleri genellikle karbon nanofiberler veya polimer nanofiberleri gibi özel nanomalzemelerdir. Bu malzemelerin tabakalı yapısı, farklı katmanlardaki nanofiberlerin etkileşimini optimize ederek malzemenin özelliklerini geliştirir.

Nano boyutta yapılarını modifiye ederek malzemelerin özelliklerini (mekanik, termal, elektriksel, optik, manyetik vb.) kontrol etmek mümkündür. Nano boyutta tasarlanan ve üretilen malzemeler, genel malzemelerle karşılaştırma yapıldığında bazı üstün özelliklere sahip olabilmektedir. Üretilen bu yüksek performanslı malzemeler, çeşitli yeni ürünlerde ve alanlarda fayda sağlamaktadır. Örneğin, nanomalzemelerdeki yüzey-hacim oranının yüksek olması kompozitlerde, kimyasal reaksiyonlarda, enerji depolamada ve ilaç dağıtımında kullanılabilir. Nanomalzemeler, kendilerine özgü kimyasal ve fiziksel özellikler, yüksek yüzey alanı ile birlikte küçük boyut ve kuantum sınırlaması (atomun elektronlarında enerji spektrumunun kesikli olması) gibi birçok özelliğe sahiptir. Bilim insanları, nanometre boyut ölçeğindeki maddenin kontrolü sayesinde faydalı malzemeler, sistemler ve cihazlar oluşturur, bu boyutta geliştirilen yeni özellikleri ve durumları keşfederler.

### 2.1. Elektro-eğirme Yöntemiyle Nanofiber Üretimi

Elektro-eğirme tekniği, son zamanlarda nano boyutta lif üretiminde en sık kullanılan yöntemdir (Reneker ve ark., 2000, Fong ve ark., 2002, He ve ark., 2004). Elektro-eğirme yöntemi ile 100 nm- 5 µm yarıçapları arasında fiberler üretilebilmektedir ve bu yöntemle üretilen fiberler klasik yöntemle üretilen fiberlerden yüz kez daha küçük yarıçapta olabilmektedir (Katz, 1992, Shin ve ark., 2001).

Baji ve ark. (2010) yaptıkları çalışmada elektro-eğirme yöntemiyle üretim esnasında nanoelyafların deformasyon davranışlarını etkileyen faktörlerin moleküler yönlenme ve kristallik yapı gibi özellikleri incelenmiştir. Nanoelyaf içerisinde bulunan

moleküllerdeki dizilim amorf yapıya sahip olduğunda elyaflar elastomerik davranış gösterirken kristal yapıda olanlar boyutsal kararlılık göstermektedir. Yani elyaf içerisindeki kristalik ve amorf fazların diziliminin düzenli veya rastgele olması malzemenin mekanik deformasyon karakteristiğine etki eden başlıca faktörlerdendir. Ayrıca elyafın yapısı, bireysel elyaf özellikleri, elyafların geometrik dizilimi ve elyaflar arasındaki etkileşim nanoelyafların mekanik özelliklerini ciddi oranda etkilediği belirtilmiştir. Bu özellikleri elektro-eğirme üretim safhası süresince kontrol etmenin zor olduğu ve bu sebeple tek bir elyafın gerilme deformasyonunun belirlenmesinin en önemli durum olduğu söylenmiştir (Baji ve ark., 2010).

Naebe ve ark. (2007) tarafından yapılan çalışmada elektro-eğirme yöntemiyle üretilen PVA nanoelyafların yapıları ve özellikleri üzerine çok cidarlı karbon nanotüp (ÇCKNT) 'lerin etkileri araştırılmıştır. PVA nanoelyaflar ile PVA ağırlığınca %4.5 ÇCKNT ilave edilmiş nanokompozitler elektro-eğirme yöntemiyle üretilmiş ve üretilen nano malzemelerde ÇCKNT 'lerin etkileri, elektro-eğirme sonrası PVA 'nın morfolojisindeki değişim çekme özellikleri, yüzey hidrofiliği ve termal kararlılığına bakılarak incelenmiştir. Yapılan çalışmada geniş açı X-ışını difraksiyonu (WAXD) ve diferansiyel tarama kalorimetresi (DSC) ile ÇCKNT 'lerin varlığı, ÇCKNT/PVA nanokompozit elyaflardaki PVA 'nın kristalizasyonunu çekirdeklendirebildiği ve bu sayede çekme dayanımını önemli ölçüde artırdığı gösterilmektedir. Ayrıca, PVA nanoelyaf içerisinde bulunan ÇCKNT 'lerin elyaf çapını ve nanoelyafın yüzeyinin hidrofilik özelliğini azalttığı belirtilmiştir. Saf PVA nanoelyaflar ve ÇCKNT/PVA nanokompozit elyaflar sırasıyla PVA kristalitesini artırmak ve çapraz bağlı PVA ağı oluşturmak için metanol içerisinde ısıtılması ve glutarik dialdehid ile çapraz bağlanması gibi elektro-eğirme ile üretim sonrası işlemlere farklı cevap verdiği belirtilmiştir. ÇCKNT 'ler metanol ile ısıtma işlemi sırasında PVA 'nın kristalleşme hızını azaltmakta ancak kristalleşme hızındaki bu azalma çapraz bağlama reaksiyonuna neden olmaktadır. Çapraz bağlama reaksiyonu ile metanol işlemi karşılaştırıldığında, elyafın çekme dayanımının metanol işleminden sonra daha yüksek olduğu ve çekmedeki birim şekil değişiminde düşüş olduğu gösterilmiştir. Ek olarak ÇCKNT 'lerin nanokompozit elyafların başlangıç ayrışma sıcaklığını düşürdüğü fakat elektro-eğirme sonrası işlenmiş nanoelyafların termal bozunmasının kararlı olduğu belirtilmiştir. Hem çapraz bağlama reaksiyonu hem de metanol ile işlenmiş ÇCKNT/PVA nanokompozit elyafların çekme mukavemeti, su termal kararlılığı ve su teması açısından en yüksek artış sağlanmıştır.

Stachewicz ve ark. (2012) tarafından yapılan çalışmada, yüksek mekanik özelliklere sahip nano kompozitlerin üretimi için elektro-eğirme yöntemiyle üretilen nanoelyaflar ile bunların çözelti etkileşimleri incelenmektedir. Dokunmamış polyamid 6 (PA6) nanoelyaflar, solüsyon bazlı işlem yöntemini kullanarak dokunmamış nanoelyaf içindeki PVA matris olarak kullanarak elde edilmiştir. Kompozitlerde maksimum kopma gerilmesinin ağırlıkça %16 PVA çözeltisinde olduğu belirtilmiştir. Belirtilen bu oranda PVA matrisi ile sözü edilen elyafların bütün gözenekleri çözücünün buharlaştırılmasıyla doldurulduğu ve nanoelyaflar ıslatılarak PVA çözeltisi olarak elde edilen bileşikteki boşlukların doldurulduğu gösterilmiştir. Uygulanan bu yöntemler sayesinde optik açısından saydam olan nanoelyaf kompozitlerde daha fazla işlevsellik gösteren ve daha tutarlı nanoelyaf – matris ara yüzeyleri elde edilmiştir (Stachewics ve ark., 2012).

Elektro-eğirme yöntemi ile imal edilen nano çaptaki fiberlerin üstün mekanik özelliklerinin yanında sahip oldukları oldukça yüksek yüzey alanları sayesinde sensörler, doku mühendisliği, üstün özellikte (hidrofilik, yanmayan vb.) tekstil kumaşlar, nanokompozit malzemeler, çok amaçlı filtreler, kontrollü salınımlı ilaç üretimi gibi birçok alanlarda kullanılmaktadır (Srinivasan ve Reneker, 1995, Deitzel ve ark., 2001, Shin ve ark., 2001, Huang ve ark., 2003).

### **2.1.1. Poliakrilonitril (PAN) Nanoelyaflar**

Polimer nanoelyaflar nanokompozit malzemelerin sadece mekanik özelliklerini değil aynı zamanda termal ve elektriksel özelliklerini de artırmaktadır. Genellikle polyakrilonitril (PAN) gibi polimerler ön madde olarak kullanıldığında bu gibi özellikler elde edilmektedir. Elektro-eğirme ile üretilen PAN nanoelyaflar oldukça yüksek makromoleküler yönlenmeye ve önemli ölçüde yapısal kusurları azaltma özelliğine sahiptirler (Lai ve ark., 2011).

Chen ve ark. (2011) tarafından yapılan çalışmada epoksi matris içerisinde bulunan karbon elyaf kumaşların arasına yerleştirilen karbon nanofiberleri kullanarak hibrit kompozit malzeme üretilmiştir. PAN çözeltisi, %14'lük bir solüsyon olacak şekilde DMF içinde hazırlanmıştır. Daha sonra elektro-eğirme yöntemiyle 10 cm genişliğinde ve 40 µm kalınlığında nanofiber elde edilmiştir. PAN nanofiberleri, eđol içine daldırılarak alüminyum folyo üzerinden kolayca kaldırılmıştır. Nanofiberler, grafit levha arasına yerleştirilerek 1°C/dk artış hızıyla 280 °C'ye kadar ısıtılmış ve 280 °C'de altı saat bekletilerek nanofiberler stabil hale getirilip karbonlaştırma işlemine hazır hale getirilmiştir. Karbonlaştırma işlemi, 5 °C/dk artış oranıyla argon içinde 1200 °C'ye kadar

ısıtılarak bir saat bekletilmiş ve elektro-eğirme karbon nanofiberleri hazırlanmıştır. Elde edilen nanofiberler ve karbon kumaşları, Vakum yardımcı reçine transfer kalıplama (VARTM) yöntemiyle kompozit malzeme üretiminde kullanılmıştır. Sonrasında, kompozit malzemeler 110 °C'de beş saat bekletilmiş ve mekanik testler ile morfolojik özellikleri incelenmiştir. Eğilme testi ve kayma testleri sırasıyla ASTM D790 ve ASTM D2344 standartlarına göre gerçekleştirilmiş, aynı zamanda malzemelerin elektriksel iletkenlik ölçüm deneyleri yapılmıştır. Nanoelyaf ile güçlendirilmiş hibrit nanokompozitlerin tabakalar arası kayma mukavemetinin takviye edilmemiş nanokompozitlere göre önemli ölçüde daha yüksek olduğu belirtilmiştir. Tabakalar arası kayma mukavemeti, nanofiber takviyeli hibrit kompozit malzemelerde 51.2 MPa iken, normal takviyesiz kompozit malzemelerde 27.5 MPa olarak ölçülmüştür. Bu durum, nanoelyafların sarmaşık bir şekilde olmasının, reçinesi fazla olan tabakalar arasındaki mikro çatlakların ilerlemesini azalttığını göstermektedir. Mikro çatlakların yönünü değiştiren nanofiberler, çatlak ilerlemesine karşı direnç oluşturarak malzemenin dayanıklılığını artırmaktadır (Chen ve ark., 2011).

Lin ve ark. (2008), elektro-eğirme yöntemiyle hazırladıkları PAN ve PMMA 'dan oluşan nanofiberlerin eğilme ve dinamik özelliklerini araştırdılar. Üç nokta eğme testi ve DMA testleri için farklı ölçülerde kesilmiş nanofiberlerle kompozit malzemeler ürettirler. PMMA oranlarını değiştirerek eğilme dayanımı, elastiklik ve kırılma enerjilerini karşılaştırdılar. %5 oranında PMMA içeren nanofiber takviyeli kompozit malzemenin özelliklerinin en düşük olduğunu gözlemlediler. Ancak PMMA nanofiberlerin belirli bir değere kadar ıslatılmasıyla bu özelliklerin arttığını ifade ettiler. Ayrıca, nanofiber çaplarının küçük olmasının özel bir yüzey sağladığını açıkladılar. Bu özellik, nanofiber takviyeli kompozit malzemelerin mekanik özelliklerini artırmak için nanofiberlerle matris arasındaki kusur ve çatlak oluşumunu azaltmaktadır. Bu durum, nanofiber takviyeli kompozit malzemelerin dayanıklılığını artırmaktadır (Lin ve ark., 2008).

Ji ve ark. (2009), ÇCKNT ekleyerek PAN polimer içinde nanofiberler üretmiştir. Karbon nanotüplerin polimer içinde homojen ve düzenli bir şekilde sıralanması, kompozit nanofiberlerin mekanik performansını önemli ölçüde artırmıştır. PAN nanofiberlerin çekme mukavemeti ve elastik modülü, sırasıyla 71.9 MPa ve 2.2 GPa iken %2 oranında karbon nanotüp eklediklerinde çekme mukavemeti ve elastik modülü 114.8 MPa ve 3.2 GPa olarak ölçülmüştür. Artan elastik modülü ve çekme mukavemetinin karbon nanotüplerin etkisi olduğunu belirtmişlerdir. Ek olarak, CNT 'lerin homojen bir şekilde

dağılması ve ÇCKNT ile PAN polimer arasındaki güçlü yüzey etkileşimi nedeniyle mekanik özelliklerin arttığını ifade etmişlerdir (Ji ve ark., 2009).

Hou ve ark. (2005), %7 'lik bir PAN solüsyonuna ağırlıkça belirli oranlarda çok cidarlı karbon nanotüp ekleyerek çalışmışlardır. Karbon nanotüpleri farklı oranlarda (%2, %3, %5, %10, %20 ve %35) PAN içinde çözerek nanofiberler elde etmişlerdir. Karbon nanotüp oranı düşük olan kompozit nanofiberlerin yüzey morfolojisini incelediklerinde pürüzsüz bir yüzey gözlemlemişler, bunun yanında karbon nanotüp oranı arttıkça yüzeyin pürüzlü bir yapıya doğru dönüştüğünü belirtmişlerdir. Mekanik özelliklerine baktıklarında CNT 'lerin kompozit nanoelyaf plakaların çekme mukavemetini ve elastik modülünü artırdığını vurgulamışlardır. Nanoelyaf içindeki CNT miktarının artmasıyla elastik modülün 4.4 GPa 'ya kadar çıktığını belirtmişlerdir (Hou ve ark., 2005).

Mahapatra ve ark. (2012), Ag nanoparçacıkları ile emprenye edilmiş poliakrilonitril nanoliflerini elektro-eğirme yöntemiyle oda sıcaklığında başarıyla sentezlemişlerdir. PAN-Ag kompozit nanolifleri, PAN'ın ağırlıkça % 8 miktarında gümüş nitrat ( $AgNO_3$ ) içeren dimetil formamid (DMF) solventinde PAN 'ın (ağırlıkça %10) elektro-eğirilmesiyle hazırlamışlardır. Gümüş iyonlarını elektro-eğirmeden önce çözeltinin geri akıtılması, indirgeyici madde olarak sodyum borohidrit ( $NaBH_4$ ) ile muamele edilmesi ve hazırlanan kompozit nanoliflerin 160 °C 'de ısıtılması gibi üç farklı yöntemle gümüş parçacıklarına indirgediklerini söylemişlerdir. Ag nanoparçacıkları ile fonksiyonel hale getirilen hazırlanan PAN nano liflerini, alan emisyon taramalı elektron mikroskobu (FESEM), SEM element algılama X-ışını analizi (SEM-EDAX), transmisyon elektron mikroskobu (TEM) ve ultraviyole görünür spektroskopi (UV-VIS) ile karakterize etmişlerdir. UV-VIS spektrum analizinde, 410 nm'de belirgin bir absorpsiyon bandı gösterdiğini ve Ag nanoparçacıklarının oluştuğunu söylemişlerdir. TEM mikrografları ile Ag nanoparçacıklarının PAN nanoliflerinin yüzeyinde homojen dağıldığını doğrulamışlardır ve parçacık çapının 5-15 nm olduğu bulmuşlardır (Mahapatra ve ark., 2012).

## 2.2. Nanofiber Takviyeli Nanokompozit Malzemeler

Havacılık, uzay ve savunma sanayileri, biyomedikal endüstrisi, otomotiv ve denizcilik endüstrisi sürekli bir gelişim içerisinde olan alanlardır ve bu sektörlerde kullanılan malzemelerin mükemmelliği ve dayanıklılığı kritik öneme sahiptir. Son yıllarda, nanoteknolojinin ilerlemesi ile birlikte nanokompozit malzemeler, havacılık, uzay ve savunma sanayilerinde çeşitli kritik uygulamalarda kullanılmaktadır.

Nanokompozit malzemeler, geleneksel malzemelere kıyasla daha hafif olabilirler, ancak aynı zamanda üstün mekanik dayanıklılık sunarlar. Bu özellikleri, uçak gövdeleri, uzay aracı yapıları ve savunma sanayisindeki taşıyıcı sistemlerin tasarımında önemli bir avantaj sağlar. Nanokompozit malzemelerin termal iletkenlik özellikleri, uzay uygulamalarındaki ısı yönetimi için kritiktir. Uyduların ve uzay araçlarının yüksek sıcaklık değişimlerine dayanabilmesi için bu malzemelerin kullanımı artmaktadır. Karbon nanotüp veya grafen içeren nanokompozit malzemeler, hafif ve elektriksel olarak iletken olabilir. Bu özellikleri, havacılık ve uzaydaki elektronik sistemlerin hafif ve yüksek performanslı tasarımına olanak tanır. Bazı nanokompozit malzemeler, radar izini azaltma yetenekleri nedeniyle savunma sanayisinde özellikle stratejik öneme sahiptir. Uçak ve diğer taşıyıcı sistemlerde kullanılarak gözle görünürlüklerini ve tespit olasılıklarını azaltabilirler. Nanokompozitler, nanometre ölçeğindeki katkı maddeleri sayesinde mükemmel mekanik özelliklere sahip olabilirler. Bu, malzemenin dayanıklılığını artırır ve yorulma direncini iyileştirir. Yüksek sıcaklık değişimlerine dayanabilirler, bu da roket motorları ve uzay aracı bileşenleri için ideal bir seçenek yapar. Polimer matrisli nanokompozitler, kimyasal direnç ve biyo-uyumlu özellikler sunabilirler. Bu özellikler, askeri teçhizat, tıbbi cihazlar ve biyolojik savunma sistemleri gibi çeşitli uygulamalarda kullanılmasını mümkün kılar. Hafiflikleri ve esneklikleri nedeniyle polimer matrisli nanokompozit malzemeler, havacılık ve savunma sektörlerindeki enerji depolama ve dönüşüm uygulamalarında kullanılabilir. Bu, yenilenebilir enerji teknolojilerinin geliştirilmesine katkıda bulunabilir. Polimer matrisli nanokompozit malzemeler, havacılık, uzay ve savunma sanayilerindeki bu çeşitli uygulamalarda geleceğin tasarım ve üretim standartlarını belirleyerek, sektörlerin daha etkili ve sürdürülebilir çözümler geliştirmesine olanak tanımaktadır. Bu malzemeler, mükemmel özellik kombinasyonları ile sektöre inovasyon getirerek, gelecekteki teknolojik ilerlemelere katkıda bulunmaya devam edecektir.

Nanofiber üretiminde farklı yöntemler ve prosesler kullanılmaktadır. Bu yöntemlerden biri olan elektro-eğirme tekniği, nanofiberlerin üretiminde oldukça etkili ve çok yönlü bir yöntem olarak öne çıkmaktadır. Elektro-eğirme tekniği, elektrostatik kuvvetlerin kullanılmasıyla ince nanofiberlerin üretimini sağlayan bir süreçtir. Elektro-eğirme tekniği, bir polimer çözeltisinin bir iğne ucundan elektrostatik kuvvetlerle çekilerek ince bir fiber haline getirildiği bir süreçtir. Temel olarak, çözelti iğne ucundan damla damla çekilirken, bir elektrik alanı oluşturulur. Bu elektrik alanı, çözeltinin yüzey gerilimini aşmasına ve nanofiberlerin oluşmasına neden olur. Elektro-eğirme yöntemi,

biyolojik uyumluluk özellikleri sağlayan nanofiber yapısının biyomedikal alanlarda kullanılmasını mümkün kılar. Yara iyileştirme, doku mühendisliği ve ilacın vücuda dağıtımını gibi uygulamalarda kullanılabilir. Elektro-eğirme ile üretilen nanofiberler, yüksek yüzey alanları ve ince poroz yapıları nedeniyle etkili filtre malzemeleri olarak kullanılabilir. Hava ve su filtrasyon sistemlerinde yaygın olarak tercih edilirler. Elektro-eğirme ile üretilen nanofiberler, tekstil endüstrisinde kullanılarak kumaşların dayanıklılığını ve performansını artırabilir. Elektro-eğirme ile üretilen nanofiberler, elektronik cihazların üretiminde ve optoelektronik uygulamalarda kullanılabilir. Sensörler, transistörler ve güneş hücreleri gibi alanlarda potansiyel uygulamaları vardır.

Elektro-eğirme tekniği, nanoteknolojinin dinamik bir bileşeni olarak malzeme bilimine önemli katkılarda bulunan bir üretim yöntemidir. Çeşitli uygulama alanlarında kullanılan nanofiberler, elektro-eğirme tekniğinin esnekliği ve etkinliği sayesinde çeşitli endüstrilere önemli avantajlar sağlamaktadır. Bu teknik, nanomateriyal üretimi konusunda gelecekte daha da geniş bir rol oynamaya devam edecektir.

Nano boyutta çaplarda bulunan nanoelyaflar nanokompozit malzemelerde kullanıldığında malzemenin mekanik özelliklerinde önemli ölçüde artış meydana gelmektedir. Nanoelyaflardaki zincir yapıların lamelli ve amorf kısımları elyafların elastiklik modülünü ve dayanımını etkilemektedir (Yar, 2017).

Genellikle epoksi matrisli malzemelere nano partikül eklenerek yeni ve farklı özelliklerde nanokompozitler elde edilmektedir. Fakat nanopartiküller belirli bir sınıra kadar eklenebildiklerinden nanopartiküllerin kompozit malzemelerdeki kullanım oranı sınırlıdır. Ayrıca, nanopartikül üretimi ciddi şekilde zor olduğundan, bu durum bir başka kısıtlama getirmektedir. Böylece, kompozit malzemelerde nanofiber ve nanotellerin nanopartiküllerin yerine kullanılması yaygınlaşmaktadır. Nanofiberlerin kolayca üretilmesi ve uygulandığında mekanik özellikleri artırması, pratik uygulamalarda önemli bir etki yaratmaktadır (Teo ve Ramakrishna, 2009).

Yıldırım ve ark. (2021) tarafından yapılan çalışmada nanokompozit malzemelerin termal ve mekanik özellikleri araştırılmıştır. Üretilen nanokompozit malzemeler epoksi bazlı olup, Çok Duvarlı Karbon Nano Tüp katkılı polivinil alkol (PVA) nanolifleri ile güçlendirilmiştir. Nanolifler elektrospinning yöntemiyle üretildi. Takviye amacıyla nanolifler 5, 10 ve 15 kat olarak kullanıldı. Bu nanokompozit malzemeler ASTM D882-02 standartlarına uygun olarak sabit çekme hızında tek eksenli çekme testlerine tabi tutulmuştur. Çekme mukavemeti, elastisite modülü, Poisson oranı ve tokluk değerleri elde edilmiş ve bu değerler nanofiber içermeyen referans saf epoksi numunelerinin

değerleriyle karşılaştırılmıştır. Numunelerin termal özelliklerinin elde edilmesi için Termogravimetrik ve Diferansiyel Termal Analizler yapılmıştır. Hasar mekanizmalarını araştırmak amacıyla kırık çekme testi numunelerinin yüzeyleri Taramalı Elektron Mikroskobu ile görüntülenmiştir. Epoksinin mekanik ve termal özellikleri, MWCNT katkılı PVA nanofiberleri kullanılarak geliştirilmiştir (Yıldırım ve ark., 2021).

Elektro-eğirme yöntemi, henüz yeni bir alan olmasına rağmen, nanofiber takviyeli kompozit malzemelerin üretimi hızla artmaktadır. Tek fiberin mekanik özelliklerindeki artış, matristeki nanoelyafların kontrolü ve elyaf-matris bağlantısının yönetimi gibi özellikler, yeni kompozit malzemelerin gelişimine önemli katkılar sağlamaktadır. Elektro-eğirme ile üretilen fiberler genellikle polimer çözeltilerinden elde edilmektedir. Polimerlerin hem yapısal takviyeye uygunluğu hem de yüksek mekanik özelliklere sahip olması aranmaktadır. Bu nedenle, polimer seçimi kompozit malzemelerde büyük öneme sahiptir. Ayrıca, polimerlere karbon nanotüp eklenerek farklı özelliklere sahip nanofiberler elde edilebilmektedir. Karbon nanotüplerin yüksek dayanıklılığa, esnekliğe, yüksek termal ve elektriksel iletkenliğe sahip olması, polimer çözeltilisine farklı özellikler katarak kompozit malzemelerdeki uygulanabilirliği artırmaktadır. Karbon nanotüplerin yanı sıra çeşitli nanopartiküller, seramikler ve karbon siyah nano partiküller gibi katkı maddeleri eklenerek, yeni nanofiberlerin mekanik özelliklerini artırmaya yönelik araştırmalar yapılmaktadır (Zucchelli ve ark., 2011).

Elektro-eğirme yöntemiyle imal edilen polimer nanoyapılar, mükemmel bir şekilde gözenekli özelliklere sahiptirler. Genellikle, polimer nanoyapılar rastgele bir şekilde bir araya gelir ve gözenekli bir yapı ile birlikte yüksek bir yüzey alanı-hacim oranı kazandırır. Nanoyapıların bu gözenekli karakteristik yapısı reçine akışını kolaylaştırarak matris olarak eklenen reçinenin tamamen emilmesini sağlar. Bunun yanında, bu tür nano yapılar, kompozit prepeglerin kırılma tokluğunu ve aşınma direncini artırarak öne çıkar. Nano yapıların, yoğun film şeklindeki eşdeğerleriyle karşılaştırıldığında, kırılma tokluğunun önemli ölçüde daha iyi olduğu görülmektedir. Fakat, nano yapıların kompozit prepeglerin yüzeyine yerleştirilmeden önce ön ıslatma yapılması, reçinenin tamamen katılaşmasını engelleyebilir. Karbon elyaf kumaşların üzerine doğrudan yerleştirilen nano yapılar, epoksinin eklenmesiyle birlikte reçine tabakasının tamamen ıslatılmasını sağlar (Zhang ve ark., 2010).

Elektro-eğirme ile üretilmiş nanofiberler, matris içerisinde homojen bir şekilde dağıtılabılır. Elektro-eğirme cam nanoelyaf içeren nano-matris reçineyle üretilen kompozit malzemelerin özellikle düzlem dışı mekanik özelliklerinin iyileştiği ifade

edilmektedir. Mekaniksel özelliklerdeki bu artış, elektro-eğirme cam nanofiberin mukavemeti ile matris-takviye arasındaki güçlü ara yüzey bağlantısı ile ilişkilidir. Bununla birlikte, elektro-eğirme cam nanofiberlerin matris içinde belirli bir miktarı aştığında topaklanmaya neden olabilir. Bu topaklanmalar, mekanik özelliklerin düşmesine yol açan yapısal kusurlar olarak tanımlanmaktadır (Chen ve ark., 2012).

Mod-I tabakalar arası kırılma tokluğu ve çekme yorulması testlerine tabii tutulan Polivinil alkol (PVA) nanoelyafların matris içerisindeki mekanik özellikleri incelenmiştir. Nanofiber sayesinde çatlak ilerlemesi yavaşlamış ve çatlağın yönü değişmiştir. PVA nanofiber katkılı kompozitlerde hasar mekanizmalarını incelediklerinde çatlak yön değişmesi, fiber-matris arasındaki ayrılma (debonding), fiber sıyrılması ve fiber köprülenmesi hasar çeşitlerinin yer aldığını gözlemlemişlerdir. Bu hasar mekanizmaları enerji absorpsiyonu sağladığından ve kırılma tokluğuna etkisi olduğundan hangi mekanizmanın etkisinin daha çok olduğunu belirlemek zordur. Kompozitlerdeki hasar mekanizmalarında bazen bu hasar mekanizmalarının birden çoğu kombine şekilde yer almaktadır. PVA nanofiberlerle üretilen kompozitlerde çatlak ilerlemesi nanofiberlerden dolayı yön değiştirdiği ve saplanmadan dolayı daha çok enerji absorbe ettiğinden dolayı kırılma yüzeyleri sünek bir şekil almıştır. Benzer şekilde yorulma ömrü de nanofiberlerin çatlak büyümesini engellediği ya da yavaşlattığı için uzamıştır (Phong ve ark., 2013)

Ek olarak karbon fiberler de elektro-eğirme yöntemi ile nanoelyaf olarak üretilir ve bu nanoelyaflar matris içerisinde kullanılmaktadır. Kimyasal buharlaşma ile üretilen karbon nanoelyaflar ile üretilen kompozit malzemeler, elektro-eğirme yöntemiyle elde edilen nanoelyaflar ile üretilen kompozit malzemeler ile kıyaslanmaktadır. Karbon nanofiberlerin dayanımı ve elastiklik modülü yüksektir. Bunun yanında elektriksel ve termal özellikleri de yüksektir. Karbon nanofiberlerin fiber-matris etkileşimini iyileştirmek için uygulamalar yapmaktadır. Fiber-matris arayüzey etkileşimi aynı zamanda kompozit malzemelerin hasar mekanizmalarının belirlenmesinde de önemli rol oynamaktadır. Arayüzey etkileşimi iyi olduğunda hasar esnasında matrisin hasar alması daha olası iken arayüzey etkileşimi iyi olmadığına fiber-matris arayüzeyi en zayıf yer olarak gözlemlenmektedir (Xu, 2004).

Ekrem ve Avcı (2018) tarafından yapılan çalışmada, tek taraflı yapıştırma bağlantılarının mekanik performansını artırmak için epoksi ile yapıştırılan bağlantı bölgesine elektro-eğirme ile üretilmiş polivinil alkol (PVA) nanoelyaf mat yerleştirilmiştir. Epoksi reçineyle ıslatılmış PVA nanoelyaf mat, alüminyum parçaların

yapıştırma bölgelerine yerleştirilmiş, hava kabarcıklarını ve uçucu maddeleri çıkarmak için vakum koşullarında sertleştirilmiştir. Güçlendirilmiş alüminyum bağlantıların mekanik performansı, tek bindirmeli bağlantı (SLJ) ve çift konsol kiriş (DCB) kullanılarak araştırılmıştır. Nanoelyaf takviyelerin nano ve mikro ölçekli toklaşma mekaniğini ortaya çıkarmak için kırılma yüzeyleri taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak analiz edilmiştir. Yapışkanla birleştirilmiş bağlantıların Mod I kırılma tokluğu ve bindirme kayma mukavemetinin, epoksi yapıştırıcıya PVA nanoelyaf matların eklenmesiyle arttığı bulunmuştur (Ekrem ve Avcı, 2018).

Grafenin PAN (Poliakrilonitril) nanoelyaf içerisinde kullanılması, nanokompozit malzemelerin üretiminde bir dizi avantaj sağlayan bir strateji olarak kabul edilir. Grafen, karbon nanopartiküllerin en mukavemetli olanlarından ve olağanüstü mekanik özelliklere sahiptir. PAN nanoelyaf içerisine entegre edildiğinde, grafen malzemeye büyük bir mekanik mukavemet ve dayanıklılık katabilir. Bu, malzemenin çeşitli uygulamalarda daha dayanıklı ve yüksek performanslı olmasını sağlar. Grafen, mükemmel termal iletkenlik özelliklerine sahiptir. PAN nanoelyaf içinde kullanıldığında, bu termal iletkenlik özellikleri nanokompozit malzemelerin ısı yönetimini iyileştirebilir. Yüksek termal iletkenlik, malzemenin sıcaklık değişimlerine daha etkin bir şekilde tepki vermesini sağlar. Grafen, çok düşük yoğunluğa sahip bir malzemedir. PAN nanoelyaf içinde kullanıldığında, nanokompozit malzemenin genel yoğunluğunu düşürerek hafif bir yapı elde edilmesine katkıda bulunur. Bu özellik, özellikle havacılık ve otomotiv endüstrilerinde hafif yapıların elde edilmesinde önemlidir. Grafen, olağanüstü elektriksel iletkenlik özelliklerine sahiptir. PAN nanoelyaf içine entegre edildiğinde, nanokompozit malzeme elektriksel iletkenlik özellikleri kazanabilir. Bu, malzemenin elektronik uygulamalarda kullanılmasını ve elektromanyetik özelliklerini artırmasını sağlar. Grafen, kimyasal dayanıklılık gösteren bir malzemedir. PAN nanoelyaf içinde kullanıldığında, bu kimyasal dayanıklılık özellikleri nanokompozit malzemenin çeşitli çevresel koşullara karşı direncini artırabilir. Grafen, yüksek yüzey alanına sahiptir. Bu, PAN nanoelyaf içinde kullanıldığında malzemenin yüzey özelliklerini artırır, bu da çeşitli uygulamalarda yüzey etkileşimleri için potansiyel sunar. Bu nedenlerle, grafenin PAN nanoelyaf içinde kullanılması, nanokompozit malzemelerin mekanik, termal, elektriksel ve kimyasal özelliklerini iyileştirmek ve genel performansını artırmak amacıyla benzersiz avantajlar sunar.

Bazzi ve ark. (2021) yaptıkları çalışmada mükemmel mekanik özelliklere sahip, yüksek iletkenliğe sahip Grafen nanoplakalar (GNP'ler) - Kitosan (CS) / Polivinil Alkol

(PVA) (GNPs-CS) nanofiberlerini geliştirmişlerdir. Matris olarak kitosan nanolifleri ve takviye malzemesi olarak GNP 'leri temel alan nanolifler üretmek için deneysel bir çalışma tasarlamışlardır. GNP içeriğinin etkisini incelemek için elektro-eğirme ile üretilmiş nanofiberlerin mikro yapısı ve yüzey morfolojisi ile elektriksel ve mekanik özelliklerini incelemişlerdir. SEM sonuçları, GNP içeriğindeki kademeli artışın, boncuksuz, gözenekli bir ağ benzeri morfolojiye yol açtığını göstermişlerdir. GNP konsantrasyonunun CS harmanı için  $370 \pm 40$  nm'den ağırlıkça %1 GSMH için  $144 \pm 18$  nm'ye kadar GSMH konsantrasyonunun ağırlıkça %1 GNP 'ye yükseltilmesiyle nanoliflerin çapında bir azalma olduğunu söylemişlerdir. Transmisyon elektron mikroskobu sonuçlarının, GNP 'lerin düzgün bir şekilde dağıldığını,  $2\theta = 26.5^\circ$  'de karakteristik grafit zirvesinin olmamasıyla doğrulandığını söylemişlerdir. Zayıflatılmış Toplam Yansıma-Fourier Dönüşümü Kızılötesi Spektroskopisi sonuçları ile GNP 'ler ve CS matrisi arasında birkaç etkileşimin meydana geldiğini açıklamışlardır. Azot adsorpsiyon/desorpsiyon ölçümünün, GNP içeriğinin arttırılmasının, ağırlıkça %0 ve 1 GNP içeriği için nanoelyafların spesifik yüzey alanını 238.377'den 386.708 m<sup>2</sup>/g 'a çıkardığını göstermişlerdir. Test sonuçları ile ayrıca GNP 'lerin varlığının çekme mukavemetini, elastik modülü ve elektrik iletkenliğini önemli ölçüde arttırdığını göstermişlerdir. Ayrıca, ağırlıkça %1 GNP içeren GNP-CS nanoliflerinin dayanıklılığı, CS nanoliflerine kıyasla önemli ölçüde arttığını (12 kat) belirtmişlerdir. Dolayısıyla önerilen kompozitin, doku mühendisliği uygulamalarında iskele olarak nanofiberler için iyi bir işlevsellik sağlayacağını söylemişlerdir (Bazzi ve ark., 2021).

Şenyurt ve ark. (2021) tarafından yapılan çalışmada, Naylon 6.6 (N6.6) nanoelyaf ve Naylon 6.6 ağırlığınca sırasıyla % 1, % 3 ve % 5 Granfen Nano Levhalar (GNPs) ile takviyelendirilmiş N6.6 nanoelyaf takviyeli epoksi yapıştırıcılarının Alüminyum-Karbon Elyaf Takviyeli Kompozit plakaların tek taraflı bindirmeli yapıştırma bağlantılarındaki etkisi incelenmiştir. Yapılan deneysel sonuçlarda Tek Taraflı Bindirmeli Bağlantılarda epoksi yapıştırıcıya takviye edilen N6.6 ve N6.6 ağırlığınca sırasıyla %1, %3 ve %5 GNP takviyeli N6.6 nanoelyafların yapıştırma bağlantısının kayma dayanımını önemli ölçüde değiştirdiği gözlemlenmiştir. Tek taraflı bindirmeli bağlantıların çekme deneyleri sonucunda, N6.6 nanoelyaf ve N6.6 ağırlığınca % 1, % 3 ve % 5 oranlarında GNP takviyeli nanoelyafların kayma dayanımlarını artırdığı gözlemlenmiştir. Ağırlıkça % 3 GNP takviyeli N6.6 nanoelyaf ile güçlendirilmiş epoksi yapıştırıcı ile yapıştırılmış bağlantının kayma dayanımı saf epoksi reçine ile yapıştırılmış bağlantının kayma dayanımına göre % 31.15 oranında artmıştır (Şenyurt ve ark., 2021).

Ulus ve ark. (2022) tarafından yapılan çalışmada, suyla yaşlandırılmış alüminyum ve kompozit malzeme yapıştırılarak birleştirilmiş tek bindirmeli bağlantıların (SLJ'ler) darbe tepkisini araştırmayı amaçlanmıştır. Yapıştırıcı performansını artırmak için yapışma alanlarına grafen nanoplakalar (GNP'ler) ile modifiye edilmiş naylon 6.6 nanoelyaflar yerleştirilmiştir. Suda yaşlandırma işlemi yapıştırılan malzemelerde her durumda darbe direncinin azalmasına neden olmuştur. Bununla birlikte, nanofiberle modifiye edilmiş SLJ'ler, hem yaşlandırılmamış hem de suda yaşlandırılmış koşullar altında nispeten daha yüksek darbe performansı sergilemiştir. Ayrıca, GNP takviyeli naylon 6.6 nanoelyaflar, yaşlanmadan önce ve sonra saf nanoelyaflara kıyasla maksimum darbe yükünü sırasıyla %15 ve %19 oranında artırmıştır. Hasar ve tokluk mekanizmalarını anlamak için kırılma yüzeyleri taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelenmiştir. Yapışma bölgesine N6.6 nanofiber takviyesi uygulanarak yapışma performansının artmasına yol açan mekanizmaları açıklamak için şematik bir model geliştirilmiştir (Ulus ve ark., 2022).

### **2.3. Elium Termoplastik Reçine**

Elium, bir tür termoplastik reçinedir ve özellikle kompozit malzemelerin üretiminde kullanılan bir malzemedir. Termoplastik olması nedeniyle ısıyla şekillendirilebilen bir malzeme türüdür. Elium, genellikle termoplastik poliüretan (TPU) reçine olarak sınıflandırılır. Bu malzeme, poliüretan kimyasal grubuna aittir. Termoplastik bir malzeme olan Elium, ısıtıldığında yumuşar ve şekillendirilebilir. Bu özellik, malzemenin kalıplanabilir ve çeşitli üretim yöntemleriyle işlenebilir olmasını sağlar. Özellikle kompozit malzemelerin üretiminde kullanılır. Bu reçine, özel takviye lifleri ile birleştirilerek çeşitli endüstriyel uygulamalarda kullanılan hafif, dayanıklı ve yüksek performanslı malzemelerin üretilmesine olanak tanır. Elium, yüksek dayanıklılık ve hafiflik özelliklerine sahiptir. Bu, özellikle otomotiv, havacılık ve rüzgar enerjisi gibi endüstrilerde kullanılan yapısal uygulamalar için önemlidir. Elium, çeşitli üretim süreçlerinde kullanılabilir. Örneğin, enjeksiyon kalıplama, ekstrüzyon ve termoform gibi süreçlerle şekillendirilebilir. Bu, malzemenin farklı form ve boyutlarda parçaların üretiminde kullanılabilmesini sağlar. Elium reçinesi, yüksek performanslı uygulamalarda kullanılmak üzere tasarlanmıştır. Sertlik, darbe dayanımı, kimyasal dayanıklılık ve genel mukavemet gibi özellikleri, malzemenin çeşitli endüstriyel ortamlarda başarıyla kullanılmasına olanak tanır. Elium reçinesi, özellikle hafif yapılar, dayanıklı kompozit

parçalar ve yapısal uygulamalar gibi bir dizi endüstriyel uygulama için uygun bir malzeme olarak öne çıkar.

Han ve ark. (2020), bir Elium reçinesi ve cam elyaf takviyeli Elium kompozitlerinin radikal polimerizasyonu sırasında ekzotermik reaksiyon ve aşırı ısınmanın bu çalışmada kritik olduğunu değerlendirmektedirler. Elium reçinesinin polimerizasyon kinetiğini, diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC) taramaları gerçekleştirilerek elde etmişlerdir. Ölçülen verilerin, sıcaklığa ve polimerizasyon derecesine bağlı kinetik modeline (DoP) uygun olduğunu söylemişlerdir. Sıcaklık gelişimini ve DoP 'yi tahmin etmek için birleştirilmiş bir termo-kimyasal süreç modeli geliştirmişlerdir. Bu modelde ilk olarak saf Elium reçinesinin farklı sıcaklıklarda (30, 50 ve 70 °C) polimerize edildiğini su banyosu deneyleriyle doğrulamışlardır. Doğrulanmış süreç modeli daha sonra, oda sıcaklığında üç farklı kalınlık değeriyle (3.8, 7.5 ve 11.3 mm) vakum infüzyon yöntemiyle cam takviyeli Elium kompozit malzemeleri üretmişlerdir. Su banyosu deneylerinde pik sıcaklığın yaklaşık 160°C'de sabit kaldığını bulmuşlardır. Öte yandan, en yüksek ekzotermik sıcaklık 3.8 mm ve 11.3 mm plaka için sırasıyla yaklaşık 49°C ve 70°C olduğunu söylemişlerdir. Geliştirilen polimerizasyon kinetiği modelinin, tahmin edilen sıcaklık değişimlerinin farklı plakalar için ölçülen sıcaklıklarla iyi bir şekilde uyduğu tespit edildiğinden etkili olduğunu açıklamışlardır. Geliştirilen polimerizasyon kinetiği modeli, kalın Elium kompozitleri için polimerizasyon sürecinde aşırı ısınmanın tahmin edilebilmesini sağlamak ve minimum kusur ve boşluklara sahip kompozitler elde etmek için üretim sürecinin optimizasyonunun sağlanabileceğini belirtmişlerdir. Kalın cam/Elium akrilik termoplastik reçine kompozitlerinde polimerizasyon aşırı ısınmasının hesaplamalı ve deneysel karakterizasyonunu incelemişlerdir. İlk olarak, DSC deneylerine dayalı olarak Elium 'un polimerizasyon kinetiği modeli geliştirilmiştir. Daha sonra, polimerizasyon kinetiği modeli ile birleştirilmiş ısı transfer modeli geliştirilmiştir. Termokimyasal proses modeli, ekzotermik dahili ısı üretimi dikkate alınarak su banyosu deneyleri ile doğrulanmıştır. Elde edilen sıcaklık pikleri 30°C, 50°C ve 70°C su banyosu sıcaklıkları için sırasıyla yaklaşık 155°C, 157°C ve 161°C olarak hesaplanmıştır. Elium reçine karışımı, su banyosu deneylerinde sırasıyla 30°C, 50°C ve 70°C su banyosu sıcaklıkları için 1725s, 970s ve 700s içinde tamamen polimerize edilmiştir. Ayrıca, oda sıcaklığında cam/Elium kompozitlerinin vakum destekli reçine infüzyon işlemi sırasında sıcaklık değişimi ölçülerek polimerizasyon aşırı ısınmasını araştırmışlardır. Yapılan çalışmada farklı kompozit kalınlıkları için bir 3D sonlu elemanlar yöntemiyle (FE) tabaka üretimi modeli geliştirilmiş ve termokupl ölçümleri ile doğrulanmıştır. Laminat kalınlığı

3.8 mm'den 11.3 mm'ye yükseldikçe tepe sıcaklığının 48,5°C'den 70°C 'ye yükseldiği bulunmuştur. Sonunda, Elium kompozitlerinin boşluk içeriği araştırılmış ve tüm laminatlar için %1 'den düşük olduğu bulunmuştur. Önerilen polimerizasyon kinetiği modeli ve ayrıca bildirilen polimerizasyon aşırı ısınma eğilimi, Elium kompozitlerinin üretim süreçlerini daha da optimize etmek için kullanılabilmesi belirtilmiştir (Han ve ark., 2020).

Zoller ve ark. (2019), elium termoplastik reçinenin yerinde polimerizasyonu kullanılarak sürekli elyaf takviyeli kompozitler yapmışlardır. Kalıptaki sıcaklık profiline ve kullanılan başlatıcılara bağlı olarak, PREDICI yazılımı ile radikal polimerizasyon reaksiyonunun simülasyonunu sağlamışlardır. Elyaf için uygun bir boyutlandırma kullanıldığında, pultrüzyonla üretilen malzemelerin özellikleri standart termoset reçinelerle karşılaştırılabileceğini söylemişlerdir. Ayrıca matrisin spesifik termoplastik davranışı, mekanik performansları korurken sonradan şekillendirilebilir veya istenildiği gibi şekillendirilebilir olma gibi benzersiz bir avantaj sağladığı görülmüştür. Pultrüzyon işlemi için yeni bir akrilik sıvı termoplastik reçine sistemi geliştirmişlerdir. Pultrüzyon işleminin diğer bir avantajı, reçinenin reaktif doğasının, son kullanılan mekanik özellikleri önemli ölçüde iyileştiren, elyaftan matrise daha iyi bir bağ sağlaması olduğunu söylemişlerdir. Böyle yeni bir sistemin mekanik özellikleri, standart sürekli elyaf takviyeli termoset reçinelere benzer veya onlardan daha iyi ve yine termoplastik matris kompozitler, kaynak yoluyla montajda, sonradan daha karmaşık şekiller için biçimlendirilebilirlik ve geri dönüştürülebilirlik sağlamaktadır. Gerçekten de, akrilik sıvı termoplastik reçine geri dönüşüme uygun olduğunu belirtmişlerdir. Monomerlerin geri kazanılabileceği koşullar altında mekanik öğütme, termoform, çözünme ve piroliz yoluyla kimyasal depolimerizasyon dahil olmak üzere dört geri dönüşüm tekniği düşünülebileceği konusunda atıfta bulunmuşlardır (Cousins ve ark, 2018). Bu yeni reçineden yapılan kompozit parçalar gerçekten kolayca öğütülebilir ve daha sonra geri dönüştürülmüş malzeme ile özellikleri artırılabilen diğer termoplastik reçinelerle birleştirilebilir. Akrilik termoplastik reçine aynı zamanda tamamen aynı özelliklere sahip yeni kompozit parçaların imalatı için geri dönüştürülmüş reçine üretiminde yeniden kullanılabilen geri dönüştürülmüş monomere depolimerize edilebilir ve böylece döngüsel ekonomi kriterlerini karşılar. Hem polimer kimyagerlerinin hem de kompozit mühendislerinin son zamanlarda termoplastik kompozitlerin reaktif işlenmesine odaklanması, yalnızca termoplastik kompozitlerin uygulama alanını genişletmeye olan

ilgiyi göstermekle kalmayıp, aynı zamanda bunu başarmak için gerekli araçları da sağladığını belirtmişlerdir (Zoller ve ark., 2019).

Büyük ve karmaşık polimer-matris kompozit yapıların birleştirilmesi, otomobiller, havacılık, spor, rüzgar türbinleri ve diğerleri gibi endüstrilerde giderek daha önemli hale gelmektedir. Ultrasonik kaynak, ultra hızlı bir birleştirme işlemidir ve ayrıca diğer birleştirme işlemlerine göre uygun maliyetli bir alternatif olarak mükemmel bağlantı kalitesi sağlamaktadır (Villegas ve ark., 2010, Villegas ve ark., 2018, Goto ve ark., 2019). Bhudolia ve ark. (2020), yaptıkları çalışmada, sıvı bir termoplastik reçine olan yeni metil metakrilat Elium 'un kaynak özelliklerini araştırmayı amaçlamışlardır. Elium, oda sıcaklığında kürlenebilen ve seri üretim prosesleri için uygun olan türünün ilk termoplastik reçinesi olduğunu söylemişlerdir. Elium kompozitlerinin kaynak özellikleri, özel olarak tasarlanmış entegre enerji direktörleri (ED) ile kaynak parametreleri optimize edilerek araştırılmış ve reçine transfer kalıplama işlemi kullanılarak üretilmiştir. Sonuçlar, ultrasonik kaynaklı kompozit bağlantılarda, yapıştırıcıyla birleştirilmiş bağlantılara kıyasla %23 daha yüksek bindirme kayma mukavemeti gösterdiğini belirtmişlerdir. Ultrasonik kaynaklı bağlantı için optimize edilmiş kaynak süresi 1,5 s, yapıştırıcıyla birleştirilmiş bağlantı için 10 dakika olarak bulmuşlardır. Fraktografik analiz, güçlü arayüzey bağı için tipik özellikler olan, kırık yüzeyde önemli plastik deformasyon ve kesme uçlarının oluşumunu göstermişlerdir (Bhudolia ve ark., 2020).

Bhudolia ve ark. (2020), iç lastik torba (borunun iç kısmını üretebilmek için havalı kalıp, maça) ile destekli Reçine Transfer Kalıplama (B-RTM) üretim süreci kullanılarak takviye olarak karbon fiber ve matris malzemesi olarak yenilikçi bir Elium reçinesi kullanılarak termoplastik boru şeklinde kompozitler üretmeye yönelik ilk girişimi sunmaktadırlar. Tamamen emprenye edilmiş bir termoplastik kompozit elde etmek için gereken üretim süreci parametrelerini belirlemiş ve parçalar darbe, eğilme ve titreşim sönümlenme testlerine tabi tutmuşlardır. Mekanik özelliklerini ve hasar modlarını, geleneksel epoksi matris ile üretilen borularla karşılaştırmışlardır. Darbe testi sırasında termoplastik boru şeklindeki kompozitler, karbon/epoksi tüplere kıyasla sırasıyla %16.3 ve %18.9 daha yüksek tepe yükü ve büyük hasar enerjisi göstermiştir. Ayrıca, akrilik Elium kompozit tüplerin daha sünek ve yayılmış hasara maruz kalmasıyla, epoksi kompozitlerin kırılma ve katastrofik hasar göstermesiyle, farklı hasar modları da olduğunu göstermişlerdir. Eğilme testleri, karbon/Epoksi kompozitlere kıyasla karbon/Elium kompozitler için karşılaştırılabilir yük taşıma kapasitesi, daha yüksek kopma gerilmesi ve daha az delaminasyon göstermiştir. Bunlar, karbon/Elium

kompozitlerinin fraktografik analizi sırasında gösterilen mikro süneklik ve diğer ilişkili matris deformasyon özelliklerinin varlığına atfedildiğini söylemişlerdir. Titreşim modal analiz testleri, tüp üzerindeki farklı çıkış konumlarında ölçülen karbon/Elium kompozit için %21.7 daha yüksek yapısal sönüm göstermiştir. Yaptıkları bu çalışmada termoplastik Elium kompozit tüplerin farklı mekanik testler altında gösterdiği hasar mekanizmalarındaki farklılıklar ve gelişmenin altında yatan nedenleri tartışmışlardır (Bhudolia ve ark., 2020).

Bhudolia ve ark. (2020), yeni sıvı akrilik termoplastik Elium ile ultrasonik olarak kaynaklanmış kompozit bağlantıların yorulma mukavemetini araştırmayı amaçlamışlardır. Entegre enerji direktör (ED) ve düz Elium film ile kaynaklı bağlantıların yorulma tepkisini araştırmışlar ve kontrol yapıştırıcıları ile taban çizgisi karşılaştırmasını yapmışlardır. Sonuçların, yapıştırıcıyla birleştirilmiş bağlantılara kıyasla 105 ve 106 yorulma döngüsünde %10-12 daha yüksek yorulma ömrü gösterdiğini belirtmişlerdir (Bhudolia ve ark., 2020).

Muthuraj ve ark. (2017), geri dönüştürülebilir kompozit malzemeler elde etmek için dondurularak kurutulmuş selüloz nanoelyafları (CNF) aerojeli daldırmak için geri dönüştürülebilir Elium reçinesini kullanmışlardır. TGA analizi ile elde edilen malzemenin saf aerojellere göre daha az hidrofilik olduğunu göstermişlerdir. SEM analizi, Elium reçinesi eklendikten sonra CNF aerojel gözenekliliğinin azaldığını gözlemlemişlerdir. Malzemenin mekanik ve termal özellikleri üzerinde doğrudan etkisi olduğunu söylemektedirler. Mekanik açıdan, sonuçlar Elium reçinesinin yeni malzemenin eğilme özelliklerini büyük ölçüde iyileştirdiğini doğrulamışlardır. Elium reçinesinin, CNF aerojel ile çapraz bağlanma yoluyla, kompozit eğilme modülünü ve mukavemetini CNF aerojellerine kıyasla en az bir büyüklük sırası kadar artırdığını söylemişlerdir. Termal özelliklerle ilgili olarak, Elium/CNF kompozit malzemelerinin bozunma sıcaklığı, saf CNF aerojellerininkinden yaklaşık 90 °C daha yüksek olduğunu ve kompozit malzemenin yüksek sıcaklıklara karşı direncini arttırdığını belirtmişlerdir. Etkili termal iletkenliğin de, gözenekler reçine ile doldukça arttığını ve katı iletkenlik katkısının artmasına neden olduğunu söylemişlerdir. CNF aerojellerinden daha az hidrofilik olan bu yeni geri dönüştürülebilir kompozit malzeme sınıfı, iyi mekanik özelliklere, termal kararlılığa ve termal yalıtım özelliklerine sahip olduğunu ortaya koymuşlardır (Muthuraj ve ark., 2017).

Rüzgar türbin kanatları tipik olarak bir yapıştırıcı ile birbirine yapıştırılmış az sayıda bileşenden üretilir. Bir rüzgar türbininin ömrü boyunca değişen çevre koşullarındaki

statik ve yorulma yükleri, yapışkan bağlantıların çatlamasına ve/veya ayrılmasına yol açarak kanat yapısının çökmesine neden olabilir. Murray ve ark. (2019), termoplastik reçine kullanarak üretilen rüzgar türbini kanatlarının füzyonla birleştirilmesini araştırmışlardır. Rüzgar türbin kanatları için termoplastik reçinelerin, üretim sırasında döngü sürelerini ve enerji tüketimini azaltabileceğini ve kullanım ömrü sonunda geri dönüşümü ve yerinde üretimini kolaylaştırabileceğini söylemişlerdir. Ek olarak, bu malzemelerin füzyonla birleştirilmesinin yapıştırıcıların yerini alabileceğini bunun sonucunda daha güçlü ve daha sağlam kanatlar sağlayabileceğini belirtmişlerdir. Yaptıkları bu çalışmada, rüzgar türbini kanatlarında kullanılan tipik yapıştırıcılarla karşılaştırmışlar, ergitme kaynağının, bağlı termoplastik kompozit parçalarla karşılaştırıldığında hem statik hem de yorulma bindirme-kesme mukavemetinde bir artışla sonuçlandığını göstermişlerdir. Yaptıkları bu tam ölçekli rüzgar türbini kanatları için füzyon kaynak teknikleri geliştirme potansiyeli olduğunu savunmaktadırlar (Murray ve ark., 2019).

Obande ve ark. (2019), vakum destekli reçine transfer kalıplama ile üretilen cam elyaf takviyeli termoplastik akrilik ve termoset epoksi laminatlar üzerinde karşılaştırmalı bir performans çalışması yapmışlardır. Mekanik karakterizasyon, akrilik bazlı kompozitin epoksi kompozite göre daha üstün enine gerilme mukavemetine ve mod-I kırılma tokluğuna sahip olduğunu ortaya koyarlarken, uzunlamasına eğilme özellikleri ve kısa kiriş kayma mukavemetinin karşılaştırılabilir olduğunu bulmuşlardır. Çekme testi sırasında her iki malzeme de benzer olmayan hasar gelişimi davranışını gözlemişlerdir. Malzemelerin termomekanik davranışını sıcaklığın bir fonksiyonu olarak değerlendirmişlerdir. Son olarak, kesme ve mod-I kırılma davranışının fraktografik incelemeleri, mekanik ve termomekanik analizlerden elde edilen bulguları tamamlayan farklı kırılma mekanizmalarını ortaya çıkarmışlardır (Obande ve ark., 2019).

#### **2.4. Mod-I Translaminar Kırılma Mekanikliği**

Bu test metodunda eksantrik (dış-merkezli) yüklü, tek kenar çentikli (ESET) örneklerin gerilme özellikleri incelenir. Yük ve çentik-ağzı yer değiştirme eğrisi çizilir, çentik ağzı deplasmanı ( $V_n$ ) kaydedilir ve normalize edilmiş çentik uzunluğunda belirlenen artışın elde edildiği yük tayin edilir. Bu yük değeri kullanılarak translaminar kırılma dayanımı ( $K_{TL}$ ) bulunur.

Mod-I kırılma mekanikliği, malzeme içinde çatlakların çekme gerilimi altında nasıl yayıldığını inceleyen bir kırılma modudur. Bu kırılma modu, malzeme mühendisliği ve

yapısal analizlerde kritik bir rol oynar. Mod-I, genellikle "normal kırılma" olarak da adlandırılır ve çatlak uç noktasında çekme yükü etkisi altında gerçekleşir.

Mod I kırılma mekaniği, malzeme içindeki çatlakların genişlemesi sırasında çekme yükü altındaki gerilme yoğunluğunu inceleyerek malzemenin davranışını anlamak için kullanılır. Bu mod, tipik olarak kırılma olaylarının başlaması ve ilerlemesi sırasında meydana gelen olayları anlamak için önemlidir. Mod I kırılma, genellikle çekme kuvveti altında malzeme çatlaması gibi senaryolarda görülür.

Rathi ve Kundalwal, (2020), yaptıkları çalışmada karbon nanotüplerin (KNT 'ler) polimer matrisin çok yönlü özelliklerini geliştirmede büyük potansiyele sahip olmasına rağmen, KNT 'lerin polimer matrislerle entegrasyonu, sentez, işleme, fonksiyonelleştirme gibi konularda daha fazla iyileştirmeye ihtiyaç duyulduğunu belirtmişlerdir. Bu bağlamda, çok katmanlı KNT 'lerin (ÇCKNT 'ler) yüzeyleri zirkonyum dioksit ( $ZrO_2$ ) nanoparçacıkları ile dekore edilmiş, bu şekilde KNT 'lerin mükemmel mekanik özelliklerinden tam olarak yararlanmayı amaçlamışlardır. Ardından, ÇCKNT/ $ZrO_2$  esaslı hibrit epoksi nanokompozitler (MNK 'ler), yeni bir ultrasonik çift karıştırma (UÇK) tekniği kullanılarak sentezlenmiştir. Hazırlanan MNK 'lerin kırılma dayanımı ve çatlamaya karşı dayanıklılığı, 3 noktalı tek kenar çentik eğilme testi kullanılarak incelenmiştir. Yüzey morfolojisi ve çatlak mekanizmaları, MNK örneklerinin çatlak yüzeylerinin alan emisyonlu taramalı elektron mikroskop görüntüleri aracılığıyla incelenmiştir. Deneysel araştırmaların yanı sıra, malzemenin mekanik özelliklerini öngörmek için iki ve üç fazlı MNK 'lerin etkili elastik özelliklerini tahmin etmek amacıyla malzemelerin mekaniği (MM) ve sonlu eleman (FE) modelleri geliştirilmiştir. MNK 'lerin mekanik tepkisi, 3 noktalı bükme testi kullanılarak FE simülasyonlarıyla incelenmiş ve sayısal tahminler, hibrid nano doldurucuların % 1 ağırlık yüklemesinde maksimum %6 'lık bir yakınsama sağlayarak deneysel sonuçlarla iyi bir uyum göstermiştir. Sonuçlar ayrıca, MNK 'lerin çatlama dayanıklılığının, % 1 ağırlık yüklemesinde ÇCKNT/ $ZrO_2$  hibrit nano doldurucuların kullanılmasıyla % 31 oranında arttığını göstermektedir.

Bajpai ve ark. (2019), yaptıkları çalışmada, blok kopolimer (BKP), çekirdek-kabuk kauçuk (ÇKK) partikülleri ve bunların hibritlerinin toplu epoksi/anidrit sistemlerindeki mekanik özellikleri, termomekanik özellikleri ve çatlak mekaniği özellikleri 23 °C'de incelenmiştir. Sonuçlar, kırılma dayanımının %10 BKP için %268 'den fazla, %12 ÇKK partikülü için %200 ve her biri %3 ağırlık oranında BKP ve ÇKK içeren hibrit sistemler için %100 arttığını göstermektedir. Nanopartikül hacim içeriği, nihai morfolojiyi etkiler ve bu nedenle değiştirilmiş sistemlerin çekme özelliklerini ve

kırılma dayanıklılığını etkiler. BKP ve ÇKK partiküllerinin neden olduğu güçlendirme mekanizmaları, (1) partiküller etrafında lokalize plastik kayma bandı verimliliği ve (2) partiküllerin çatlaması ve ardından epoksi polimerde plastik boşluk büyümesi olarak tanımlanmıştır. Bu mekanizmalar, Hsieh ve ark. yaklaşımı kullanılarak modellenmiş ve farklı değiştirilmiş sistemlerin  $G_{Ic}$  değerleri hesaplanmıştır. Tahmin edilen ve deneysel olarak ölçülen kırılma enerjileri arasında mükemmel bir uyum bulunmuştur.

Zhu ve ark. (2021), yaptıkları çalışmada nanopartiküllerin dağılımının polimer nanokompozitlerin mekanik performansını artırmadaki önemli rolünü ele almışlardır. Bu çalışmada, iyi dağılmış çinko oksit fonksiyonlu, çok duvarlı karbon nanotüp (ZnO-MWCNT) ve çekirdek-kabuk kauçuk (ÇKK) ile güçlendirilmiş bir hibrit epoksi nanokompozit hazırlanmıştır. Bu nanokompozit, yüksek modül ve kırılma dayanıklılığına sahipken, nispeten yüksek cam geçiş sıcaklığını ( $T_g$ ) korumaktadır. Saf epoksi için  $0.82 \text{ MPa m}^{1/2}$  olan kırılma dayanıklılığının, üç bileşenli epoksi nanokompozitler için  $1.46 \text{ MPa m}^{1/2}$  'ye iyileştirilmiştir. Bu iyileşme, ÇKK ile indüklenen matris kayma bandı çatlakları, MWCNT 'lerin çatlaması ve çatlak sapması gibi bir dizi sinerjik sertleştirme mekanizmasından kaynaklanmaktadır. Bu çalışmanın, yüksek performanslı polimer nanokompozitlerin hazırlanması açısından taşıdığı anlam tartışılmıştır.

Polimer nanokompozitlerinin olağanüstü özel mekanik ve fonksiyonel özellikleri nedeniyle mühendislik uygulamalarında giderek daha geniş bir kullanım alanı bulmaktadır. Mevcut ve potansiyel uygulamalar arasında mikro ve esnek elektronikler, eklemeli imalat, enerji depolama cihazları ve havacılık ve mekanik yapıların hafifletilmesi için gelişmiş karbon fiber kompozitlerin takviye malzemesi olarak yer alır. Nanokompozitlerin mekanik özellikleri üzerine çok sayıda veri ve hesaplama modeli mevcut olmasına rağmen, sıklıkla gözden kaçan bir konu, çatlama davranışının ölçeklenmesi ve ilgili boyut etkileridir (Roy ve ark., 2020). Nanomalzemelerde boyut etkilerinin anlaşılması, özelliklerinin tam anlamıyla kullanılmasını engellemeyi yanı sıra büyük nanokompozit yapıların veya küçük ölçekli elektronik bileşenlerin tasarımında mekanik özelliklerin ölçeklendirilmesini yakalamak zorunluluğu nedeniyle ciddi bir sorundur. Roy ve ark. yaptıkları bu çalışmada nanokompozitlerde boyut etkilerini incelemek için deneysel bir yaklaşım kullanarak bu bilgi boşluğunu doldurmayı amaçlamaktadır ve edinilen bilgileri nano-skaladan makro-skalaya kadar tasarımını iyileştirmek için kullanmayı hedeflemektedirler. Bu amaçla, grafen/epoksi nanokompozitlerin çatlama dayanıklılığı verileri nanoparçacık boyutu ve nanoparçacık

ağırlık yüzdesi olarak sunulur ve her ağırlıkça yüzde durumu için nanoparçacık boyutu etkisi belirtilir (Roy ve ark., 2020).

Qiao ve Salvatio (2019) yaptıkları çalışmada polimer nanokompozitlerin çatlak davranışını incelemek amacıyla literatürden büyük bir sayıda kırılma testinin analizini kullanarak, nonlinear Çatlak Süreç Bölgesi 'nin (FPZ) etkilerini eleştirel bir şekilde incelemeyi hedeflemişlerdir. Çoğu kırılma testi için nonlinear FPZ 'nin etkilerinin ihmal edilemez olmadığı gösterilmekte ve bu, numune boyutu ve nano takviye içeriğine bağlı olarak bazen % 150 'yi aşan önemli sapmalara yol açmakta olduğunu belirtmişlerdir. FPZ 'nin özelliklerinin daha derinlemesine anlaşılması için, geometrik olarak ölçeklenmiş Tek Kenarlı Çentik Eğilme (SENB) numuneleri üzerindeki kırılma testlerini, bir yapışma bölgesi modelini kullanarak analiz etmişlerdir. FPZ 'nin ihmal edilemeyeceği ve genellikle deneysel verilerle en iyi eşleşmeyi sağlayan bir bi-lineer yapışma çatlak yasasının bulunduğunu göstermişlerdir (Qiao ve Salvatio, 2019).

Franco-Urquiza (2021), polimer nanokompozitlerde takviye fazı olarak kullanılan kil minerallerinin genel yapısını detaylandırmıştır. Kil minerallerinin, atomik düzlemlerin moleküler düzenlemesi tarafından oluşturulduğunu belirtmiş ve görselleştirmeyi iyileştirmek için diyagramlar aracılığıyla bu durumu açıklamıştır. Kil minerallerinin moleküler bilgisi, polimer matrisin seçimini kolaylaştırabilir ve kil bazlı polimer nanokompozit sistemler elde etmek için uygun bir süreci başarabilir. Eritme aralıklama yöntemini kullanarak polimer nanokompozitlerin geliştirilmesini vurgulamıştır. Temel kırılma işi (EWF) tekniğini, malzemenin süneklik gösterdiği ve çatlama yayılmasından önce bağ bölgesinin tamamen akma gösterdiği durumları karakterize etmek için kullanmıştır. Bu bağlamda, EWF tekniği, akma sonrası kırılma mekaniğini karakterize eder ve iki parametreyi belirler: birincisi gerçek kırılma sürecinin gerçekleştiği yüzeyle ilişkilendirilen spesifik temel kırılma işi ( $W_e$ ) ikincisi ise kırılma bölgesinin dış bölgesinde gerçekleşen plastik işle ilişkilendirilen spesifik temel olmayan kırılma işi ( $W_p$ ) 'dir. EWF tekniği, nano takviyeli polimerlerde farklı değişkenlerin kırılma davranışı üzerindeki etkisini incelemek için başarıyla kullanılmıştır. EWF tekniğinin temellerini açıklamış ve uygulama örneklerini derlemiş, son yıllardaki en önemli katkıların özetini sunmuştur (Franco-Urquiza, 2021).

Esmaili ve ark. (2020), deneysel ve sayısal yaklaşımlar aracılığıyla farklı ağırlık konsantrasyonlarındaki çok cidarlı karbon nanotüplerin (ÇCKNT 'lerin) epoksinin mekanik özellikleri üzerindeki etkisini araştırmaktadır. Young modülü, Maksimum Çekme Dayanımı (UTS), kritik gerilme şiddet faktörü ( $K_{IC}$ ) ve kritik gerilme enerji

salınım oranı ( $G_{IC}$ ) üzerine ÇCKNT 'lerin eklenmesinin etkisini incelemek için çekme ve mod I kırılma testleri yapılmıştır. Farklı karbon nanotüp içerikleri, elde edilen mikroyapıların etkisini karşılaştırmak için kullanılmıştır (iyi dağılmış ve aglomere KNT'ler). Mikroyapısal analiz ve fraktografi için Alan Emisyonlu Taramalı Elektron Mikroskop (FESEM) ve Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) kullanılmıştır. Deneysel sonuçlar, ÇCKNT 'lerin eklenmesiyle UTS 'nin %28 arttığını gösterirken,  $K_{IC}$  ve  $G_{IC}$  'nin sırasıyla %192 ve %614 oranında önemli ölçüde arttığını göstermiştir. KNT çekme ve çatlak köprüleme, düşük KNT içeriklerinde (ağırlıkça sırasıyla % 0.1 ve % 0.25) epoksiyi güçlendirmede ana katkıda bulunan mekanizmalardır. Bunun aksine, ağırlıkça %0.5 yüklemesinde reçineli güçlendirmenin sorumlusu çatlak köprüleme ve çatlak dallanma kombinasyonudur.  $K_{IC}$  ve  $G_{IC}$  'deki önemli artış, bu çalışmada kullanılan dispersiyon yaklaşımının mükemmel performansını göstermektedir. Sonlu eleman modelleme, KNT 'nin gerilme testlerindeki birleşme etkisinin ve nanokompozitlerin mod-I kırılma testlerindeki güçlendirme mekanizmasının daha sağlam bir analizini sağlamak için kullanılmıştır (Esmaeili ve ark., 2020).

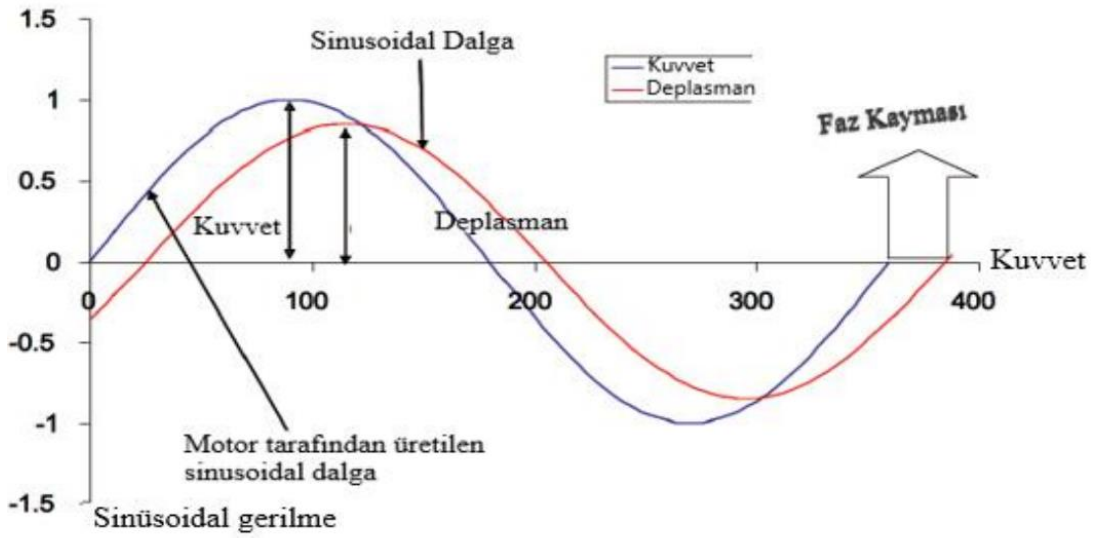
Shirodkar ve ark. (2021), karbon nanotüplerin (KNT 'ler) ve grafen nanoplakalar (GNP'ler) eklenmesiyle sağlanan kırılma tokluğunun artışı araştırılmıştır. KNT-Epoksi ve GNP-Epoksi Kompakt Gerilim (KG) örnekleri, %0.1 ve %0.5 nanodoldurucu ağırlık konsantrasyonları ile üretildi. Ayrıca, çift nanodoldurucu takviyelerin potansiyel sinerjistik etkileri, KNT:GNP oranı 1:1 olan KNT/GNP-Epoksi KG örnekleri kullanılarak incelendi. ASTM D5045 test prosedürüne göre deplasman kontrollü KG testleri gerçekleştirildi ve tüm malzeme sistemleri için kritik gerilme yoğunluk faktörü,  $K_{IC}$ , ve kritik kırılma enerjisi,  $G_{IC}$ , hesaplandı. Takviyeli epoksilere göre saf epoksiye göre önemli gelişmeler gözlemlendi. KNT-Epoksi örnekleri, %0.5 nanodoldurucu konsantrasyonunda kırılma tokluğunda ve kırılma enerjisinde sırasıyla ~118% ve ~311% artış yaşadı. GNP-Epoksi ve KNT/GNP-Epoksi örnekleri de saf epoksiye göre önemli gelişmeler sergiledi, ancak genel olarak KNT-Epoksi örneklerinden daha zayıf gelişmeler gösterdi. Kırık yüzeyleri taramalı elektron mikroskop kullanılarak analiz edildi. Kırık köprüleme olaylarını gösteren KNT çekmeleri gözlemlendi. Ayrıca, GNP-Epoksi örneklerinde çatlak sapması göstergesi olarak artan yüzey pürüzlülüğü ve bazı çatlak dallanmaları gözlemlendi. KNT/GNP-Epoksi örneklerindeki KNT'ler ve GNP'ler arasındaki zayıf sinerjiyi anlamak için daha fazla keşif yapılması gerekebilir, bu durum, mevcut çalışmada kullanılan KNT:GNP oranı ve parçacık boyutlarından kaynaklanıyor olabilir (Shirodkar ve ark., 2021).

## 2.5. Dinamik Mekanik Analiz Prensipleri (DMA)

Polimer malzemeler bağ yapıları gereği hem elastik hem de viskoz davranış gösterirler ve bu özellikleri gösteren malzemelere viskoelastik malzemeler denir. Viskoelastik malzemeler düşük sıcaklıkta sert, ara sıcaklıklarda (camsı geçiş sıcaklığının üstünde) kauçuk gibi davranmakta olup daha yüksek sıcaklıklarda viskoz akışkan özellik gösterir. Düşük sıcaklıklarda ve düşük şekil değiştirme miktarlarında Hooke Yasasına uygun olarak mekanik davranışlara sahiptir. Viskoelastisite, bir malzemenin hem elastik (geri dönüşümlü deformasyon) hem de viskoz (akışkanlık) özelliklere sahip olma kapasitesini ifade eder. Polimerler, moleküler yapılarından dolayı bu tür bir davranış gösterir. Polimerler genellikle uzun moleküler zincirlerden oluşur. Bu uzun zincirler, malzemenin elastik özelliklerini sağlar. Moleküler zincirler arasındaki bağlar ve malzemenin iç yapısı, malzemenin sıcaklık, frekans, deformasyon hızı gibi faktörlere duyarlı olarak viskoz davranış göstermesine yol açar.

Dinamik Mekanik Analiz (DMA), plastik ve polimer malzemelerin mekanik özelliklerini incelemek için yaygın olarak kullanılan bir tekniktir. Bu teknik, malzemenin sıcaklık, frekans ve deformasyon gibi değişkenlere karşı mekanik davranışını anlamak için tasarlanmıştır. Bu deney düzenğinde belirli bir frekansta yük, malzemeye belirli bir sıcaklık bandında etki etmektedir. Kullanılan ölçme teknikleri ile çok çeşitli frekanslarda çalışılmaktadır. DMA deneyi sonrasında birçok faydalı veri ve grafikler elde edilmektedir. Esas olarak depolama modülü ( $E'$ , storage modulus), kayıp modülü ( $E''$ , loss modulus) ve sönümlenme modülü ( $\tan(\delta)$ ) değerleri bulunmak istenmektedir. Geniş sıcaklık aralığında çalışma olanağı malzemenin bir diğer önemli özelliği camsı geçiş sıcaklığı ( $T_g$ ) bulunmasını sağlamaktadır. Camsı geçiş sıcaklığı molekül zincirlerinin ısı etkisiyle artan enerjisini kinetik enerji olarak harcar, kendini az enerjili bir duruma getirir. Ancak öyle bir sıcaklık değerine ulaşır ki bu hareketlilik tüm zincirlere yayılır. Bu sıcaklığa camsı geçiş sıcaklığı denir. Zincire ısı verince genişler çünkü sıcaklık artıkça çekim kuvveti azalır öyle bir sıcaklık olur ki tüm zincirler harekete geçer.

Tanımlamalara göre dinamik mekanik analiz malzemenin rijitliğini ve sönümlenmesini ölçmekte olup modül ve  $\tan\delta$  olarak adlandırılır. Şekil 2.1 'de görüldüğü üzere sinüzoidal bir kuvvet uygulandığı için modülü, bir faz içi bileşen, depolama modülü ve faz dışı bir bileşen ise kayıp modülü olarak ifade edilebilir (Keskin, 2019).  $E'$  veya  $G'$  olarak adlandırılan depolama modülü, numunenin elastik davranışının göstergesidir. Sönümlenme modülü ( $\tan\delta$ ) kayıp modülünün depolama modülüne oranı ile hesaplanmaktadır.



Şekil 2.1. Uygulanan sinusoidal dalganın ortaya çıkan faz ve gecikmesi (Keskin, 2019)

Bashir (2021), makalesinde dinamik mekanik analizin (DMA) düz ve dolgulu polimerlerin viskoelastik davranışı hakkında güvenilir bilgiler sağladığını vurgulamıştır. Dolgulu polimerlerin özellikleri, koruyucu organik kaplamalar, kompozitler gibi farklı endüstrilere önemli ölçüde katkıda bulunmakta olduğunu söylemiştir. Dolgulu polimerlerdeki arayüzey etkileşimleri, malzemenin genel özelliklerini ve servis ömrü boyunca performansını belirlemede önemli bir rol oynamaktadır. DMA 'nın dolgulu polimerlerdeki arayüzey etkileşimlerini karakterize etmek için kullanıldığı çalışmalar incelemiştir. Mevcut açık literatür, arayüzey etkileşimlerinin dolgulu polimerlerin camı geçiş sıcaklığı üzerindeki etkisi konusunda karmaşık bir görüş sunmaktadır. Bununla birlikte, dolgu partiküllerinin ve polimer matrisinin arasındaki güçlü arayüzey etkileşimleri durumunda,  $\tan \delta$  'nin pik değerinin, bu etkileşimlerin zayıf olduğu bir dolgulu polimerle karşılaştırıldığında azaldığını söylemektedir.

Khonakdar (2015) tarafından yapılan çalışmada, hegzametilen disilazan ile modifiye edilmiş nanosilikanın, lineer düşük yoğunluklu polietilen/etilen vinil asetat kopolimeri (LLDPE/EVA) karışımlarının dinamik mekanik analizi (DMA), kristallenme, erime ve termal bozunma davranışı üzerindeki etkisi incelenmiştir. Detaylı DMA analizi, nanosilikanın güçlendirici davranışını araştırmak amacıyla Kernere Nielson modeli benimsenmiştir. Örneklerin oksidatif bozunumu ve termal stabilitesi termogravimetrik analiz ile de incelenmiştir. Yüksek miktarda nanosilika partikülü, oksijen atmosferinde bozunma sıcaklığını önemli ölçüde daha yüksek sıcaklıklara kaydırmaktadır. Bu

davranış, nanopartiküllerin oksijene karşı bariyer özelliklerine ve gazsal bozunma ürünlerine karşı koruma sağlamasına bağlanabileceği belirtilmiştir. Ancak, modifiye edilmiş nanosilikanın LLDPE/EVA karışımına eklenmesi, eklenmemiş malzemedeki bozunma sıcaklığının başlangıcını azaltmış olduğu gözlemlenmiştir. Khonakdar yaptığı çalışmada azot atmosferinde, termal bozunma aralığında herhangi bir değişiklik gözlememiş ve yalnızca başlangıç bozunma sıcaklığında bir azalma olduğunu belirtmiştir. Bozunma sıcaklığının başlangıcının önemli rolünü göz önünde bulundurarak, bozunma sıcaklığının başlangıcının aktivasyon enerjisi, Kissinger-Ozawa modelini kullanarak hem oksijen hem de azot atmosferlerinde hesaplamıştır. Sonuçlar, bozunma reaksiyonunun aktivasyon enerjisinin  $\sim 20$  kJ/mol azaldığını göstermektedir. Bu azalma, nanopartiküllerden modifikatörlerin salınmasına bağlanmaktadır (Khonakdar, 2015).

Chauhan ve ark. (2018), eriyik harmanlama yoluyla hazırlanan çok duvarlı karbon nanotüpler/poli(eter keton) nanokompozitlerin dinamik mekanik özelliklerinin ayrıntılı çalışmasını rapor etmektedir. Depolama modülü ( $E_0$ ), kayıp modülü ( $E_{00}$ ) ve sönümlenme faktörü ( $\tan\delta$ ) gibi dinamik mekanik karakteristik parametreler, yapışma faktörünü ( $A$ ), mukavemet faktörünü ( $B$ ), verimlilik faktörünü ( $C$ ) ve dolaşma yoğunluğunu ( $N$ ) ayrıntılı olarak araştırmışlardır. Nanotüpler ile matris arasındaki etkileşimin derecesi ile ters orantılı olan yapışma faktörü, MWCNT yüklemesinin artmasıyla azalmıştır. MWCNT 'ler ile PEK arasındaki etkileşimin doğrudan ölçüsü olan güç faktörü ( $B$ ), MWCNT yüklemesindeki artışla artmıştır. Nanotüplerin kompozit modülleri üzerindeki etkisi, takviye katsayısı ( $C$  faktörü) cinsinden hesaplanmıştır. Katsayı ( $C$ ) değeri ne kadar düşükse, takviyenin kompozit modülleri üzerindeki etkinliği o kadar yüksek olacağını söylemişlerdir. PEK 'te ağırlıkça %1 MWCNT yüklemesinde 1 değerinden, ağırlıkça %5 MWCNT yüklemesinde 0,67 'ye düşmüştür; bu da mükemmel özellikler için MWCNT 'lerin ağırlıkça %5 yüklemeye artan etkinliğine işaret etmektedir. Bu bulguları tamamlamak için dolaşıklık yoğunluğu ( $N$ ) da hesaplamışlardır. Ayrıca kompozit sistemdeki her iki bileşenin uyumluluğunu göstermek için Cole-Cole analizi de yapmışlardır.

Suresha ve ark. (2013) 'ın yaptıkları çalışmanın amacı farklı ağırlık yüzdesine sahip organo-modifiye montmorillonit dolgulı epoksi nanokompozitlerin dinamik mekanik analizi ve üç cisimli aşınma (sürtünen iki cisim arasında talaş kırıntıları, toz gibi iki cisimden farklı üçüncü bir cisimin olması) davranışını incelemektir. Organo-modifiye montmorillonit dolgulı epoksi nanokompozitlerin dinamik mekanik analizinde depolama modülü, kayıp modül, sönümlenme ve camsı geçiş sıcaklığı gibi viskoelastik özellikler

tartışılmıştır. Dinamik mekanik analiz sonuçları, epoksi nanokompozitlerde organo-modifiye montmorillonit dolgu yükünün artmasıyla camsı geçiş sıcaklığında bir azalma göstermiştir. Ayrıca, organo-modifiye montmorillonit dolgulu epoksi nanokompozitin depolama modülü, dolgusuz epoksiden daha düşük eğilimler göstermiştir. Organo-modifiye montmorillonit dolgulu epoksi nanokompozitlerin üç cisimli aşınma davranışı farklı dolgu yükleri için incelenmiştir. Aşınma testlerinin sonuçları, tüm örneklerin aşınma hacim kaybının yük ve aşındırma mesafesinin artmasıyla arttığını göstermiştir. Ayrıca, %5 ağırlıkça organo-modifiye montmorillonit dolgulu epoksi nanokompozitin, düz epoksi ve diğer organo-modifiye montmorillonit dolgulu epoksi nanokompozitlere göre daha iyi aşınma direncine sahip olduğu görülmüştür. Kompozitlerin aşınmış yüzeylerinde çeşitli aşınma mekanizmaları gözlemlenmiştir, bunlar arasında oyulma, mikro ve/veya makro çatlaklar ile matrisin enine yönde çatlak yayılması bulunmaktadır (Suresha ve ark., 2013).

Zamani ve ark. (2015) tarafından yapılan çalışmada nanosilika olan nanopartiküllerin epoksi polimerin camsı geçiş sıcaklığına ( $T_g$ ) etkisini incelemek için Dinamik Mekanik Analiz Cihazı (DMA) kullanılmıştır. Ağırlıkça %5-25 nanosilika içeriğine sahip bir dizi epoksi bazlı nanosilika kompozit, mekanik karıştırma yöntemi kullanılarak hazırlanmıştır. Epoksi içindeki nanosilikanın ağırlık oranları ağırlıkça %5, ağırlıkça %13 ve ağırlıkça %25 olarak belirtilmiştir. 30mm x 10mm x 3mm boyutundaki numuneler, DMA makinesi kullanılarak oda sıcaklığından 180 °C 'ye kadar 2 °C/dk ısıtma hızında test edilmiştir. Sonuçların analizinden saf polimer ve nanosilika dolgulu polimerin dinamik modülü ve camsı geçiş sıcaklığı elde edilmiştir. Bir polimer kompozitin camsı geçişi, ısıtma veya soğutma sırasında matris malzemesinde elastik durumdan kauçuksu duruma geçmesine sıcaklığın neden olduğu bir durumdur. Camsı geçiş sıcaklığı  $T_g$ , çeşitli yöntemler kullanılarak belirlenmiştir: depolama modülü başlangıcı, kayıp modülü zirvesi ve  $\tan \delta$  zirvesi. Sonuçlar nanosilikanın varlığının epoksi polimerin  $T_g$  'sini azalttığını göstermiştir (Zamani ve ark., 2015).

Saba ve ark. (2017) yaptıkları çalışmada, selüloz nanofiber (CNF) dolgu maddesinin, sıcaklığın bir fonksiyonu olarak epoksi kompozitlerin termal ve dinamik mekanik analizi (DMA) üzerindeki etkisini sunmaktadır. Bu çalışmada, epoksi reçineye %0.5, %0.75 ve %1 CNF yüklemesi ile CNF takviyeli Epoksi nanokompozitleri üretmek için el yatırma yöntemi kullanıldı. Elde edilen termal ve DMA sonuçları, saf epoksi ile karşılaştırıldığında tüm CNF/epoksi nanokompozitler için termal kararlılığın, kömür içeriğinin, depolama modülünün ( $E'$ ), kayıp modülünün ( $E''$ ) ve camsı geçiş sıcaklığının

( $T_g$ ) arttığını göstermektedir. Termal sonuçlar, %0,75'in muadillerine kıyasla ısıya karşı üstün direnç veya stabilite sunduğunu ortaya çıkardı. Ek olarak, %0.75 CNF/epoksi nano kompozitler, %0.5 ve %1 dolgu yüklemesi ile karşılaştırıldığında en yüksek depolama modülü değerini verir. Dolayısıyla, %0.75 CNF yüklemesinin, epoksi kompozitlerin hem termal hem de dinamik mekanik özelliklerini geliştirmek için minimum olduğu sonucuna varılır ve yenilenebilirliğin yanı sıra termal stabilitenin de birincil gereksinim olduğu ileri malzeme uygulamaları için kullanılabilir (Saba ve ark., 2017).

Anilkumar ve ark. (2022) çalışmalarında, çeşitli ağırlık yüzdelerinde polimer ve nano partiküllerle güçlendirilmiş polimer nanokompozitlerin dinamik mekanik davranışını ve nano partiküllerin polimerle etkileşimini sunmaktadır. Grafen ve nano silika, epoksi reçine ile birlikte dolgu malzemesi olarak kullanılmıştır. Nano kompozit levhalar, soğuk presleme kalıplama tekniği kullanılarak hazırlanmıştır. Son olarak, hazırlanan kompozit levhalar ASTM standartlarına göre lazer kesimle boyutlandırılmış ve DMA testine tabi tutulmuştur. Hazırlanan kompozitler için bir dizi dinamik mekanik test, çeşitli test sıcaklıkları aralığında gerçekleştirilmiştir. Test frekansı sabit tutulmuştur. Hazırlanan nano kompozitlerin dinamik mekanik özellikleri, depolama modülü, kayıp modül,  $\tan \delta$  ve camsı geçiş sıcaklığı ( $T_g$ ) kaydedilerek incelenmiştir. Depolama modülü ( $E'$ ), artan sıcaklıkla azaldığı görülmüştür. Kayıp modül ( $E''$ ) ve sönme zirveleri ( $\tan \delta$ ) değerleri, belirli bir değere kadar artan sıcaklıkla artmış, belirli bir sıcaklık noktasından sonra ise azalmıştır. Ayrıca, kayıp modülü ( $E''$ ) ve sönme zirveleri ( $\tan \delta$ ) değerleri, güçlendirmeler arttıkça azalmış, güçlendirmeler arttıkça  $T_g$  azalmıştır (Anilkumar ve ark., 2022).

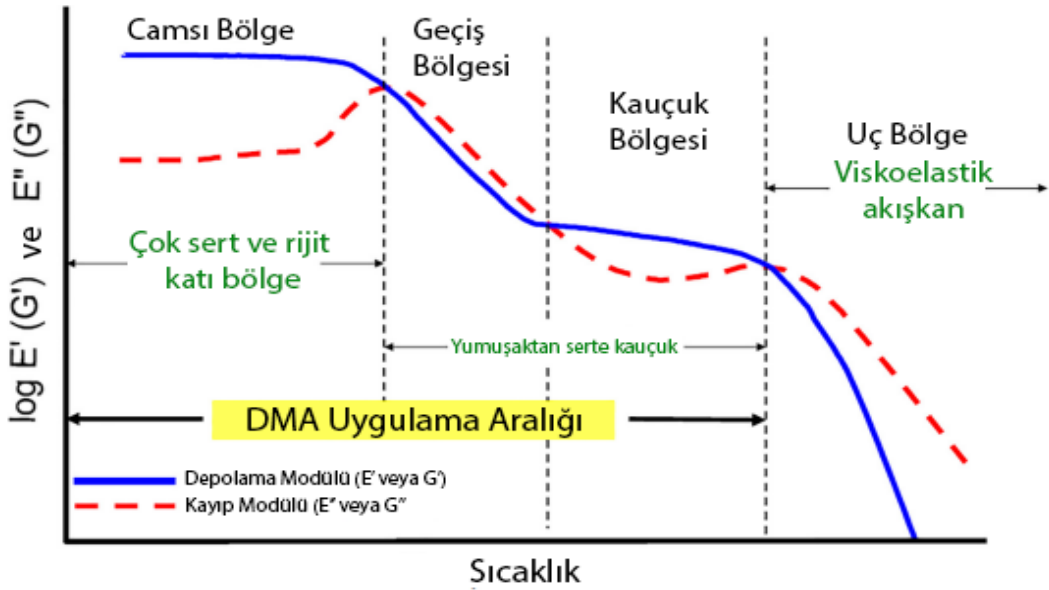
Fredi ve ark. (2020) çalışmalarında, termal enerji depolama (TES) için çok fonksiyonlu laminatların viskoelastik tepkisini incelemek amacıyla dinamik-mekanik analiz (DMA) gerçekleştirilmiştir. Laminatlar, mikrokapsüllenmiş bir parafinik faz değişim malzemesi (PCM), karbon fiber kumaş ve yenilikçi reaktif akrilik reçine (Elium) içermektedir. Elium/PCM sistemlerinde PCM fraksiyonunun reçinenin camsı geçiş sıcaklığı ( $T_g$ ) üzerinde (100–120 °C'de) veya  $\tan \delta$  zirvelerinin konumlarından belirlenen camsı geçişinin aktivasyon enerjisi üzerinde etkisi yoktur. Öte yandan, saf reçine üzerinde tespit edilen düşük sıcaklık (0–40 °C) geçişi,  $E'$  'deki bir adım ve  $E''$  ve  $\tan \delta$  'daki zirvelerle kanıtlanan, PCM 'nin erimesi tarafından gizlenmiştir. Laminatlarda,  $E'$  adımının büyüklüğü ve PCM'nin erimesi ile ilişkilendirilen  $\tan \delta$  zirvesinin yoğunluğu, PCM içeriği ve erime entalpisi ile lineer bir korelasyon göstermiştir. Döngüsel ısıtma/soğutma DMA testleri, PCM'nin erimesinden kaynaklanan  $E'$ deki azalmanın kristallenme sırasında

neredeysi tamamen (%90–95) geri kazanıldığını göstermiştir. Isıtma/soğutma hızının 3 ila 1 °C/dakika arasında deęiřtięi durumlarda, ısıtma ve soğutma sırasındaki tanδ zirve konumları arasındaki fark, 30 ila 12 °C'ye düşmüřtür. Çok frekanslı testler, laminatların camsı geçiřinin aktivasyon enerjisinin matrislerinkinden daha düşük olduğunu ve PCM oranı ile bir trend izlemediğini ortaya koymuřtur. İlginç bir şekilde, ayrıca test frekansına baęlı olarak PCM erimesi ile iliřkili E ve tanδ zirvelerinin şekillendięi ve ısıtma sırasında mikrokapsüllerdeki PCM 'nin progresif bir şekilde erimesini düşünerek yorumlanabileceęi belirlenmiştir (Fredri ve ark., 2020).

Jyoti ve Arya (2020) tarafından yapılan çalışmada, karbon nanotüpler (KNT'ler), grafen ve bunların hibritleri gibi karbon nanomalzemelerini incelenmiştir. KNT'ler ve grafen mükemmel özelliklere sahip olmalarına rağmen henüz polimer kompozitlerde tam olarak bu özelliklerinin ortaya çıkarılmadığı savunulmaktadır. Üretim sırasında KNT 'lerin topaklanması ve grafenin de yeniden yığılması, nanomalzemelerin kompozitlerde olan özelliklerinin bozulmasına neden olan ciddi bir sorun olarak belirtilmiştir. KNT 'lerin dispersiyonunu ve grafenin yeniden yığılmasını iyileřtirmek için, bu arařtırmada grafen oksit ve KNT 'lerin hibritleřtirilmesine odaklanılmışlardır. Çoklu cidarlı karbon nanotüpler (ÇCKNT'ler), fonksiyonelleřtirilmiş karbon nanotüpler (FKNT'ler) ve grafen oksit-karbon nanotüpler (GKNT'ler) takviyeli akrilonitril butadien stiren (ABS) kompozitleri, vakum filtreleme ardından sıcak presleme şekillendirme yöntemi ile ayrı ayrı hazırlanmıştır. Daha sonra, ABS kompozitlerinin dinamik mekanik analizi (DMA) ve elektromanyetik girişim (EMI) koruma özellikleri arařtırılmıştır. Polimerlerin dinamik mekanik özellikleri, dolgu maddeleri ve polimerin yapışmasına, karbon dolgularının varlığında polimer zincirlerinin dolanma yoğunluęuna baęlı olduğu belirtilmiştir. Hazırlanan kompozitlerin depolama, kayıp modülü ve sönüm faktörü gibi dinamik mekanik özellikleri ÇCKNT, FKNT ve GKNT 'lerin dahil edilmesinden önemli ölçüde etkilenmiştir. Ku bandında (12,4–18 GHz) ÇCKNT-ABS kompozitleri (–38,6 dB) ve FKNTs-ABS kompozitleri (–36,7 dB) ile karşılaştırıldığında en yüksek olan GKNT-ABS kompozitleri için -49,6 dB'lik maksimum EMI koruma etkinliği elde edilmiştir. Sonuçların, elektronik cihazlar için verimli ısı dağıtıcı EMI koruyucu malzemelerin çeřitli uygulamalarında kullanılacak GKNT-ABS kompozitlerinin büyük potansiyelini gösterdiği belirtilmiştir (Jyoti ve Arya, 2020).

### 2.5.1 Depolama Modülü (E')

Depolama Modülü bir malzemenin elastik davranışını gösterir ve polimerik bir malzemenin sertliğine ve şeklinin geri kazanılmasına bağlıdır. Ayrıca bir malzemenin yükleme döngüsü sırasında enerji depolama yeteneğidir. Camı bölgede düşük uç sıcaklık aralığı, polimerin cam benzeri özellikler göstereceği camı bölge olarak bilinir. Bu bölgede modül (E') daha yüksek, kayıp modülü (E'') ise düşüktür. En yüksek uç sıcaklığı kauçuk bölgedir. Bu bölgede kayıp faktörünün azalmasıyla birlikte polimer modülü azalarak kauçuksu bir hal alır. Camı ve kauçuk arasındaki bölge geçiş bölgesi olarak bilinir. Geçiş bölgesinde kayıp faktörü yüksektir ve tepe değeri camı geçiş bölgesi ( $T_g$ ) olarak bilinmektedir. DMA testinde numune ısıtılırken üç nokta eğilme testine tabi tutulmaktadır. Şekil 2.2. incelendiğinde camı bölgede numunede eğilmeden dolayı gerilmeler meydana gelmektedir ve sıcaklık değeri  $T_g$  'nin altındadır. Sıcaklık arttıkça depolama modülü azalır  $\tan\delta$  değeri yükselir ve numune yumuşar ve zincirler arası bağlarda hareket meydana gelmektedir.  $\tan\delta$  değeri 1,0'ın altında olması gerekir ve bu değer malzemenin sıcaklığının camı geçiş sıcaklığının üstünde olduğunu göstermektedir. Şekil 2.2. 'de gösterildiği gibi malzeme kauçuk bölgesinde çok yumuşaktır. Zincirler arasındaki bağlarda kaymalar meydana gelir. Malzeme sıcaklığı camı geçiş sıcaklığının üstündedir. Uç bölgede ise malzeme viskoelastik akışkan haldedir. Malzemenin sıcaklığı camı geçiş sıcaklığının çok üstündedir (Şekil 2.2.).

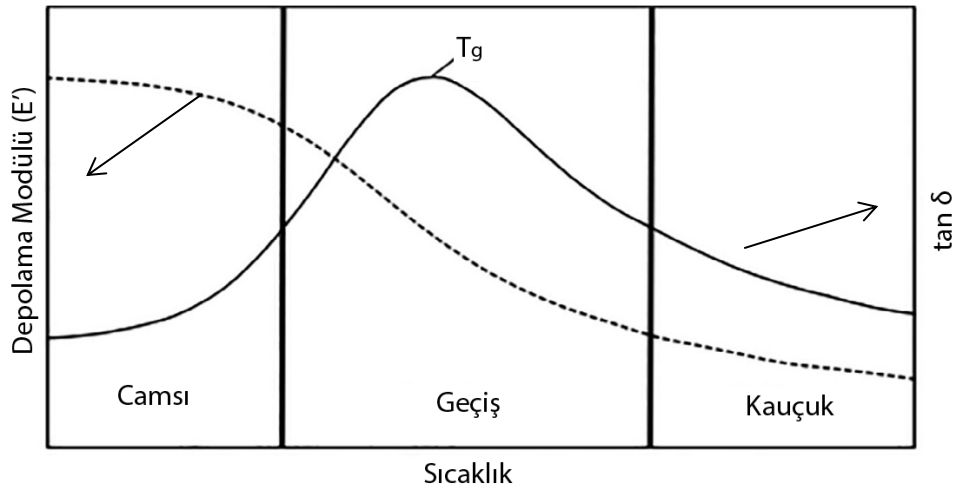


Şekil 2.2. Tipik bir amorf polimer için viskoelastik spektrum (Venkategowda ve ark., 2022)

### 2.5.2. Sönümlenme Modülü ( $\tan\delta$ )

$\tan\delta$  değeri  $E''$  'nin  $E'$  'ye oranı olarak hesaplanan boyutsuz bir sayı olarak tanımlanmaktadır ve sönümlenme katsayısını (mekanik sönüm faktörü) vermektedir. Kompozit malzeme içindeki sönümlenme dolgu malzemeleri ile matris arasındaki kaymalar, çatlaklar ve delaminasyon yüzeyleri arasındaki sürtünme kuvvetlerinden kaynaklanmaktadır.  $\tan\delta$  'da grafikte görülen ilk pik camlı geçiş sıcaklığını göstermektedir. Yüksek bir  $\tan\delta$  değeri, yüksek, elastik olmayan şekil değiştirme bileşenine sahip olan bir malzemenin göstergesidir; düşük bir değer ise yüksek elastikiyeti belirtir. Fiber/matris arayüzü bağındaki artış, fiber/matris arayüzündeki moleküler zincirlerin hareketliliği azaldığı için sönümlenme faktöründe azalmaya neden olur. Böylece sistemdeki  $\tan\delta$  ( $E''/E'$ ) değeri ne kadar büyük olursa depolama kapasitesine bağlı olarak enerji kaybı o kadar düşük olur. Sönümlenme faktörü, moleküler hareketler, viskoelastisitenin yanı sıra dislokasyonlar, tane sınırları, faz sınırları ve çeşitli arayüzler gibi sönümlenmeye katkıda bulunan belirli kusurlarla ilgilidir (Zhang ve ark., 2012).

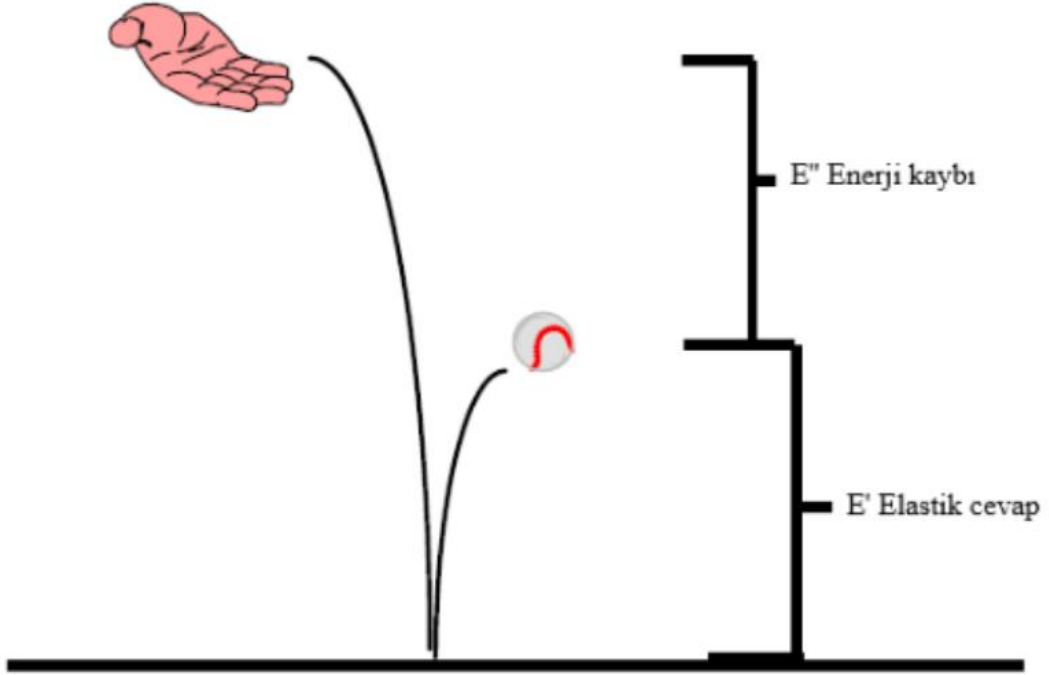
Camlı geçiş sıcaklığı, standartlara bağlı olarak bilim insanlarının malzemenin kritik bir sıcaklığı kabul ettiği sıcaklık değeridir. Çeşitli endüstriler, aynı veri kaynaklarından  $15\text{ }^{\circ}\text{C}$  'ye kadar değişebilen farklı sıcaklık seviyeleri kullanmaktadır. DSC, TMA ve DMA farklı deneyler yapılarak farklı sonuçlar bulunduğu için sayılar biraz değişebilmektedir. Bir DSC 'den DMA 'daki verilerde  $25\text{ }^{\circ}\text{C}$  'lik bir fark olduğu görülmektedir. Şekil 2.3 'deki gibi depolama,  $\tan\delta$  ve kayıp modüllerinde 3 farklı camlı geçiş sıcaklığıyla karşılanmaktadır.



Şekil 2.3. Dinamik Mekanik Analiz modüllerinin camlı geçiş sıcaklığı tayini (Venkategowda ve ark., 2022)

### 2.5.3. Kayıp Modülü ( $E''$ )

$E''$ , bir malzemenin viskoelastik davranışını karakterize etmek için kullanılır.  $E''$ 'nin artması dolgu malzemeleri ile matris arasında etkileşimin azaldığını ve sürtünme etkileri ile kaybın arttığını göstermektedir. Sıcaklığın artmasıyla  $E''$  camsı geçiş bölgesine kadar artmış daha sonra sürekli olarak azalmıştır.  $E''$ 'den elde edilen camsı geçiş sıcaklıkları  $E'$  ile  $\tan\delta$ , arasındadır ve plastik malzemelerin camsı geçiş bölgesindeki fiziksel değişimler için daha iyi sonuçlar vermektedir.  $E''$ 'nin ilk pik yaptığı sıcaklık camsı geçiş sıcaklığıdır. Dinamik kayıp modülü, malzemelerin viskoz bir tepkisidir ve ona uygulanan bir enerjiyi kaybetme eğilimi gösteren malzemelerdir. Dinamik kayıp modülü genellikle iç sürtünme ile ilişkilidir ve farklı tür moleküler hareketlere, geçişlere, gevşeme işlemlerine, morfolojiye ve diğer yapısal heterojenitelere karşı hassastır. Böylece Şekil 2.4 'te görüldüğü gibi bir top zıplaması için bırakıldığında bir miktar enerji dağılır ve bir miktar enerji de geri kazanılır, top geri kazandığı enerji miktarı kadar yukarı zıplar. (Saba ve ark., 2016).



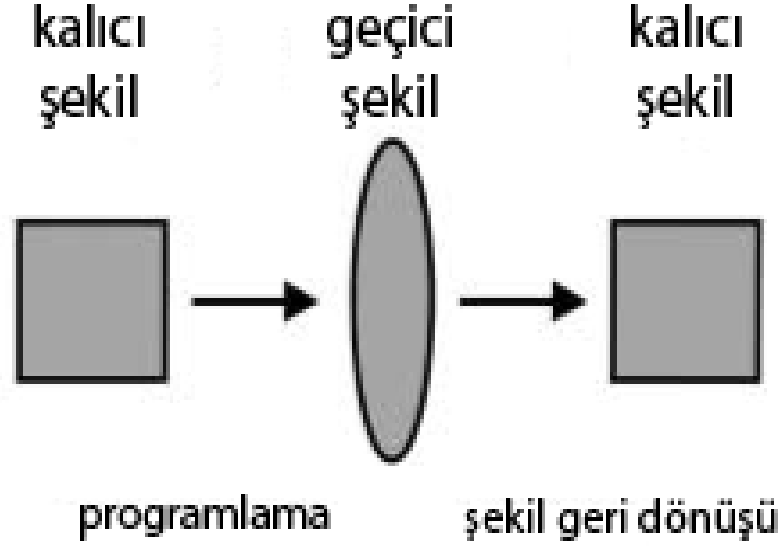
Şekil 2.4. Depolama modülü ve kayıp modülü gösterimi (Saba ve ark., 2016)

### 2.6. Şekil Hafızası Özelliğine Sahip Nanokompozit Malzemeler

Malzeme bilimcileri, kendi kendini onarabilen ve akıllı malzemelerin gelecekte önemli bir rol oynayacağını öngörmektedir. Son yirmi yıldır bu konsept, yeni bir polimer sınıfının ortaya çıkışının bir sonucu olarak artan bir ilgi görmektedir. Şekil

hafızalı polimerler olarak adlandırılan bu polimerler, şekil hafızalı özellikleri bakımından iyi bilinen metalik şekil hafızalı alaşımları açık ara geride bırakmaktadır. Şekil hafızalı polimerlerin nispeten kolay üretimi ve programlanmasının bir sonucu olarak, bu malzemeler köklü şekil hafızalı alaşımlara ucuz ve etkili bir alternatif temsil etmektedir. Şekil hafızalı polimerlerde, harici bir kuvvetin neden olduğu kasıtlı veya kazara deformasyonun sonuçları, malzemenin tanımlanmış bir geçiş sıcaklığının üzerine ısıtılmasıyla ortadan kaldırılabilir. Bu etki, polimer zincirlerinin verilen esnekliği sayesinde elde edilebilir. Polimerik malzemelerin günlük yaşamımızdaki önemi göz önüne alındığında, her türlü ulaşım aracında bulunan bilişenlerde, minimal invaziv cerrahiden yüksek performanslı tekstillere ve kendi kendini onaran plastiğe kadar bir alanı kapsayan akıllı polimerler için çok geniş bir ek olası uygulama yelpazesi bulunmaktadır. (Lendlein ve Kelch, 2002).

Şekil hafızalı malzemeler uyaranlara duyarlı malzemelerdir. Dışarıdan bir uyarı uygulandığında şekillerini değiştirme yeteneğine sahiptirler. Sıcaklıktaki bir değişikliğin neden olduğu şekil değişikliğine termal olarak indüklenen şekil hafızası etkisi denir. Lendlein ve Kelch (2002), yaptıkları inceleme makalesinde ısıya duyarlı şekil hafızalı polimerleri ana odaklarına almışlardır. Şekil hafızası etkisi, tek polimerlerin belirli bir malzeme özelliği ile ilgili değildir; daha ziyade polimer yapısı ve polimer morfolojisi ile uygulanan işleme ve programlama teknolojisinin birleşiminden kaynaklanır. Kimyasal bileşimleri önemli ölçüde farklılık gösterebilen çeşitli polimerler için şekil hafızası davranışı gözlemlenebilir. Bir şeklin programlanması ve geri kazanılması işlemi Şekil 2.5 'te şematik olarak gösterilmektedir. Öncelikle polimer kalıcı şeklini almak için geleneksel olarak işlenir. Daha sonra polimer deforme edilir ve amaçlanan geçici şekil sabitlenir. Bu işleme programlama denir (Lendlein ve Kelch, 2002).



Şekil 2.5. Termal olarak indüklenen tek yönlü şekil hafızası etkisinin şematik gösterimi. Kalıcı şekil programlama işlemi ile geçici şekle aktarılır. Numunenin anahtarlama geçişi  $T_{trans}$ 'ın üzerindeki bir sıcaklığa ısıtılması, kalıcı şeklin geri kazanılmasıyla sonuçlanır (Lendlein ve Kelch, 2002).

Lendlein ve Kelch (2002) 'e göre programlama süreci ya numunenin ısıtılmasını, deforme edilmesini ve soğutulmasını ya da numunenin düşük sıcaklıkta çekilmesini (“soğuk çekme” olarak adlandırılır) içermektedir. Numune geçici şekli gösterirken kalıcı şekil artık saklanır. Şekil hafızalı polimerin bir geçiş sıcaklığının üzerine ısıtılması, şekil hafızası etkisini artırır. Sonuç olarak, depolanan kalıcı şeklin geri kazanılması gözlemlenebilir. Polimerin geçiş sıcaklığının altına soğutulması malzemenin katılaşmasına yol açar, ancak geçici şeklin geri kazanılması gözlemlenmez. Tanımlanan etki, tek yönlü şekil hafızası etkisi olarak adlandırılmaktadır. Mekanik deformasyon da dahil olmak üzere daha ileri programlamayla iş parçası tekrar geçici bir şekle getirilebilir. Bu yeni geçici şeklin mutlaka ilk geçici şekille eşleşmesi gerekmez.

Malzemelerin deforme olup geçici bir şekle sabitlenebilmeleri ve yalnızca harici bir uyarana maruz kaldıklarında orijinal, kalıcı şekillerini geri kazanabilmeleri durumunda bir şekil-hafıza etkisi gösterdiğini belirtmişlerdir (Osada ve Matsuda, 1995, Liu ve Mather, 2002, Rousseau ve ark., 2003). Şekil hafızalı polimerler, bilimsel ve teknolojik önemi nedeniyle artan ilgi görmüştür (Wei ve ark., 1998, Lendlein ve Kelch, 2002). Prensip olarak, termal olarak indüklenen bir şekil-hafıza etkisi, sıcaklıktaki bir artışla etkinleştirilebilir (ayrıca bir elektrik akımına veya ışık aydınlatmasına maruz kaldıktan sonra ısıtma ile elde edilir (Maitland ve ark., 2002, Koerner ve ark. 2004).

Birkaç makale, polimerlerin (Eisenbach, 1980, Finkelmann ve ark., 2001, Li ve ark., 2003, Yu ve ark., 2003, Camacho-Lopez ve ark., 2004) ve jellerin (Suzuki ve Tanaka, 1990, Juodkasis ve ark., 2000, Ikeda ve ark., 2003) şeklinde büzülme, bükülme veya hacim değişiklikleri gibi ışığın neden olduğu değişiklikleri tanımlamıştır. Bu yeni şekiller, 50 °C 'ye ısıtıldıklarında bile uzun süreler boyunca stabildir ve farklı bir dalga boyundaki ultraviyole ışığa maruz kaldıklarında ortam sıcaklıklarında orijinal şekillerini geri kazanabilirler. Polimerlerin önceden belirlenmiş farklı geçici şekiller oluşturma ve daha sonra uzaktan ışık aktivasyonu ile ortam sıcaklıklarında orijinal şekillerini geri kazanma yeteneği, çeşitli potansiyel tıbbi ve diğer uygulamalara yol açabilir (Lendlein ve ark., 2005).

Lendlein ve Gould (2019), çalışmalarında, mekanizma, üretim şemaları ve karakterizasyon yöntemleri açısından polimerlerin iki şekil hafızalı davranışı arasındaki ortak temeli ve temel farklılıkları ana hatlarıyla açıklamışlardır. Koordineli, merkezi olmayan ve yanıt veren fiziksel davranış için hangi makro moleküler mimari ve makro ölçekli işleme kombinasyonunun gerekli olduğunu tartışmışlardır. İlgili termomekanik bilginin çıkarılması açıklanmış ve yüksek seviyelerde geri kazanılmış veya çalıştırma gerilimlerinin yanı sıra talep üzerine 2D'den 3D'ye şekil dönüşümleri elde etmek için mikro ölçekli ve makro ölçekli morfolojiler için tasarım kriterleri gösterilmiştir. Son olarak, gerçek dünya uygulamaları ve gelecekteki temel zorluklar vurgulanmaktadır.

Şekil hafızalı polimerler (SMP 'ler) biyomedikal, kendi kendini onaran ve akıllı malzemeler için önemli bir rol oynamaktadır. Çeşitli SMP 'ler arasında, şekil hafızalı poliüretanlar (PU 'lar), camsı geçiş sıcaklığının ( $T_g$ ) oda sıcaklığı civarında kolay kontrol edilmesi ve oda sıcaklığında bile mükemmel şekil hafızası etkisi nedeniyle büyük ilgi görmektedir. Ohki ve ark. (2004), yaptıkları çalışmada, cam elyaf takviyeli PU 'lar, PU 'ların mekanik zayıflığının iyileştirilmesi ve daha geniş pratik mühendislik kullanımları için geliştirmişlerdir. Farklı lif ağırlık oranlarına sahip numuneler üreterek mekanik davranışları ve şekil hafıza etkilerini araştırmışlardır. Sonuç olarak, geliştirttikleri malzemelerde çekme mukavemeti ile mekanik ve termal mekanik çevrim yüklemelerine karşı direnç, takviye elyafının rolü nedeniyle arttığını söylemişlerdir. Döngüsel yükleme sırasında son derece düşük bir artık gerilmeye sahip olmak için ağırlıkça %10 ila %20 arasında bir optimum lif ağırlığı oranının olduğu göstermişlerdir. Geliştirilen cam elyaf takviyeli şekil hafızalı PU kompozitlerin şekil

hafıza etkisi cam elyaf ağırlık oranından etkilenmiş olsa da geliştirilen kompozit malzemelerde şekil hafıza etkisinin korunduğunu doğrulamışlardır (Ohki ve ark., 2004).

Şekil hafızalı malzemeler, önemli mekanik deformasyondan sonra önceden belirlenmiş bir şekli geri kazanma kapasiteleriyle tanımlanır (Otsuka ve ark., 1998). Şekil hafızası etkisi tipik olarak sıcaklıktaki bir değişiklikle başlatılır ve metallerde, seramiklerde ve polimerlerde gözlemlenmiştir (Otsuka ve ark., 1998). Makroskopik açıdan bakıldığında polimerlerdeki şekil hafızası etkisi, polimerlerde elde edilen daha düşük gerilmeler ve daha büyük geri kazanılabilir gerinimler nedeniyle seramik ve metallere farklıdır. Polimerlerde şekil hafızası etkisinin ilk yaygın uygulamalarından biri ısıyla büzüşen borulardır (Ota, 1981). Bununla birlikte, bu tür erken uygulamalar, şekil hafızalı polimerlerin termomekanik davranışının sağlam bir şekilde anlaşılmasını veya şekil hafızası kazandıran mekanizmaların sağlam bir şekilde anlaşılmasını gerektirmektedir. Öte yandan, yeni ortaya çıkan şekil hafızalı polimer bazlı tıbbi cihazların (El Feninat ve ark., 2002, Lendlein ve Langer, 2002, Metzger ve ark., 2002, Maitland ve ark., 2002, Metcalfe ve ark., 2003, Ferrera, 2001, Lee ve ark., 2000) ve mikrosistem bileşenlerinin tasarımı, termomekanik şekil hafızası döngüsünün kapsamlı karakterizasyonunu ve kurucu modellemesini gerektirir. Ek olarak, son uygulamalar, polimer yapısı ile bunun sonucunda ortaya çıkan şekil hafızası özellikleri arasındaki ilişkinin temel olarak anlaşılması yoluyla elde edilen optimize edilmiş şekil hafızası özelliklerini gerektirir.

Gall ve ark. (2005), yayınladıkları makaleye göre şekil hafızalı polimerlerin temel termomekanik tepkisi için dört kritik sıcaklık tanımlanır. Camsı geçiş sıcaklığı,  $T_g$ , tipik olarak modül-sıcaklık uzayındaki bir geçişle temsil edilir ve sıcaklığı normalleştirmek için bir referans noktası olarak kullanılabilir. Şekil hafızalı polimerler, kimyanın veya yapının kontrolü ile  $T_g$ 'yi birkaç yüz derecelik bir sıcaklık aralığında değiştirme yeteneği sunar. Ön deformasyon sıcaklığı  $T_d$ , polimerin geçici şekline göre deforme olduğu sıcaklıktır. Depolama sıcaklığı,  $T_s$ , herhangi bir şekil geri kazanımının meydana gelmediği sıcaklığı temsil eder ve  $T_d$ 'ye eşit veya  $T_d$ 'nin altındadır. Geri kazanım sıcaklığı  $T_r$ 'de, malzemenin orijinal şeklini geri kazanmasına neden olan ve tipik olarak  $T_g$  civarında olan şekil hafıza etkisi etkinleştirilir. Geri kazanım, sabit bir  $T_r$ 'ye ısıtılarak ve daha sonra tutularak veya  $T_r$ 'ye kadar kadar ısıtılmaya devam edilerek izotermal olarak gerçekleştirilebilir. Makroskobik bir bakış açısından bakıldığında, bir polimer, belirgin

ve anlamlı bir cam geçişine, lastiksi durumda bir modül-sıcaklık bölgesinde ve deformasyon sırasında elde edilebilecek maksimum gerinim ( $\epsilon_{maks}$ ) arasında büyük bir farka sahipse yararlı bir şekil hafıza etkisi gösterecektir. İyileşme sonrası kalıcı plastik gerinim  $\epsilon_p$ ,  $\epsilon_{maks} - \epsilon_p$  farkı, geri kazanılabilir gerinim,  $\epsilon_{gerikazanım}$  olarak tanımlanır, geri kazanım oranı ise  $\epsilon_{gerikazanım}/\epsilon_{maks}$  olarak tanımlanır.

Zhao ve ark. (2019), parçacık takviyeli şekil hafızalı polimer kompozitin (SMPC) termal-mekanik davranışını araştırmak için termal viskoelastisite yapısal ilişkisine dayanan bir mikromekanik model sunmuşlardır. Çalışmalarında termomekanik bünye bağıntı varsayımı ve doğrusal elastik bünye bağıntı varsayımına dayanarak, SMPC 'nin etkin özellikleri bir mikromekanik yöntem kullanılarak incelemişlerdir. Polimer ve çok cidarlı karbon nanotüplerin (MWCNT'ler) oluşturucu teorilerinin yanı sıra parçacıkların doldurma kalitesinin analiz edilmesiyle, Mori-Tanaka teorisi ile birleştirilmiş genelleştirilmiş Maxwell modelini (GMM) geliştirmişler ve SMPC termo-mekanik döngü davranışını incelemişlerdir. Ayrıca, geliştirilen modeli doğrulamak için bir dizi tek eksenli çekme deneyi, gerilme gevşemesi testleri ve termal-mekanik döngü testleri yapmışlardır. Sonunda, geliştirilen model, güvenilirliğini sağlamak için simüle edilmiş bir örnek ve deney kullanılarak bunu doğrulamışlardır (Zhao ve ark., 2019).

Yan ve ark. (2013), nano-SiO<sub>2</sub> 'nin, vücut sıcaklığının altındaki camsı geçiş sıcaklığına ( $T_g$ ) sahip polilaktit bazlı kopolyesterin (PLAE) mekanik ve şekil hafızası (SM) özellikleri üzerindeki etkisini araştırmışlardır. PLAE'nin camsı geçişini, kristalleşmesini ve erimesini incelemek için modüle edilmiş diferansiyel taramalı kalorimetri (MDSC) deneyi kullanmışlardır. PLAE ve nanokompozitlerinin (PLAE 'ler) kristalliğini araştırmak için geleneksel DSC kullanmışlardır. PLAE 'lerin mikro yapılarını ve kristal yapılarını karakterize etmek için alan emisyon taramalı elektron mikroskobu (FESEM) ve geniş açılı X-ışını kırınımı (WAXD) kullanmışlardır. Oda sıcaklığında ve yüksek sıcaklıkta mekanik özellikleri araştırmak için çekme testleri yapmışlardır. PLAE'lerin dinamik mekanik özelliklerini ve gerilme gevşeme davranışlarını incelemek için dinamik mekanik özellikler (DMA) ve gerilme gevşeme deneylerini kullanmışlardır. SM özellikleri, yüksek sıcaklıkta çekme deneyleri, döngüsel termal mekanik testler ve fiziksel şekil geri kazanım testleri gibi çeşitli yöntemlerle karakterize etmişlerdir. Sonuçlar, düşük SiO<sub>2</sub> yükleme içeriğine (ağırlıkça %1 ve %3) sahip PLAE ve nanokompozitlerinin, vücut sıcaklığı civarında bir tetikleme sıcaklığı ile iyi şekil sabitliğine ve geri kazanım oranına sahip olduğunu söylemişlerdir. Nano-SiO<sub>2</sub> 'nin eklenmesi PLA zincirlerinin ve zincir bölümlerinin kristalliğinin

azalmasına neden olduğunu yorumlamışlardır. Nano-SiO<sub>2</sub> parçacıklarının daha iyi dağılımına (ağırlıkça %1 ve %3) sahip nanokompozitler için, daha yüksek elastik modül, daha iyi SM ve mekanik özellikler olduğunu göstermişlerdir. PLAE 'ler, düşük tetikleme sıcaklığı nedeniyle akıllı dakik fişler gibi biyomedikal alanlarda potansiyel uygulamalara sahip olduğunu söylemişlerdir (Yan ve ark., 2013).

Son yıllarda akıllı bir malzeme olarak şekil hafızalı poliüretan (SMPU), istenilen şekil hafıza etkisi ve biyouyumluluğu nedeniyle çeşitli uygulamalarda kullanılmaktadır. Guan ve ark. (2020), tek yönlü SMPU nanolifleri, nanolif yönleriyle mekanik ve şekil hafızalı özelliklerini netleştirmek için elektro-eğirme yoluyla yenilenmiş bir nanokompozit elde etmişlerdir. Nanoelyaf hizalama derecesi 0° (gerilme yönüne paralel) olduğunda, hizalanmış SMPU nanoelyaflarının, çekme mukavemetinde (%135'e artırılmış) ve elastik modülde (%313 'e artırılmış) bariz bir iyileşme sağladığını göstermişlerdir. Ayrıca, geliştirilen hizalanmış nanolifler, döngüsel yüklemde sabit gerinim veya sabit gerilme koşulları altında gerilme gevşemesine ve sürünmeye karşı iyi bir yetenek sergilediğini söylemişlerdir. 0° hizalama derecesine sahip hizalanmış SMPU nanoelyafları, %93 'ten daha büyük şekil geri kazanım oranları ve %90 'dan daha büyük şekil sabitlik oranları ve şekil geri kazanım gerilmesinde önemli bir artış ile mükemmel şekil hafızası özellikleri sergilediğini çalışmalarında göstermişlerdir (Guan ve ark., 2020).

Biyolojik olarak parçalanabilen şekil hafızalı polimerlerin (SMPS) biyomedikal alandaki geniş uygulama potansiyeli nedeniyle büyük ilgi gördüğünden bahsedilmektedir. Wang ve ark. (2022), L-laktid (LLA) ve ε-kaprolaktonun kopolimerinden oluşan bir çözelti karışımı ile PLCL/FGO-g-PTMC nanokompozitler hazırlamışlardır. Bu nanokompozitler, asil klorür fonksiyonlu grafen oksit ile politrimeilen karbonatın birleştirilmesiyle elde edilmiştir. FGO'nun fonksiyonel modifikasyonu, FGO ile polimer matrisi arasındaki etkileşimi artırarak matris içindeki dispersiyonunu iyileştirmiştir. FGO, polimer matrisine homojen bir sistem oluşturacak şekilde düzenli bir şekilde dağılmıştır. FGO'nun varlığı, poli(L-laktid) (PLLA) kristal yapısını değiştirmemiş, ancak nükleasyon ajanı olarak polimerlerin kristallenme hızını ve kristallenme derecesini artırmıştır. Elde edilen nanokompozitlerin dinamik mekanik davranışlarının, FGO'nun yüzeyindeki polimer zincirlerinin karışımıyla oluşan fiziksel çapraz bağlarla ilişkili olduğunu söylemişlerdir. FGO'nun PLCL/FGO-g-PTMC nanokompozitlerinde bulunmasının, matris içindeki istasyonier fazı güçlendirerek

malzemenin modülünü ve şekil geri kazanma oranını önemli ölçüde artırdığını göstermişlerdir. Yüksek FGO içeriğine sahip nanokompozitler, yüksek elektriksel iletkenlik ve hızlı şekil geri kazanma özellikleri göstermektedir. Bu özelliklere sahip zeki polilaktid tabanlı nanokompozitlerin, zeka ilaçları, doku mühendisliği ve esnek elektronikler gibi alanlarda kullanılabileceğini söylemişlerdir (Wang ve ark., 2022).

Jeong ve ark. (2020), çalışmalarında dört boyutlu (4D) baskının, çeşitli dış uyarıcılara tepki olarak üç boyutlu (3D) basılmış nesnelere aktif ve tepki veren fonksiyonlar ekleyebildiği belirtilmektedir. Işığın, diğer uyarıcılara kıyasla, uzaktan kontrol edilebilen yapısal değişiklikleri elde etme konusunda benzersiz bir avantaja sahip olduğu ifade edilmektedir. Yaptıkları çalışmada çok renkli şekil bellek polimerlerinin (SMP) 4D baskısı gösterilmektedir. Çeşitli renklerdeki SMP kompozitlerinde renk bağımlı seçici ışık emilimi ve ısınma kullanarak, ışık aydınlatması ile uzaktan aktüasyonu gerçekleştirmektedirler. Renkli SMP 'lerdeki sıcaklık değişikliklerini deneysel olarak inceleyerek farklı renkler arasında net bir fark gözlemlemişlerdir. Ayrıca, çok renkli kompozitlerdeki yapısal değişiklikleri teorik olarak modellemek için simülasyonlar ve analitik hesaplamalar sunmaktadırlar. Son olarak, çok renkli menteşeli bir yapıyı ele alıp ışığın rengini ve aydınlatma süresini değiştirerek çok adımlı çalıştırmayı göstermektedirler. 4D baskı, önceden tasarlanmış tepkilere sahip karmaşık, çok renkli geometrileri mümkün kılabilir. Ayrıca, SMP 'ler, sadece termomekanik programlamayı tekrar gerçekleştirerek çok kez yeniden kullanılabilir. Bu nedenle, çok renkli SMP kompozitlerinin ışıkla indüklenen yapısal değişiklikler için benzersiz avantajları olduğu sonucuna varılmıştır. Sonuç olarak yaptıkları çalışma çok renkli SMP 'lerin çeşitli yapısal değişiklikleri ve bunları uzaktan çalıştırmak için umut verici olduğunu göstermektedir (Jeong ve ark., 2020).

Guo ve ark. (2019), yaptıkları çalışmada şekil hafızalı polimerlerin (SMP'ler) iyileşme süresini geliştirmek amacıyla tasarlanmış monolitik nanokompozit aerogeller ele alınmıştır. Bu nanokompozit aerogeller, iki sürekli grafen ve SMP ağlarından oluşmaktadır ve hızlı bir enerji dönüşüm ızgarası olarak işlev görmek üzere ultra ince polikaprolakton nanofilmlerle entegre edilmiştir (ayarlanabilir 2,5–60 nm). Gerilebilir grafen çerçevesinin bu entegrasyonu, SMP'lerin elektriksel stimülasyon altında hızlı bir faz değişimine olanak tanımaktadır, bu da SMP'lerin iyileşme süresini referans şekil hafızalı alaşımlar (SMA'lar) ile karşılaştırılabilir bir seviyeye (50 ms) kadar hızlandırmaktadır. Grafen-SMP nanokompozit aerogeller, yoğunluğu  $\sim 10 \text{ mg cm}^{-3}$

olan, hızlı tepki ( $175 \pm 40 \text{ mm s}^{-1}$ ), büyük deformasyon ( $\sim\%100$ ) ve geniş bir yanıt bant genişliği (0,1–20 Hz) gösteren çok yönlü malzemelerdir. Bu nanokompozit aerojellerin ultra hızlı tepkisi, hassas sigortalar, mikro osilatörler, yapay kaslar, aktüatörler ve yumuşak robotlar gibi birçok uygulama alanında kullanılabilir. İki sürekli ultra hafif aerojelin tasarımı, çok işlevli ve çok duyarlı hibrit malzemeler ve cihazlar üretmek için genişletilebilir bir potansiyel sunmaktadır (Guo ve ark., 2019).

Kamyab ve ark. (2021) Polikaprolakton (PCL) ve polipropilen karbonat (PPC) temelli nanokompozit karışımların, Glisidilisobutil-fonksiyonlu çok yüzlü oligomerik silseskiviyoksan (G-POSS) nanoparçacıklarla güçlendirilmiş yeni bir malzemenin morfolojik, mekanik, dinamik-mekanik ve şekil hafıza özelliklerini incelemiştir. Karışımların taramalı elektron mikroskopu görüntüleri, belirgin alanlara sahip damla-matris morfolojisini ortaya koymaktadır; özellikle artan PPC içeriği, PCC damlacıklarının sayısını ve boyutunu artırmaktadır. Nanoparçacıkların karışımlara katılması, morfolojiyi birbirine karışan bir yapıya dönüştürmüş ve dolayısıyla mekanik ve şekil hafıza özelliklerini iyileştirmiştir. Nanoparçacıkların dağılımı, daha yüksek PPC içeriğine sahip örnekler için bile %5 'e kadar olan nanoparça içeriği için homojen kalmıştır. Şekil hafıza analizi sonuçları, şekil hafıza özelliklerinin polimerlerin karışım oranına ve nanoparçacık içeriğine büyük ölçüde bağlı olduğunu göstermektedir. Ayrıca, nanoparçacıkların eklenmesi belirgin bir iyileşme süresinde önemli bir azalmaya neden olmuştur. Son olarak, PCL/PPC oranı 20/80 ve %5 G-POSS içeriğine sahip bir kompozisyon, optimum şekil hafıza özelliklerine sahip örnek olarak önerilmiştir. Bu örneğin,  $T_g = 35 \text{ }^\circ\text{C}$ , sabitlik oranı = % 98, geri kazanma oranı = %95 ve dikkat çekici 17 saniyelik iyileşme süresi gibi özelliklere sahip olduğu görülmektedir. Ayrıca, bu karışımın 772 MPa 'lık elastik modül, 85.2 MPa 'lık çekme dayanımı ve %450 'lik kopma uzamasına sahip olması, özellikle biyomedikal alanında farklı uygulamalar için yüksek potansiyele sahip olduğunu göstermektedir (Kamyab ve ark., 2021).

Ponyrko ve ark. (2016), çalışmalarında yüksek performanslı şekil hafıza (SM) epoksi-silika nanokompozitlerin sentezinden bahsedilmektedir. İlgili SM polimerinin yapısı, yapı, mekanik özellikler ve SM performansı arasındaki belirlenen ilişkilere dayanarak tasarlanmıştır. Yüksek performanslı sistemlerin kritik bir SM özelliği olan iyileşme gerilmesi, malzemenin dayanıklılığı tarafından kontrol edilmekte; SM performansının verimliliği ise polimerin morfolojik homojenliği, viskoelastik davranışı ve SM prosedürünün deneysel koşulları tarafından kontrol edilmektedir.

Nanokompozitler, epoksi matrisinde nanosilika oluşturularak hazırlanmıştır. Sulu olmayan bir sol–jel prosedürü uygulanmış ve sentezde morfoloji ve mekanik özellikleri kontrol eden çok fonksiyonlu bir ajan olarak iyonik sıvı (IL) kullanılmıştır. Nanosilika, IL, epoksi ağındaki çapraz bağ yoğunluğu, fiziksel çapraz bağlanma ve bimodal ağ konseptinin SM performansına etkisi değerlendirilmiş ve tartışılmıştır. İlgili ilişkiler ve yapısal etkilerin bilgisine dayanarak, yüksek iyileşme gerilmesi ( $\sigma_r = 3.9$  MPa) veya yüksek deformabilite ( $\epsilon_b = \%103$ ) gösteren SM nanokompoziti sentezlenmiştir. Yaptıkları bu çalışma, polimerlerin SM davranışının daha iyi anlaşılmasına katkıda bulunmuştur. Ponyrko ve ark. (2016), yaptıkları şekil hafızası özelliklerini incelerken kullandıkları parametreleri (Şekil sabitleme, iyileşme stresi (kısıtlı modda) ve iyileşme oranı ve iyileşme miktarı (kısıtlı olmayan modda) adımlar halinde aşağıdaki gibi anlatmışlardır:

**Gerilme gevşemesi:** Gerilme gevşemesi,  $T_d = 100$  °C 'de  $\lambda = 1.07$  geriniminde geçici gerilme gevşeme modu ile ölçülmüştür.

**Şekil Sabitleme:** Şekil sabitleme, sıcaklık aralığında ( $T = 25–100$  °C)  $T_s = 25$  °C ayar sıcaklığı, geçiş sıcaklığı  $T_{trans} = T_g$  ve deformasyon sıcaklığı  $T_d = 100$  °C veya  $T_d = 120$  °C (bimodal ağlar için) ile takip edildi. Şekil sabitleme, uzatma (lineer) ve bükülme modlarında ölçülmüştür. Numune, ısıtılarak deformasyon sıcaklığında  $l_d$  uzunluğuna veya  $\theta_d = 90^\circ$  açısına şekillendirildi. Ardından, şekillendirilmiş numune hızlı bir şekilde ayar sıcaklığına soğutuldu ve 6 ay boyunca  $T_s = 25$  °C'de bekletildi. Zaman içinde uzunluk ve açı değişikliği kaydedildi. Şekil sabitleme,  $R_f = 1 - [(l_d - l_f)/l_d] \times 100\%$  formülü ile değerlendirildi, burada  $l_d$  ve  $l_f$  sırasıyla deformasyon sıcaklığında ve 6 ay sonra donmuş durumda uzunluklardır.

**Şekil İyileşmesi:**  $T_d$  'ye kadar ısıtarak değerlendirildi ve lineer modda  $R_r = [1 - (l_r - l_0)/l_0] \times \%100$  formülü ile hesaplanır, burada  $l_0$  başlangıçta şekillenmemiş uzunluktur ve  $l_r$  iyileşen uzunluktur.

**Şekil İyileşme Oranı:** Şekil iyileşme oranı, bükülme modunda şekillendirilmiş numunenin zaman içindeki açı değişikliği ile değerlendirildi.

**Kısıtlı İyileşme – İyileşme Gerilmesi ( $\sigma_r$ ):** İyileşme gerilmesi  $\sigma_r$ , bir ARES G2 cihazı kullanılarak ölçülmüştür. Dikdörtgen şeklindeki numune, deformasyon sıcaklığı  $T_d$  'ye kadar ısıtılarak önce belirlenen kopma gerilmesinin  $\%60$  'ına ( $\lambda_d = 0.6\lambda_b$ ) kadar uzatılmıştır. Numune daha sonra belirtilen bir hızda (0.06mm dakika başına)  $10$  °C dakika başına soğutulmuş ve yükü korurken 10 dakika boyunca tamamen dondurulmuş ve gerilme numune içinde saklanmıştır. Yükten sonra numune kısıtlı iyileşme için

sabitlenmiş, uzunluk sabit tutulmuş ve deformasyon sıcaklığına kadar ısıtılmıştır. Isıtma tarafından tetiklenen iyileşme gerilmesi kaydedilmiştir.

SM özellikleri, Çizelge 2.1 'de gösterildiği gibi mükemmel şekil sabitliği ve geri kazanım sergileyen tipik epoksi sistemlerine karşılık gelir.

**Şekil Sabitleme:** Tüm sistemler, ATBN içeren bimodal ağları istisna olmak üzere, 6 ayın sonunda %100 şekil sabitleme sergiler.  $R_f$  (şekil sabitleme) değeri, ayarlama sıcaklığındaki modül  $G_s$  'ye bağlıdır.  $G_s < 500$  MPa gösteren polimerlerde (bimodal ağlar için geçerli olan durum), şekil sabitlemede bir azalma meydana gelir (Tablo S1'e bakınız). Düşük bir modül olan  $G_s = 240$  MPa 'ya sahip DGEBA–A(0.3)–E(0.2)–L(0.5) bimodal ağında ve buna karşılık gelen %5 nanosilika içeren nanokompozitte (T14),  $R_f$  sırasıyla %86 ve %95 olarak belirlenmiştir,  $G_s = 450$  MPa 'dır.

**Şekil toparlanması:** SMP 'ler, kısıtlanmamış koşullar altında neredeyse tam şekil (doğrusal) iyileşme gösterir. Güçlü fiziksel etkileşimler ve homojen olmayan sistemlerde geri dönüşü olmayan bir deformasyona bağlı olarak şekil geri kazanımında küçük bir azalma gözlemlendi. Bu, esas olarak bimodal ağlarda ve çözülme geçiren uzun asılı zincirlere sahip ağlarda yüksek nanosilika miktarına sahip nanokompozitlerin durumudur. İyonik sıvı (IL), nanokompoziti homojenleştirir ve böylece, %99.7 gibi mükemmel bir geri kazanım ile sonuçlanan bu şekil geri kazanımının azalmasını önler.

**Toparlanma oranı:** Şekil iyileşmesi 15-30 s içinde tamamlanır. Bu aralıktaki hafif yavaşlama, daha az homojen sistemlerde daha düşük bir geri kazanım hızı hakkında genel bilgi ile uyumlu olarak silika içeren nanokompozitlerde gözlemlendi.

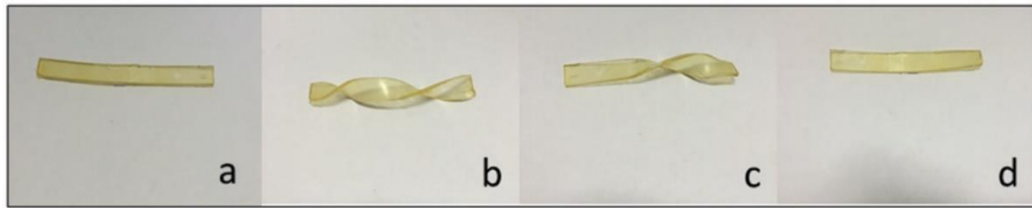
Çizelge 2.1. Epoksi SMP'lerin şekil sabitliği  $R_f$  ve geri kazanım  $R_r$  'si (Ponyrko ve ark., 2016)

SMP system	$R_f$ , %	$R_r$ , %
DGEBA-D400	100	99.95
DGEBA-D400-T(14)	100	99.5
DGEBA-D400-T(40)	100	98.2
DGEBA-D400-T(14)-C4BF4	100	99.7
DGEBA-D230-M600(0.1)	100	98.9
DGEBA-D230-M1000(0.1)	100	98.7
DGEBA-A(0.3)-E(0.2)-L(0.5)	86	99.9
DGEBA-A(0.3)-E(0.2)-L(0.5)-T(14)	95	97.9

Malzeme yapısal özelliklerine ek olarak, SM prosedürünün deneysel koşulları da SM performansını etkileyebilir. Teknik koşullar, deformasyon hızı ve kapsamını,

deformasyondaki sıcaklığı, soğutma/ısıtma işlemlerinin hızını, bir numunenin geometrisini (boyutunu) vb. içerir.

Ponyrko ve ark. (2016), farklı sıcaklıklarda kontrol edilebilen çift şekil hafıza malzemesini hazırlamışlardır. Şekil 2.6 'daki numune, farklı  $T_g$  'ye sahip ağırları içeren iki farklı yapının yarısından oluşmaktadır. Sol taraftaki kısım, DGEBA–D400 ağına dayalı malzemeyi içerirken, sağ taraftaki kısım DGEBA–D230 ağına içermektedir. Dar orta arayüz, her iki kısımdaki reaksiyon karışımlarının karışmasından kaynaklanan karışık bir tiptedir. İki kısmın şekil iyileşmesi sırasıyla  $T_1 = 60 \text{ }^\circ\text{C}$  ve  $T_2 = 110 \text{ }^\circ\text{C}$  'ye kadar ısıtılarak tetiklenir (bkz. Şekil 2.6.).  $T_{s1} = 25 \text{ }^\circ\text{C}$  ve  $T_{s2} = 60 \text{ }^\circ\text{C}$  'nin her iki sıcaklığın da ayarlama sıcaklığı olarak kullanılabileceğini göstermektedir. Ancak,  $60 \text{ }^\circ\text{C}$  'deki depolama modülü düşüktür,  $G_s(60 \text{ }^\circ\text{C}) = 300 \text{ MPa}$ , bu da ikinci sağ taraftaki kısım için zayıf bir şekil sabitlemesine yol açar, sadece 10 gün sonra %82 'dir.



Şekil 2.6. Epoksi-silika nanokompozit DGEBA-D230/D400–T(14)–C10BF<sub>4</sub>'ün Dual SM etkisi: (a) başlangıç şekli, (b) 110 °C'ye kadar ısıtma, deforme olma ve  $T_s$ 'ye soğutulma, (c) 60 °C'ye kadar ısıtma ve (d) 110 °C'ye kadar ısıtma (Liu ve ark., 2016).

Liu ve ark. 2016, bisfenol A'nın diglisidil eteri (DGEBA) E51/metilhekzahidroftalik anhidrit (MHHPA)/çoklu duvarlı karbon nanotüp (MWCNT) temelli bir dizi şekil hafıza nanokompozitini tanımlamışlardır. Farklı stoikiyometrik oranlara ( $r_s$ ) sahip DGEBA/MHHPA (0.5 ila 1.2) ve dolgu içeriklerine (ağırlıkça %0.25 ve %0.75) sahip bu nanokompozitler, morfoloji, polimerleşme kinetiği, faz geçişi, mekanik özellikler, termal iletkenlik ve şekil hafıza davranışları açısından sistematik bir şekilde araştırmışlardır. Hazırlanan malzemeler geniş bir camsı geçiş sıcaklığı ( $T_g$ ) aralığına sahiptir (yaklaşık 65-140 °C), oda sıcaklığında yüksek elastiklik modülü ( $E$ ) değerine (yaklaşık 3.0 GPa 'ya kadar), yüksek maksimum gerilme ( $\sigma_m$ ) değerine (yaklaşık 30 MPa'ya kadar), yüksek kırılma gerilmesine ( $\epsilon_b$ ) (%10 'un üzerinde) ve hızlı bir iyileşme süresine (32 saniye). Sonuç olarak çok az miktarda MWCNT dolgusunun (ağırlıkça %0.75),  $T_g$  'ye yakın sıcaklıklarda tüm üç temel mekanik özelliği ( $E$ ,  $\sigma_m$  ve  $\epsilon_b$ ), iyileşme hızını ve şekil hafıza döngülerinin tekrarlanabilirliğini önemli ölçüde artırabileceğini göstermişlerdir. Bu

dikkate değer avantajların, malzemeleri havacılık ve diğer önemli alanlardaki uygulamalar için iyi adaylar haline getirdiğini söylemişlerdir (Liu ve ark., 2016).

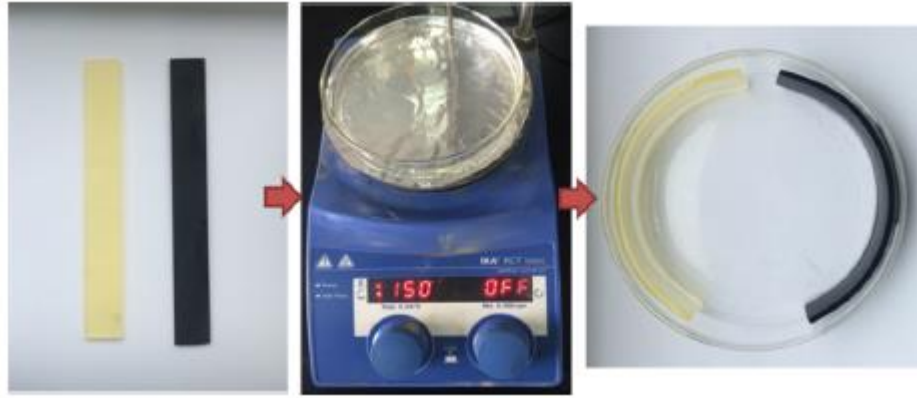
**Şekil Hafıza Etkisi (SME) Analizi.** Şekil hafızalı elastomer polimeri (SMEP) ve bu polimerin nanokompozit malzemesinin (SMEP nanokompoziti) şekil hafıza davranışının, Dinamik Mekanik Termal Analiz (DMTA) cihazında tek kırıli ve kuvvet kontrol modunda değerlendirildiğini açıklar. Süreç dört adıma ayrılmıştır. İlk adımda, numunenin  $T_g$ 'sinin yaklaşık 10 °C üzerinde belirli bir miktarda gerilme ( $\sigma$ ) yüklenir ve  $\epsilon$  (deformasyon) yaklaşık %10 'a ulaşır. İkinci adımda, numune yük altında 5.0 K  $\text{dak}^{-1}$  hızla soğutulur ve yük altında 20.0 °C 'ye kadar çözülür. Üçüncü adımda,  $\sigma$ , 5 dakika içinde düzenli bir hızda boşaltılır. Son adımda, numune, şekil deformasyonun tamamen iyileşmesi için  $T_g$ 'sinin yaklaşık 20 °C üzerinde 3.0 K  $\text{dak}^{-1}$  hızla ısıtılır.  $R_f$  ve  $R_r$  'ler aşağıda belirtilen formüllere göre hesaplanmıştır (Liu ve ark., 2016).

$$R_f = \frac{\epsilon_{fix}}{\epsilon_{load}} * 100 \quad (2.1)$$

$$R_r = \frac{(\epsilon_{fix} - \epsilon_{rec})}{\epsilon_{fix}} * 100 \quad (2.2)$$

burada  $\epsilon_{load}$ ,  $\epsilon_{fix}$  ve  $\epsilon_{rec}$  yük altında maksimum  $\epsilon$ , sırasıyla soğutma ve yük kaldırmadan sonra sabit  $\epsilon$  ve toparlanmadan sonra  $\epsilon$  'dir.

Şekil iyileşme hızını ve SMEP ile SMEP nanokompozit malzemelerin döngü etkisini incelemek için, Şekil 2.7 'de gösterildiği gibi bir katlama-açma şekil hafıza testi gerçekleştirildi. Yaklaşık  $80 \times 10 \times 1 \text{ mm}^3$  boyutlarında iki dikdörtgen örnek, oda sıcaklığından (yaklaşık 25.0 °C) başlayarak  $T_g$  'sinin yaklaşık 10 °C üzerine kadar ısıtıldı ve şekil değişikliği için deforme edildi. Örnekler daha sonra, çapı yaklaşık 65 mm olan bir silindirik cam kabın iç kenarına boyunca büküldü. Deformasyondan sonra, örnekler cam kabın içinde hava ile soğutularak oda sıcaklığına (yaklaşık 25.0 °C) geri getirildi. Şekil iyileştirmek için bükülmüş örnekler, önceki deformasyon sıcaklığına yaklaşık 10 °C daha yüksek olan bir sıcaklıkta (deforme sıcaklığıyla aynı) bir yağ banyosuna geri kondu ve iyileşme süreci bir kamera tarafından kaydedildi (Liu ve ark., 2016).



Şekil 2.7. Bir SMEP numunesi (sarı) ve bir SMEP nanokompozit numunesi (siyah) için katlamalı yerleştirme şekil hafızası testini gösteren fotoğraflar: orijinal şekil (solda), bir fırında 150 °C 'de yağ banyosu (orta) ve geçici şekil (sağ) (Liu ve ark., 2016)

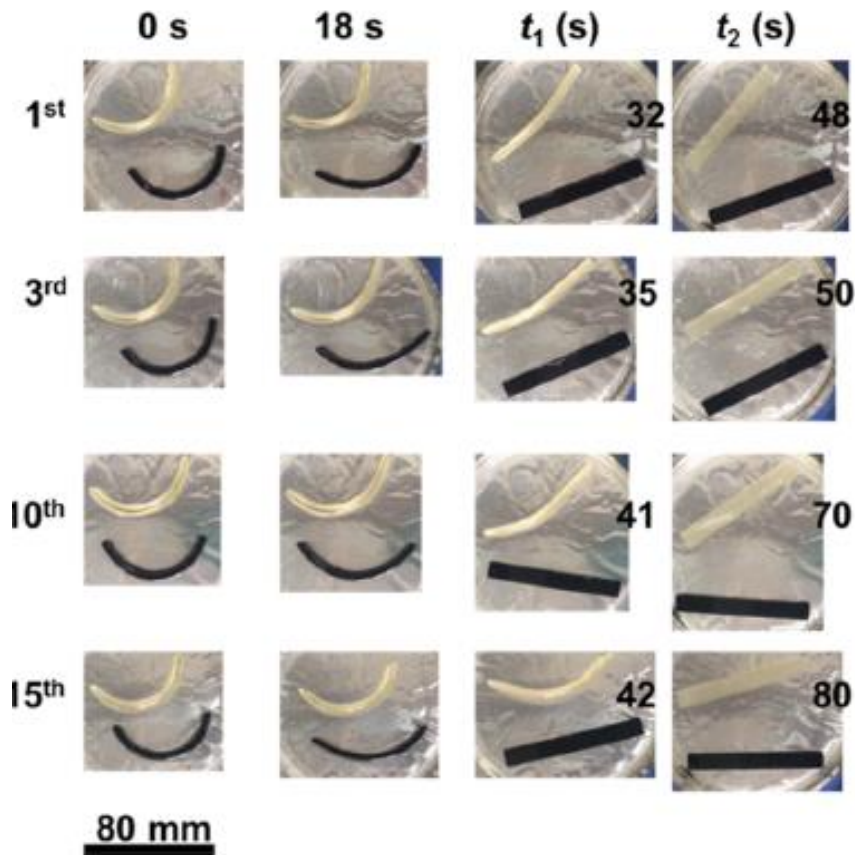
Bükülme ve basma modunda şekil iyileştirme testleri, şekil hafıza performansını test etmek ve sergilemek amacıyla gerçekleştirildi. Yaklaşık  $85 \times 5 \times 2 \text{ mm}^3$  boyutlarında üç dikdörtgen örnek, yaklaşık 25.0 °C oda sıcaklığından başlayarak bir yağ banyosunda 150 °C 'ye kadar ısıtıldı. Daha sonra örnekler, maşa yardımıyla "S", "M" ve "P" şekillerine büküldü. Yaklaşık  $10 \times 10 \times 4 \text{ mm}^3$  boyutlarında üç dikdörtgen örnek ve yaklaşık  $10 \times 20 \times 4 \text{ mm}^3$  boyutlarında iki dikdörtgen örnek, 25.0 °C odasından başlayarak bir termo pres içinde yaklaşık 0.1 MPa basınç altında 150 °C 'ye kadar ısıtıldı. Şekil iyileştirmek için, bükülmüş ve sıkıştırılmış örnekler buhar banyosuna yaklaşık 150 °C 'de kondu ve iyileşme süreci bir kamera tarafından kaydedildi (Liu ve ark., 2016).

Çizelge 2.2 'de gösterildiği gibi, tüm SMEP ve SMEP nanokompozit malzemelerinin  $R_f$  değeri, stoikiyometrik oran ( $r_s$ ) ve dolgu içeriği arttıkça hafifçe artarak 96.5% 'in üzerinde yüksek bir değerde kalır. Aynı şekilde, tüm SMEP ve SMEP nanokompozit malzemelerinin  $R_r$  değeri de 83.7%'in üzerinde yüksek bir değeri korur ve  $r_s$  arttıkça önemli ölçüde artar, ancak dolgu içeriği arttıkça önemli ölçüde azalır. Bu sonuçlar,  $r_s$  arttıkça artan çapraz bağlanma derecesi ve dolgu içeriği arttıkça azalan segmentel hareketlilikle açıklanabilir. (Liu ve ark., 2016).

Çizelge 2.2. Şekil 2.8 'de Ölçülen SMEP ve SMEP Nanokompozit Malzemelerin  $R_f$  ve  $R_r$  değerleri (Liu ve ark., 2016).

	Numuneler					
	0.5EP	0.5EP-%0.25	0.5EP-%0.75	1.0EP	1.0EP-%0.25	1.0EP-%0.75
$R_f$ (%)	96.5	96.7	97.6	97.9	98.1	98.0
$R_r$ (%)	86.7	87.6	83.7	96.4	92.1	91.4

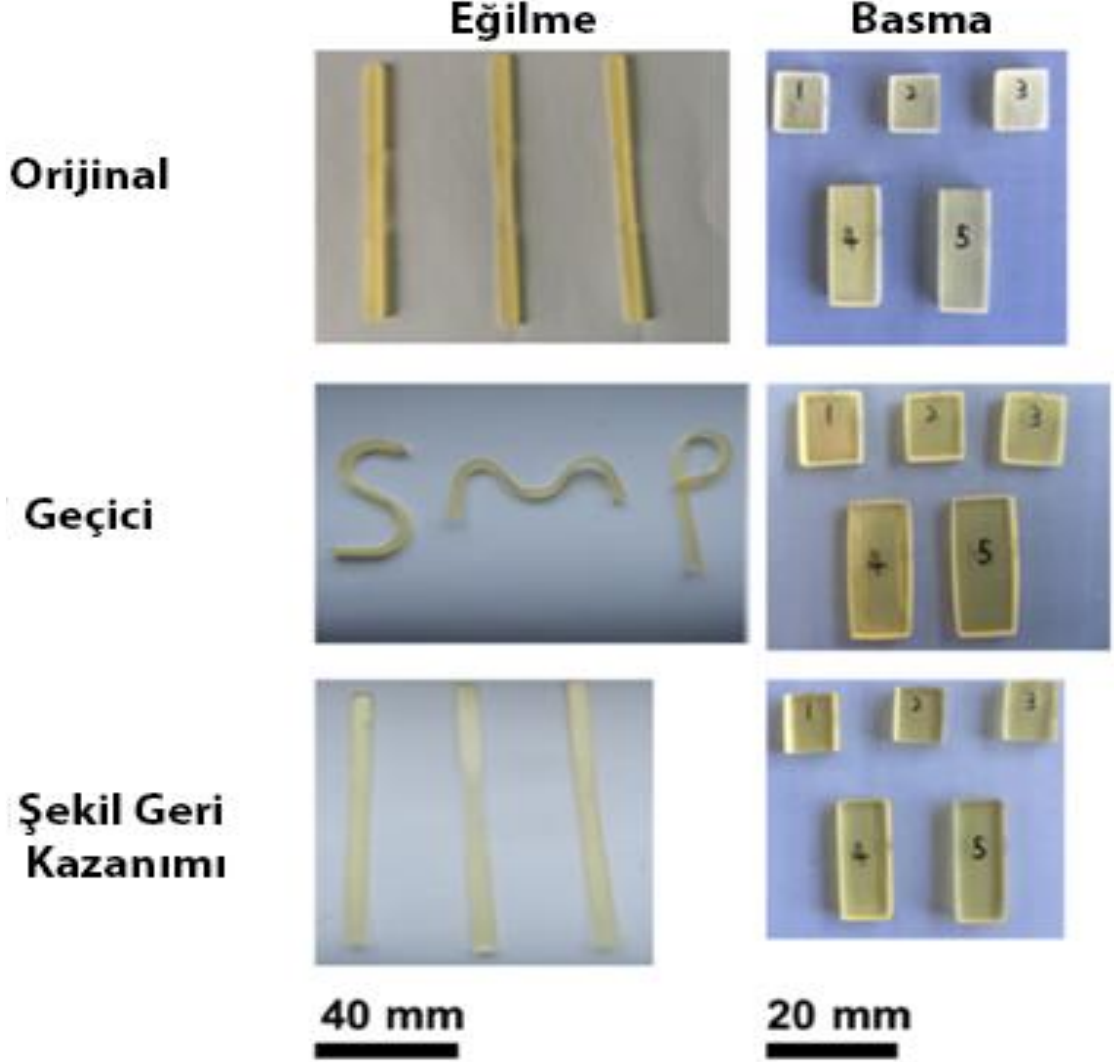
Şekil 2.8. farklı döngü sürelerinden sonra 1.0EP ve 1.0EP-0.75 'in şekil hafıza davranışlarını göstermektedir. Şekil 11b'de gösterildiği gibi, önceki örneğin daha yüksek  $\lambda$  'sı nedeniyle 150 °C 'de her tekrar için 1.0EP-0.75 'lik şekil geri kazanımı her zaman 1.0EP'den çok daha hızlıdır. Ayrıca, döngünün ilerlemesiyle, 1.0EP-0.75 'lik şekil geri kazanımı sadece biraz yavaşlarken 1.0EP'ninki keskin bir şekilde yavaşlar, bu da MWCNT dolgu maddelerinin katkısı nedeniyle birincinin daha yüksek mekanik stabiliteye sahip olduğu anlamına gelir. 15. tekrar için, 1.0EP-0.75 'in geri kazanımı 1.0EP'ninkinden neredeyse iki kat daha hızlıdır (Liu ve ark., 2016).



Şekil 2.8. Çeşitli tekrar süreleri için 1.0EP (sarı) ve 1.0EP-%0.75 (siyah) numunelerin şekil kurtarma sürecini gösteren fotoğraflar.  $t_1$  ve  $t_2$ , sırasıyla 1.0EP-0.75 ve 1.0EP 'nin tamamen geri kazanılması için gereken sürelerdir. 1., 3., 10. ve 15. şekil hafızası döngü numaralarıdır (Liu ve ark., 2016).

Şekil 2.9. farklı modlarda deforme olmuş 1.0EP 'nin şekil hafıza döngüsünü göstermektedir. Hem bükme hem de sıkıştırma modlarının iyi şekil hafıza döngüleri yapabildikleri görülebilir. Kuşkusuz bu özellikler, SMEP ve SMEP nanokompozit malzemelerin çeşitli alanlarda uygulanması için faydalıdır. Bu çalışmada hazırlanan SMEP nanokompozit malzemeler, epoksi matris ve MWCNT dolguların kombinasyonu

ile üretilen yüksek mukavemetleri, yüksek deforme olabilirlikleri ve yüksek termal ve elektriksel iletkenlikleri nedeniyle uzay bileşenlerinin konuşlandırılabilir yapılarında kafes bum veya menteşe olarak havacılıkta kullanılabilir (Liu ve ark., 2016).



Şekil 2.9. Farklı modlarda deforme olmuş 1.0EP'nin şekil hafıza döngüsünü gösteren fotoğraflar (Liu ve ark., 2016).

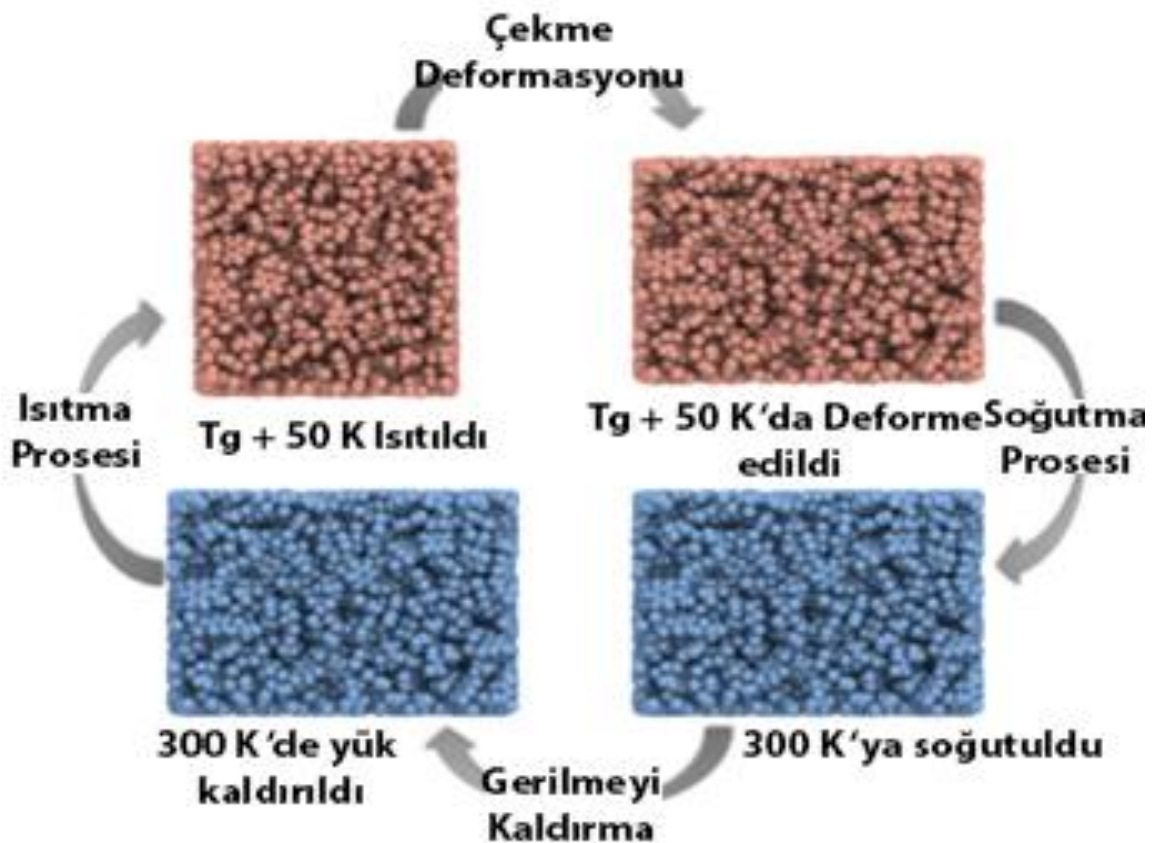
Jian ve ark. (2021), mükemmel termo-mekanik performans elde etmek için karbon nanotüp (CNT) kullanımının epoksi matris için bir güçlendirme olarak nasıl değerlendirildiğini ve CNT-epoksi nanokompozitlerdeki mekanik özelliklerin ve şekil hafızası etkisinin nasıl iyileştirildiğini inceleyen bir çalışmadan bahsetmektedir. İki temsilci sistem, saf epoksi ve CNT takviyeli epoksi nanokompozit, oluşturulmuş ve yoğunluk ve camsı geçiş sıcaklığı gibi fiziksel özellikler belirlenmiştir. Seçilen sıcaklık aralığı içinde çekme yükü uygulanarak mekanik özellikler ve şekil hafızası davranışları karakterize edilmiştir. Segmental dinamikler, deformasyon süreci sırasında epoksi

zincirlerinin nasıl etkinleştirildiğini ve değiştirildiğini incelemek için yakalanmıştır. Ayrıca, şekil iyileştirme özelliklerini incelemek için iyileşme sürecindeki serbest hacim izlenmiştir. Sonuçlar, CNT 'nin epoksi nanokompozitlerin mekanik özellikleri ve şekil hafızası etkisi üzerindeki güçlendirme mekanizmasının daha iyi anlaşılmasını sağlamıştır. Bu durum, şekil hafızalı epoksi nanokompozitlerin temel bilgisini zenginleştirmeye ve şekil hafızalı malzemelerin tasarımına ışık tutmaya yardımcı olmuştur.

İki sistemin şekil hafızalı davranışlarını araştırmak için termomekanik bir çevrim uygulanır (Yang ve ark., 2016). Termomekanik çevrim 4 adımı içerir: (1)  $T_g$  'nin üzerindeki sıcaklıkta tek eksenli bir çekme yüklemesi gerçekleştirilir; (2) çekme deformasyonu korunarak  $T_g$  'den daha düşük sıcaklığa bir soğutma işlemi gerçekleştirilir; (3) sıcaklığın  $T_g$  'nin altında tutulduğu bir gerilme giderme adımı uygulanır; (4) şekil geri kazanımını gözlemek için bir yeniden ısıtma adımı gerçekleştirilir. Simülasyonda, termo-mekanik döngü Şekil 2.10. 'da gösterildiği gibi ele alınmaktadır. İlk adımda, gevşemiş sistemler  $T_g$  'nin üzerindeki sıcaklığa ısıtılır ve daha sonra z yönü boyunca 0,3 gerilim ile tek eksenli olarak gerilir. Bu deforme olmuş gerilme altında, zincir uzaması ve zincirin kaymasını içeren zincir hareketleri açıkça görülmektedir. Hem şekil sabitliğini hem de geri kazanmayı içeren şekil hafızası davranışları deneysel gözlemlerle tutarlıdır. Deforme olmuş yapılar, dengelenmiş durumları elde etmek için 5 ns gevşemeye tabi tutulur. İkinci olarak, sistemler  $5 \times 10^{10}$  K/s soğutma hızıyla NVT (sabit tanecik sayısı N, sabit hacim V, sabit sıcaklık T) grubunda 300 K sıcaklığa soğutulur. Dahili gerilme, NPT (sabit tanecik sayısı N, sabit basınç P, sabit sıcaklık T) grubundaki sistemlerin 5 ns için dengelenmesiyle daha sonra serbest bırakılır. Sistemler son olarak, geri kazanım davranışı için  $T_g$  'nin üzerindeki orijinal sıcaklığa ısıtılır. Döngüdeki gerilimlerin değişiklikleri kaydedilir ve segmental dinamikler de şekil hafızası yanıtları için analiz edilir. Şekil hafızalı polimerlerin, geleneksel MD simülasyonlarındaki zaman ölçeğinden daha büyük olan deneysel zaman ölçeğinde toparlanması genellikle saniyeler alır. Zaman sınırlamasını aşmak için serbest enerji bölgesinin örnekleme yapısını artırabilen metadinamik yaklaşım uygulanmıştır. Metadinamik yaklaşımında, hata potansiyeli, seçilen serbestlik derecelerine sistemin Hamiltonian'ına eklenir. Sistem, metadinamik simülasyonu sırasında en yakın dengelenmiş yapıya doğru evrilir. Bu çalışmada, sistemlerin iki ucu arasındaki atomlar arasındaki mesafe, kolektif değişken olarak seçilmiştir çünkü bu mesafe, şekil hafıza polimer sistemlerinin iyileşme durumunu yansıtmaktadır. Yapısal evrim için geçen süre, geçiş durumu teorisi (Vineyard, 1957) kullanılarak tanımlanmıştır:

$$t = [\nu_0 \left( -\frac{\Delta E}{k_B T} \right)]^{-1} \quad (2.3)$$

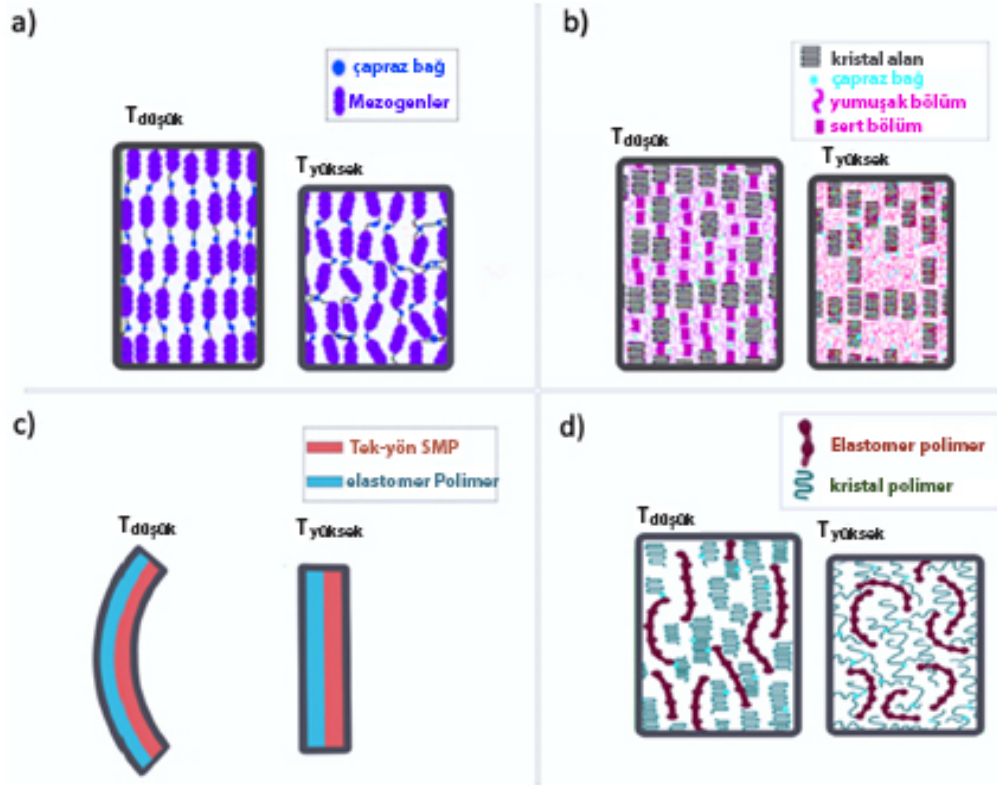
burada  $\Delta E$ , başlangıç durumu ile en yüksek enerjili durum arasındaki enerji bariyeridir,  $\nu_0$  genellikle 10 THz olarak alınan karakteristik frekans faktörüdür,  $k_B$  Boltzmann sabitidir ve  $T$  sıcaklıktır. Ek olarak, serbest hacim, şekil hafıza özellikleri ile ilgili olan segmentlerin gevşemesi için itici güçtür. Bu nedenle, şekil kurtarma işlemi sırasında moleküler boyuttaki serbest hacim izlenir (Jian ve ark., 2021).



Şekil 2.10. Şekil hafıza etkisini ortaya çıkarmak için MD simülasyonlarında termomekanik döngünün şematik diyagramı (Jian ve ark., 2021)

Nispeten yeni bir akıllı malzeme sınıfı olarak şekil hafızalı polimerler (SMP 'ler), akademik araştırmalarda ve endüstriyel gelişmelerde (örneğin biyomedikal mühendisliği, havacılık, robotik, otomotiv endüstrileri ve akıllı tekstiller) artan bir ilgi görmüştür. Zare ve ark. (2021), şekil hafızalı polimerleri (SMP 'ler) ele almakta olup, bu polimerlerin mikro-/nanokarakteristiklerle donatılmasının biyomedikal uygulamalarda artan performans sağlamak adına elektro-eğirme tekniğini nasıl kullanabileceğini açıklamaktadırlar. SMP 'ler, dış uyarılara maruz kaldıklarında şekil, sertlik, boyut ve yapılarını değiştirebilen, görece yeni bir akıllı malzeme sınıfını temsil etmektedir.

Elektro-eğirme tekniği, SMP 'lere biyomedikal uygulamalarda gelişmiş performans sağlamak için mikro-/nanofibrous özellikler kazandırabilir. Dinamik olarak değişen mikro-/nanofiberli yapılar, hücre davranışlarını düzenleme ve ECM 'nin dinamik özelliklerini taklit etme amacıyla yaygın bir şekilde araştırılmıştır. Elektro-eğirme ile geliştirilen çekirdek-kabuk lifler gibi yapılar, ilaç taşıyıcıları ve yapay kan damarları gibi uygulamalarda potansiyel kullanıma sahiptir. Mikro-/nanoyapılı SMP liflerin klinik uygulamaları, doku rejenerasyonu, hücre davranışlarını düzenleme, hücre büyüme şablonları ve yara iyileşmesi gibi alanları içermektedir. Bu derleme, SMP 'lerin moleküler mimarisini, elektro-eğirme tekniklerindeki son gelişmeleri, SMP mikro-/nanoliflerin üretimi için biyomedikal uygulamaları ve dinamik biyomalzeme yapıları sunan gelecekteki perspektifleri ele almaktadır (Zare ve ark., 2021).



Şekil 2.11. Termal olarak indüklenen iki yönlü SMP 'ler için stratejilerin şeması: (a) sıvı kristal elastomer; (b) yarı kristal ağ; (c) polimerik kompozit ağ, (d) iç içe geçen ağ (Zare ve ark., 2021).

Şekil 2.11.' de tek yönlü yönlendirilmiş SMP malzemeler ile elastomer malzemelerin birleştirilerek oluşturulduğu şekil hafızası davranışları gösterilmektedir. Çizelge 2.3. 'te Şekil hafızası testlerinin yapıldığı malzemeler, şekil hafızası için uyarım sıcaklıkları ve uyarılma yöntemleri gösterilmektedir.

Çizelge 2.3. Biyomedikal uygulamalar için SMP lifli yapılar üzerine yapılan son çalışmaların bir özeti.

SMP Bileşenleri	Sıcaklık (°C)	Üretim Metodu	Uygulamaları	Araştırma Takımı
Poli (ε-kaprolakton) Polidimetilsiloksan	37	Basit elektro-eğirme	Tıbbi daralan boru ve tel	Hsieh ve ark., 2020
Poliüretan Hidroksiapatit	50	Basit elektro-eğirme	Doku Mühendisliği	Nahavandizadeh ve ark., 2020
Poliüretan	65	Basit elektro-eğirme	Aktüatör	Guan ve ark., 2020
Polilaktik Asit Selüloz Nanokristal	57.1	Basit elektro-eğirme	Biyolojik temel membranlar	Peng ve ark., 2019
Poli (ε -kaprolakton) Epoksi	42	Elektro-eğirme + UV ışınlaması	Doku Mühendisliği	Iregui ve ark., 2019
Poli (ε -kaprolakton) Poliäten oksit	39	Basit elektro-eğirme	Doku Mühendisliği	Zare ve ark., 2019
Poli (ε -kaprolakton)	37	Basit elektro-eğirme	Hücre davranışını düzenleme	Niiyama ve ark., 2019
Poli (laktik asit)	40	Basit elektro-eğirme	Doku Mühendisliği	Leonés ve ark., 2019
Poli (laktik asit) Poli (vinil asetat)	38-41	Çift elektro-eğirme	Kemik doku mühendisliği	Sabzi ve ark., 2019
Poli (ε -kaprolakton) Kil montmorillonit Epoksi	40	Basit elektro-eğirme	Doku Mühendisliği	Dong ve ark., 2018
Poli (laktik asit)	70	Basit elektro-eğirme	Sensörler ve aktüatörler	Zhang ve ark., 2018
Poli (laktik asit)	Elektrik	Koaksiyal elektro-eğirme	Aktüatör	Zhang ve ark., 2018
Poli (vinil alkol) Polieter blok amid Elastomer	85	Basit elektro-eğirme	Sensörler ve aktüatörler	Shirole ve ark., 2016
Poli (ε -kaprolakton) Epoksi	63.8	Basit elektro-eğirme	Kendi kendini iyileştirme yeteneği	Yao ve ark., 2015
Poli (ε -kaprolakton) diol Grafen oksit	37.48	Basit elektro-eğirme	Yara iyileşmesi	Tan ve ark., 2015
Poli (ε -kaprolakton) Epoksi	42.3	Koaksiyel elektro-eğirme	Doku Mühendisliği	Zhang ve ark., 2015
Poli (ε -kaprolakton) Grafen	50	Basit elektro-eğirme	Sensörler ve aktüatörler	Yoo ve ark., 2014
Poliakrilonitril (PAN)	Elektrik	Basit elektro-eğirme	Doku Mühendisliği	Zhang ve ark., 2014
Poli (ε-kaprolakton) Poletilen oksit	Su	Basit elektro-eğirme	Su duyarlı aktüatör	Gu ve ark., 2013
Epoksi Poli (ε -kaprolakton)	30 ve 60	Basit elektro-eğirme	Sensörler ve aktüatörler	Fejós ve ark., 2013
Lignin	Nem	Basit elektro-eğirme	Aktüatör	Dallmeyer ve ark., 2013
Poli (ε -kaprolakton) Çok cidarlı karbon nanotüp Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	40 Manyetik Alan	Basit elektro-eğirme	Doku Mühendisliği	Gong ve ark., 2012

## 2.7. Bu Çalışmanın Literatürdeki Yeri

Literatür incelendiğinde termoplastik matrisli nanokompozitlerin mekanik özelliklerinin incelenmesine yönelik çalışmalar mevcuttur. Elium reçine ile üretilen nanokompozit malzemelerin mekanik özelliklerine dayalı çalışmalar da görülmektedir. Ancak saf PAN nanoelyaf, PAN nanoelyaf içerisine GNP,  $Fe_3O_4$  nanopartiküllerle modifiye edilmiş nanofiberler ile güçlendirilmiş Elium matrisli nanokompozit malzemenin çekme, DMA ve şekil hafızası özellikleri incelenmesine dair herhangi bir çalışmaya rastlanmamıştır. Bu çalışmada; saf PAN nanofiber, PAN ağırlığınca sırasıyla %0.5, %1, %1.5 GNP katkılı nanofiber, PAN ağırlığınca %1  $Fe_3O_4$  nanopartikül katkılı nanofiber, PAN ağırlığınca %0.5 GNP + %0.5  $Fe_3O_4$  nanopartikül katkılı nanofiberler üretilmiş bu nanoelyaflar ile Elium matrisli 12 katmanlı tabakalı nanokompozit malzemeler üretilmiştir. Nanoelyafların mekanik özelliklere katkısının gözlemlenebilmesi için saf Elium, tabaka halinde üretilmiştir. Üretilen bu tabakalı nanokompozit malzemelerin TGA-DSC analizleri, çekme testleri, DMA analizi ve şekil hafızası özellikleri incelenmiştir. Bu çalışma ile birlikte Elium termoplastik reçinenin hem mekanik ve fiziksel özellikleri hem de şekil hafızası özellikleri deneysel olarak detaylı şekilde incelenmiştir. Bunun yanında içerisine PAN nanoelyaf takviyesiyle tabakalı nanokompozit üreterek özelliklerinde iyileştirmeler gerçekleştirilmiştir. Ek olarak PAN nanoelyaf içerisine eklenen nanopartiküllerle birlikte üretilen nanokompozitlerin hem mekanik özelliklerine hem de şekil hafızası özelliklerine dikkate değer şekilde iyileştirmeler sağladığı yapılan çalışmalar ile gösterilmektedir.

### 3. MATERYAL VE YÖNTEM

Nanoteknolojinin etkisiyle, malzeme bilimi ve mühendislik alanlarında yapılan son gelişmeler, nanomateryallerin benzersiz özelliklerini keşfetme ve kullanma fırsatları sunmaktadır. Özellikle, nanoelyaf takviyeli nanokompozit malzemeler, geleneksel malzeme sınırlarını zorlayan ve yüksek performanslı uygulamalarda kullanılmak üzere tasarlanan özel bir malzeme sınıfını temsil etmektedir. Nanoelyaf takviyeli nanokompozitlerin mekanik, termal ve morfolojik özelliklerinin kapsamlı bir değerlendirmesi, bu malzemelerin endüstriyel ve bilimsel uygulamalarda nasıl kullanılabilirliği konusundaki anlayışımızı genişletebilir. Çalışmamızın odak noktası, çeşitli karakterizasyon tekniklerinin kullanılmasıyla, nanokompozit malzemelerin tasarımında ve performansını optimize etmede sağlanan bilgileri detaylı bir şekilde açıklamaktır. Çekme testleri, şekil hafızası, nanofiber üretimi, DMA analizi, TGA-DSC analizi, Mod I kırılma tokluğu ve SEM görüntüleri analizleri, bu malzemelerin özelliklerini anlamak ve geliştirmek adına temel araçlar olarak ön plana çıkmaktadır. Yapılan çalışma üretilen nanoelyaf takviyeli nanokompozit malzemelerin özelliklerini daha derinlemesine keşfetme arzusuyla gerçekleştirilmekte olup, bu malzemelerin gelecekteki çeşitli uygulamalarda nasıl bir rol oynayabileceğine dair önemli bir katkı sunmayı hedeflemektedir.

Çalışmanın doğruluğu ve güvenilirliği, kullanılan malzeme özellikleri ve uygulanan deney yöntemlerine büyük ölçüde bağlıdır. Bu nedenle, malzeme seçimi ve deneysel prosedürlerin doğru bir şekilde tanımlanması, elde edilen sonuçların yorumlanmasında kritik öneme sahiptir. Kullanılan malzeme özellikleri, deney düzeneği, test parametreleri ve istatistiksel analiz yöntemleri detaylı bir şekilde açıklanmıştır.

**Çizelge 3.1.** Elektro-eğirme yöntemi ile üretilmiş nanoelyaflar

<i>Numuneler</i>	<i>NanoElyaf</i>
P	PAN Nanoelyaf
P/05GNP	Ağırlıkça % 0.5 GNP / PAN nanoelyaf
P/1GNP	Ağırlıkça % 1 GNP / PAN nanoelyaf
P/15GNP	Ağırlıkça % 1.5 GNP / PAN nanoelyaf
P/1Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	Ağırlıkça % 1 Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> / PAN nanoelyaf
P/05GNP05Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	Ağırlıkça % 0.5 GNP+ % 0.5 Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> / PAN nanoelyaf

Yapılan çalışmada nanoelyaf katkılı 12 tabakalı nanokompozit malzemelerin mekanik, fiziksel ve şekil hafızası özellikleri incelenmiştir. Öncelikle Poliakrilonitril (PAN) nanoelyaflar üretilmiştir. Çizelge 3.1 'de gösterildiği gibi içerisinde PAN ağırlığınca sırasıyla %0.5, %1, %1.5 Grafen (GNP), %1 Demir Oksit ( $Fe_3O_4$ ) nanopartikül ve %0.5 GNP+ %0.5  $Fe_3O_4$  nanopartikül katkılı PAN nanoelyaflar üretilmiştir. Üretilen bu nanoelyafların çekme testleri yapılarak mekanik özellikleri incelenmiştir. Ayrıca Çizelge 3.2 'de gösterildiği gibi saf Elium termoplastik reçine, içerisine 12 kat nanoelyaf yatırılarak tabakalı nanokompozit malzemeler üretilmiştir. Üretilen nanokompozit malzemelerin çekme testleri, mode I kırılma mekaniği testi, termogravimetrik (TGA-DSC) analizi, fourier dönüşümü kızılötesi (FTIR) analizi, dinamik mekanik analizi (DMA), şekil hafızası testi yapılmış olup sonuçlar tablolar ve grafiklerle açıklanmıştır.

**Çizelge 3.2.** Hazırlanan Nanokompozit Numuneleri

<i>Numuneler</i>	<i>Nanokompozit Malzemeler</i>
E	Saf Elium Reçine
EP	PAN nanoelyaf/ Elium Reçine
EP05GNP	Ağırlıkça % 0.5 GNP+PAN nanoelyaf/ Elium Reçine
EP1GNP	Ağırlıkça % 1 GNP+PAN nanoelyaf/ Elium Reçine
EP15GNP	Ağırlıkça % 1.5 GNP+PAN nanoelyaf/ Elium Reçine
EP1 $Fe_3O_4$	Ağırlıkça % 1 $Fe_3O_4$ +PAN nanoelyaf/ Elium Reçine
EP05GNP $Fe_3O_4$	Ağırlıkça % 0.5 GNP % 0.5 $Fe_3O_4$ +PAN nanoelyaf/ Elium Reçine

### 3.1. Nanofiber ve Nanokompozit Üretiminde Kullanılan Malzemeler

Poliakrilonitril (PAN) toz formunda Genbiotek Biosistem Lab. Malz. Dan. Ve Otom. San. ve Tic. Ltd. Şti. (Türkiye) firmasından temin edilmiş olup 25 °C 'de 1.184 g/mL yoğunluğa sahiptir. Camsı geçiş sıcaklığı ( $T_g$ ) 85 °C ve bozunma sıcaklığı sırasıyla ( $T_m$ ) 317 °C 'dir. Ortalama moleküler ağırlığı 150.000 g/mol (Tipik) olup kimyasal formülü  $(C_3H_3N)_n$  'dir.

Elium® reçine sıvı formda ve Benzoil Peroksit bileşikleri (Luperox®) toz formunda Arkema (Fransa) firmasından DOST Kimya firması aracılığıyla temin edilmiştir. Elium® reçine sıvı özgül ağırlığı 1.01 g/cm<sup>3</sup> olup, viskozitesi Brookfield LVF, 60 rpm 100 mPa.s 'dır.

Grafen, Nanografi (Türkiye) firmasından satın alınmıştır. Firma spesifikasyonlarına göre %99.9 saflıkta, ortalama kalınlıkları 5 nm ve genişlikleri 30 µm'dir. Yüzey alanı 170 m<sup>2</sup>/gr 'dır. Grafenin mekanik özellikleri Çizelge 3.3.' te sunulmaktadır.

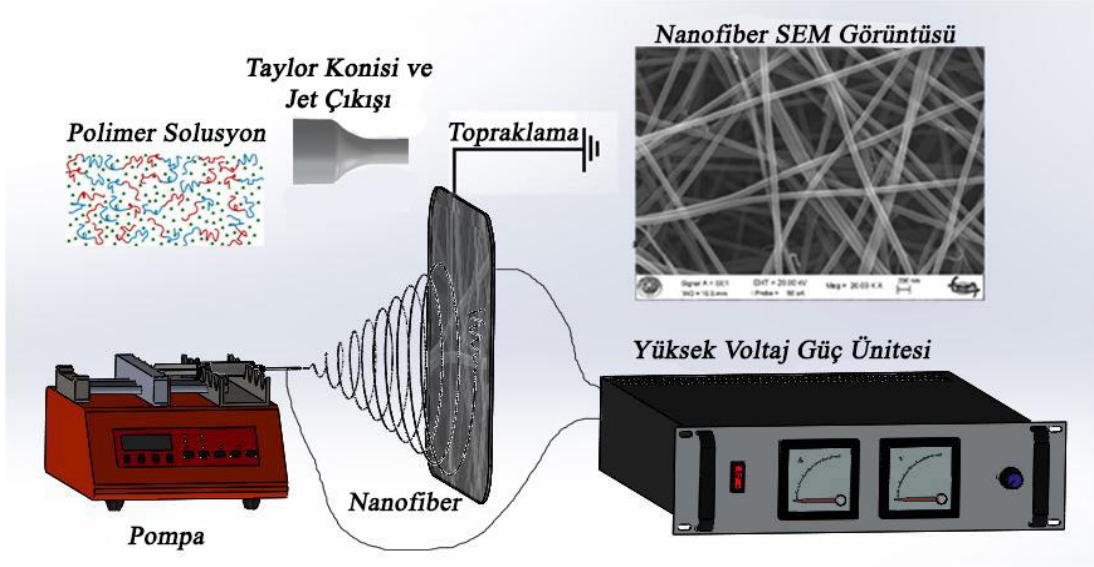
**Çizelge 3.3.** Grafen Özellikleri

Madde	Termal İletkenlik (Wm <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> )	Şeffaflık (%)	Çekme Dayanımı (GPa)	Young Modülü (TPa)
Grafen	~5000	~97.4	~1100	~1

Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanopartiküllerinin hazırlanmasını, Sayin ve ark.,2010 'daki prosedüre göre Fe<sub>3</sub><sup>+</sup> ve Fe<sub>2</sub><sup>+</sup> iyonlarının kimyasal olarak çökeltilmesi takip etti. Bazı modifikasyonlarla iki beherde deiyonize su ile 50 mL 1,0 M FeCl<sub>2</sub> ve 1,75 M FeCl<sub>3</sub> çözeltileri hazırlandı, ardından 250 mL 'lik üç boyunlu bir şişeye aktarılarak nitrojen altında karıştırıldı. Çözeltinin 60°C 'ye kadar ısıtılması sırasında, pH 10-11 olana kadar NH<sub>3</sub>H<sub>2</sub>O (ağırlıkça %25) damla damla ilave edildi. Bazın eklenmesinden sonra çözelti hemen koyu kahverengiye döndü, bu da sistemde demir oksit oluştuğunu gösteriyordu. Çözelti yeniden 80 °C 'de 1 saat daha ısıtıldı. Çökelti manyetik dekantasyon yoluyla solventten izole edildi ve nötral olana kadar tekrar tekrar deiyonize su ile yıkandı. Son olarak bunlar oda sıcaklığında vakum altında 12 saat kurutuldu. Bu şekilde Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanopartiküller elde edilmiş oldu (Sayin ve ark., 2010).

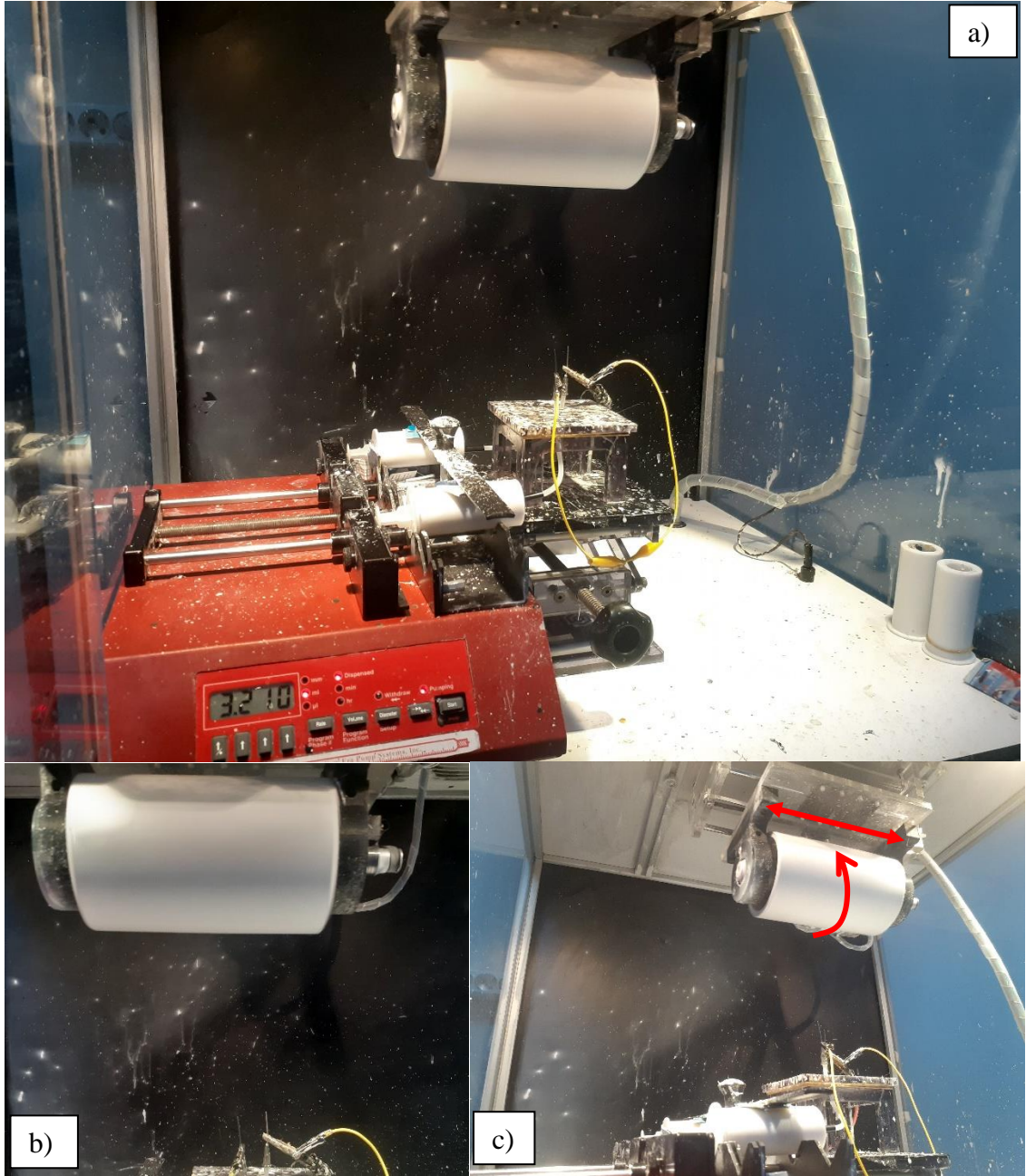
### 3.2. Elektro-eğirme Yöntemiyle Nanofiber Malzemelerin Üretimi

Bu tez çalışmasında laboratuvarımızda bulunan yüksek voltaj güç ünitesine ve çözlti besleme pompasına sahip, devir kontrollü toplayıcı metal tamburu olan elektro-eğirme cihazı kullanılarak PAN nanoelyafların üretimi gerçekleştirilmiştir. 21 ml Dimetilformamid (DMF) içerisinde 2 gr PAN çözdürülerek elektro-eğirme için gerekli çözelti hazırlanmıştır. Çözeltinin konsantrasyonunun yüksek hazırlanması fiber çaplarının büyümesine sebep olurken, düşük konsantrasyonda ise fiberler içerisinde boncuklanmaya sebep olmaktadır. Bu sebeple üretilen fiberlerin sürekli ve homojen çapta olması için optimum polimer çözelti konsantrasyonunun belirlenmesi gerekmektedir. Hazırlanan polimer çözeltileri 10 ml steril plastik bir şırınga içerisine alınmış ve ucuna 0.5 mm çapa sahip iğne takıldıktan sonra perküzyon pompası üzerine yerleştirilmiştir.



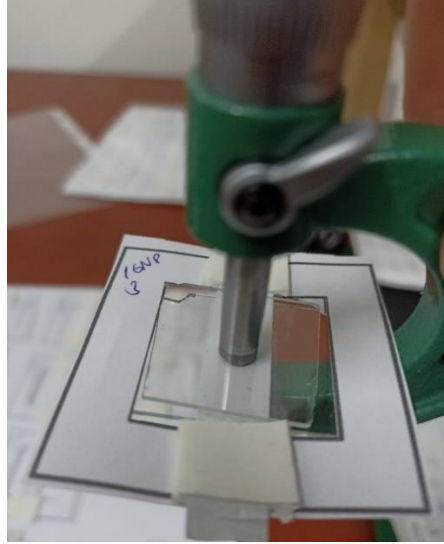
Şekil 3.1. PAN nanoelyafların üretiminin şematik gösterimi

Elektrostatik etkiyle şırınga iğnesinin ucundan çıkan çözelti nanofiber şeklinde üzerine toplanacağı alüminyum folyo sarılı tambur, şırınganın ucundan 15 cm uzaklıkta olacak şekilde yerleştirilmiştir. Yüksek voltaj güç kaynağının pozitif kutbu şırınga iğnesinin ucuna bağlanırken toprak kutbu folyoya sarılı olan toplayıcı tambura bağlanmıştır. İğne ucu ve toplayıcı tambur arasında potansiyel fark oluşturmak için yüksek gerilim cihazının voltaj değeri 20 ile 30 kV arasında değişecek şekilde ayarlanmıştır. Sistem çalışmaya başladıktan sonra iğne ucundan çıkan solüsyon elektrostatik kuvvet ve damlacığın uzaması esnasında içindeki çözücünün uçmasıyla birlikte uzayarak toplayıcı tambura birikmiştir. Şekil 3.1 ve Şekil 3.2 'de elektro-eğirme prosesi görülmektedir. Şekil 3.1. 'de şematik olarak gösterilen elektro-eğirme prosesinde toplayıcı plaka levha şeklindedir. Elektro-eğirme yapılırken toplayıcı plakalar farklı geometrik şekillerde olabilmektedir. Bu tez çalışmasında üretilen bütün nanoelyaflarda toplayıcı plaka olarak devir kontrollü metal tambur kullanılmıştır.



Şekil 3.2. a) Elektro-eğirme cihazı, b) Toplayıcı plakada biriken nanoelyaflar, c) Tambur hareketleri

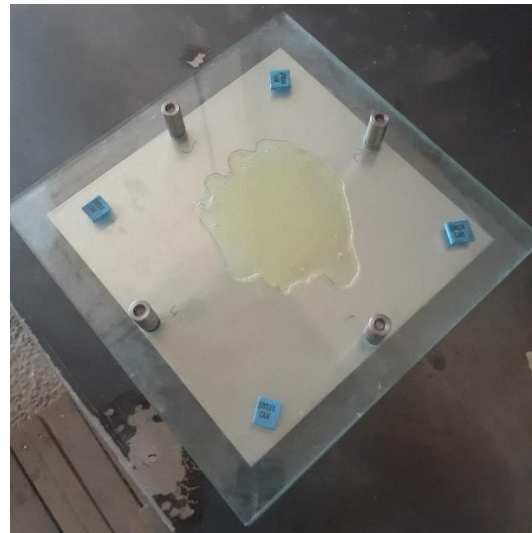
Elektro-spin yöntemi ile üretilen PAN nanoelyafların çapları taramalı elektron mikroskopu (SEM) cihazında ölçülmüş olup ve nanoelyaf kalınlığı iki lamel arasında koyularak ölçülmüş Şekil 3.3. 'te gösterilmiştir. Lamellerin kalınlığı 1.07 mm olarak ölçülmüştür. Daha sonra iki lamelin arasında nanoelyaf koyularak Insize marka 0.01 mm hassasiyetli kapanabilen mekanik mikrometrenin cırcır kısmı (cırcır yay kuvveti 2.5 N) ile kalınlığı 0.05 ( $\pm 0.01$ ) mm olarak ölçülmüştür (Şekil 3.3.).



Şekil 3.3. Üretilen nanoelyafın kalınlık ölçümü

### 3.3. Nanokompozit Malzemelerin Üretimi

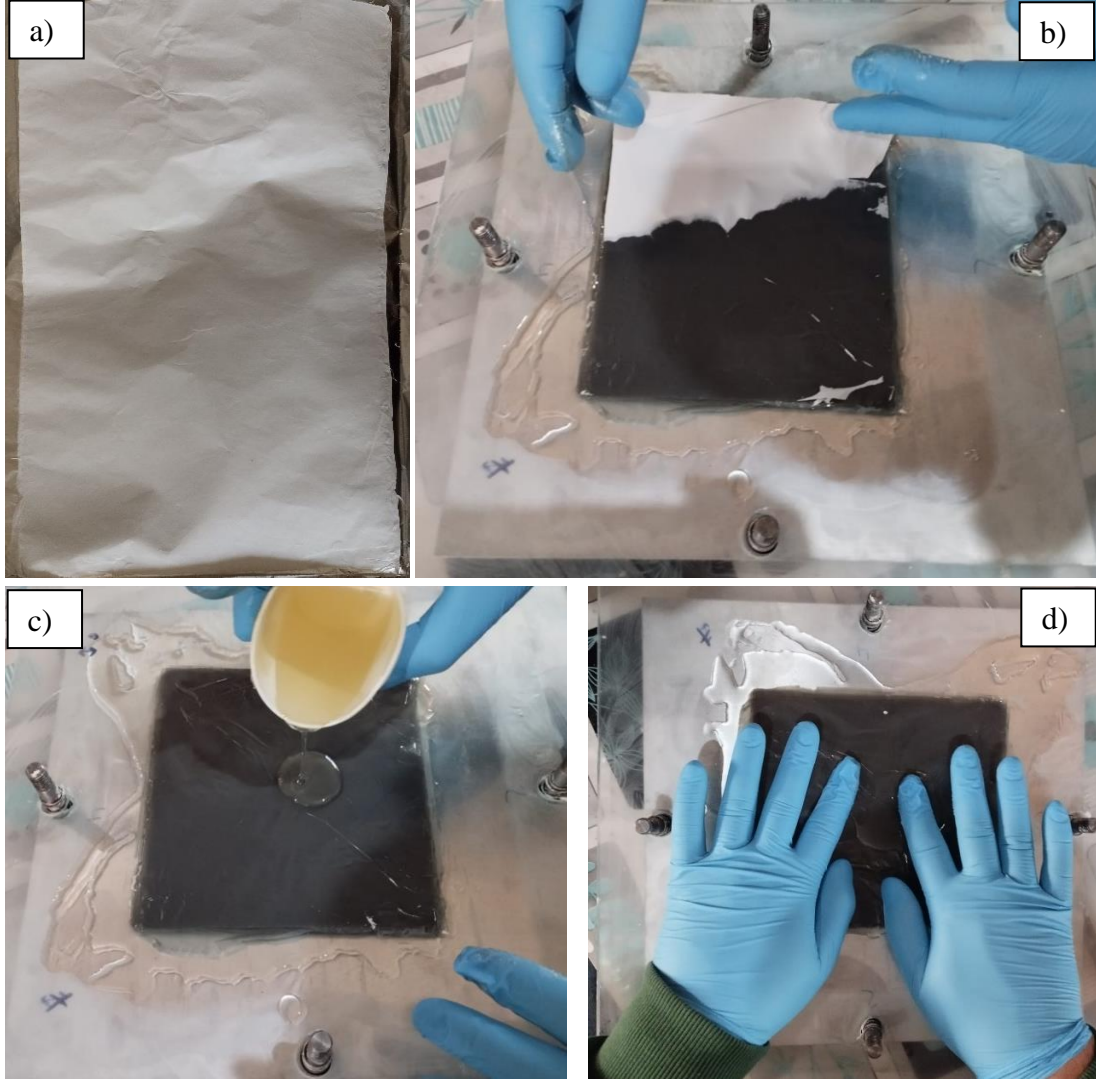
Nanokompozit malzemelerin elle yatırma yöntemi ile üretilmesi için iki cam (300mm x 300mm) ve pimlerle bir kalıp tasarımı yapılarak üretimi gerçekleştirilmiştir. Elle yatırılan keçeler reçine ile ıslatıldıktan sonra kürleşme esnasında içerisindeki hava kabarcıklarının çıkması, eşit kalınlıkta bir tabaka elde etmek ve düşük yüzey pürüzlülüğü olan malzemeler elde etmek için iki cam arasında ve sabit yük altında (200 N) üretimler gerçekleştirilmiştir. Şekil 3.4 'te nanokompozit üretim kalıbı görülmektedir.



Şekil 3.4. Nanokompozit üretim kalıbı

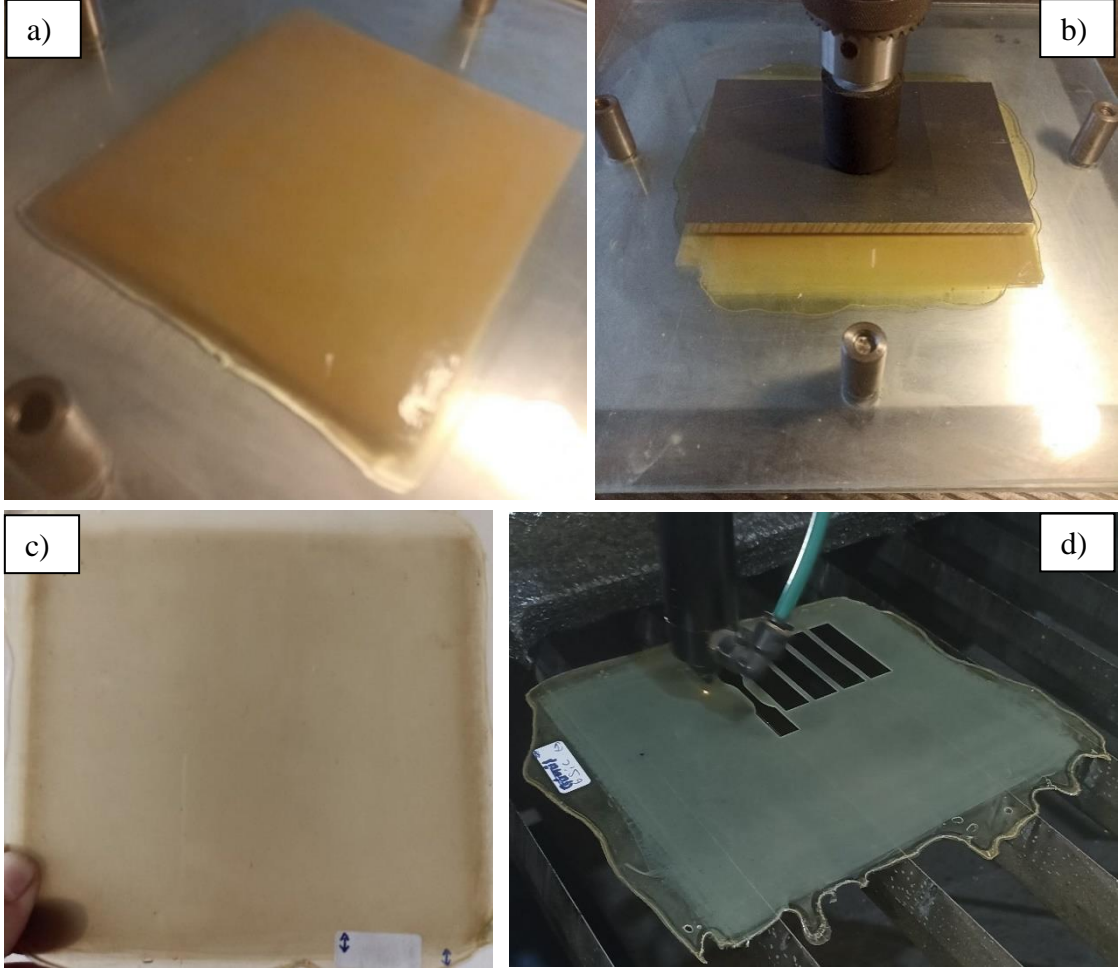
Üretilen nanofiberler 12 katman üst üste elle yatırma yöntemiyle nanokompozit haline getirilmiştir. Matris malzeme olarak Elium kullanılmıştır. Peroksit oranı %2 olarak

seçilmiştir (Murray ve ark., 2019). Elium ürününün veri dosyasında yazdığı üzere peroksit %1-%3 aralığındaki oranlarda katılabilmektedir. Peroksit oranının belirli bir aralıkta gösterilmesi bu malzeme ile yapılan çalışmaların yeterli olmadığını göstermektedir. Şekil 3.5 ‘te elle yatırma yöntemiyle elyafların serilmesi ve her katmanda Elium ile ıslatılma prosesleri gösterilmektedir.



Şekil 3.5. a) Üretilen nanoelyaf, b) Nanoelyafların kalıba yatırma, c) Tabakalar arasına Elium reçine dökülmesi, d) Yatırılan nanoelyafı düzeltme ve reçine emdirme işlemi

12 tabaka nanofiber yatırıldıktan sonra malzeme sabit yük altında 24 saat oda sıcaklığında kürleştirme işlemine bırakılmıştır. Daha sonra 80 °C ‘de 2 saat boyunca post-kür işlemi yapılmıştır (Şekil 3.6.). Üretilen bütün tabakalı nanokompozit malzemelerin kalınlığı 2 ( $\pm 0.05$ ) mm olarak ölçülmüştür.



Şekil 3.6. a) Elle yatırılan nanoelyaflar, b) Sabit yük altında kürleştirme işlemi, c) Üretilen tabakalı nanokompozit, d) Lazer ile deney parçalarının kesilmesi

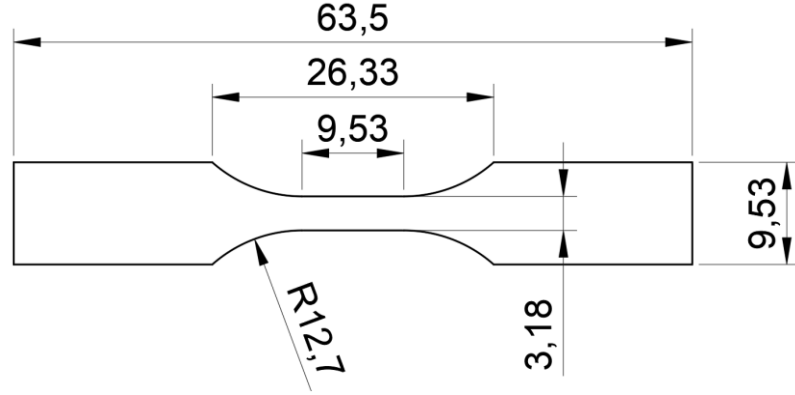
Üretilen tabakalı kompozit malzemelerin çekme, Mod I translamınar kırılma testi, DMA, TGA-DSC, FTIR, SEM ve şekil hafıza deney numuneleri tabaka üzerinden düşük akımlı lazer kesme cihazı ile kesilerek hazırlanmıştır.

### 3.4. Üretilen Nanokompozit Malzemelerin Testleri ve Analizleri

#### 3.4.1. Çekme Testleri

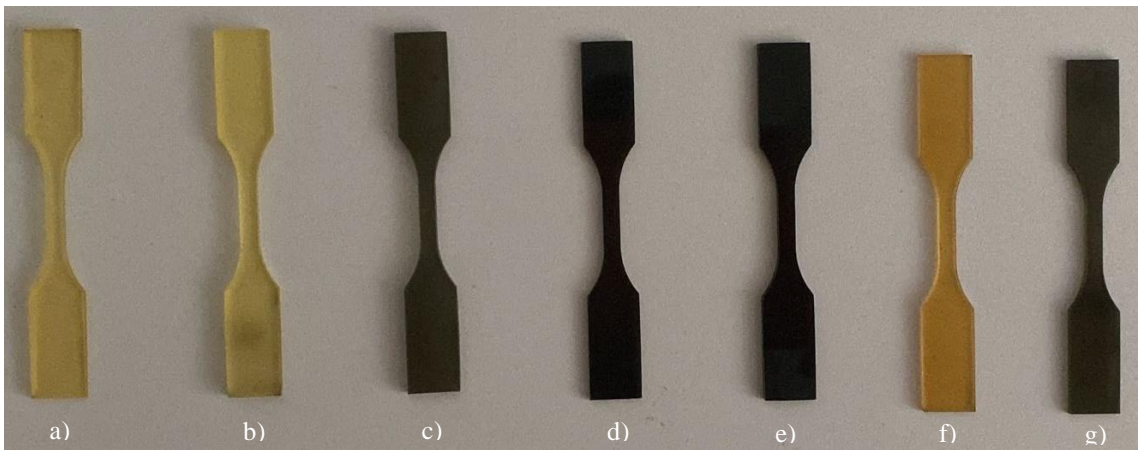
Çekme testi, bir malzemenin mekanik özelliklerini belirlemek amacıyla uygulanan bir deneydir. Bu test, malzemenin çekme mukavemeti, elastik modül, kopma mukavemeti, kopma uzaması ve diğer önemli mekanik özelliklerini belirlemek için kullanılır. Temel olarak, bir numunenin belirli bir çekme kuvvetine maruz bırakılması ve bu kuvvet altında nasıl davrandığının analiz edilmesini içerir. Çekme testi, malzeme mühendisliğinde temel bir deney olarak öne çıkar. Bu test, malzemenin performansını anlamak ve tasarım süreçlerini optimize etmek için önemli bir araç sağlar. Elde edilen

veriler, malzeme seçimi, kalite kontrolü ve yapısal analiz gibi birçok uygulama alanında kararlar almak için kritik öneme sahiptir.



Şekil 3.7. Kompozitlerin çekme test numuneleri

Bu çalışmada üretilen nanokompozitlerin çekme dayanımlarını belirlemek için numuneler ASTM-D638.33977 standardına göre kesilerek hazırlanmıştır. Şekil 3.7. de şematik olarak resmi verilen numunelerin çekme testleri SHIMADZU AGS-X marka çekme test cihazında gerçekleştirilmiştir. Şekil 3.8. 'de hazırlanan çekme ve şekil hafızası test numuneleri görülmektedir. Numunelerin kenarları, lazer kesimden kaynaklanan kenar etkilerini ortadan kaldırmak için 600 gritlik silisyum karbür zımpara kağıdı kullanılarak parlatıldı. Çekme testi 2 mm/dk çekme hızında her bir numuneden 5 'er tekrar şeklinde yapıldı.



Şekil 3.8. Üretilen nanokompozit malzemelerin çekme deneyi numuneleri, a) E, b) E+P, c) E+P/0.5GNP, d) E+P/1GNP, e) E+P/1.5GNP, f) E+P/1Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, g) E+P/0.5GNP0.5Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

Çekme testi sonuçları, malzemenin mekanik özelliklerini belirlemek amacıyla kullanılan çeşitli formüllerle analiz edilebilir. Çekme testi sonuçlarından elde edilen

temel mekanik özellikler ve bu özellikleri hesaplamak için kullanılan bazı formüller aşağıda yer almaktadır:

### 1- Çekme Mukavemeti ( $\sigma$ ):

Çekme mukavemeti, malzemenin bir çekme kuvvetine maruz bırakıldığında dayanma yeteneğini ölçer. Birim alana düşen çekme kuvvetidir. Denklem 3.1 'e göre hesaplanmaktadır.

$$\sigma = P_i / A \quad (3.1)$$

Burada,  $\sigma$  çekme mukavemetini (MPa), P çekme kuvvetini (N) ve A numunenin kesit alanını ( $\text{mm}^2$ ) temsil eder.

### 2- Elastik Modül (E):

Elastik modül, malzemenin elastik bölgesindeki davranışını tanımlar ve gerilme-birim şekil değiştirme grafiğinin eğimini ifade eder. Denklem 3.2 'ye göre hesaplanmaktadır.

$$E = \Delta\sigma / \Delta\varepsilon \quad (3.2)$$

Burada, E elastik modülü,  $\Delta\sigma$  gerilme değişimini ve  $\Delta\varepsilon$  gerinim değişimini temsil eder.

### 3- En Büyük Çekme Gerilmesi ( $\sigma_{en\ büyük}$ ):

Malzemenin çekme testi sırasında ölçülen en büyük gerilmedir. Denklem 3.3 'e göre hesaplanmaktadır.

$$\sigma_{en\ büyük} = P_{en\ büyük} / A \quad (3.3)$$

Burada,  $\sigma_{en\ büyük}$  kopma gerilmesini,  $P_{en\ büyük}$  en büyük çekme kuvvetini ve A numunenin kesit alanını temsil eder.

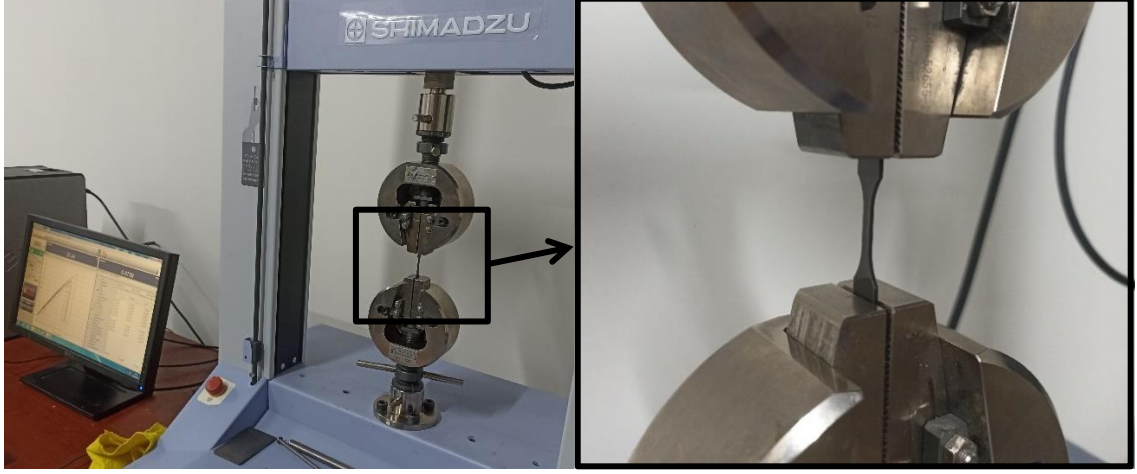
### 4- Birim Şekil Değiştirme ( $\varepsilon_i$ ):

Yüklemeye sırasında numunede gerçekleşen şekil değişimlerini ifade eder. Bağlıtıda verilen  $\varepsilon_i$  değişkeni i'inci kuvvet değerine karşılık i' nci yer değiştirme noktasında oluşan şekil değiştirme miktarını ( $\text{mm/mm}$ ),  $\delta_i$  yer değişimini (mm) ve  $L_g$  çeneler arasında kalan ölçü boyu uzunluğunu (mm) temsil etmektedir. Denklem 3.4 'e göre hesaplanmaktadır.

$$\varepsilon_i = \delta_i / L_g \quad (3.4)$$

Şekil 3.9.' da görüldüğü gibi çekme testi gerçekleştirilmiştir. İlerleme 2 mm/dk olarak ayarlanmıştır. Test numunelerinin tutulacak yerleri işaretlenerek bütün numunelerde aynı yerden tutulmuştur ve her test öncesinde çeneler arası mesafe ölçülmüştür. Deney sırasında test cihazı tarafından anlık olarak numuneye uygulanan kuvvet

ve bu kuvvete karşılık malzemede meydana gelen uzama miktarları kayıt altına alınarak kuvvet-uzama eğrileri oluşturulmuştur. Fakat malzeme özelliklerinin evrensel değerlerle kıyaslanabilmesi açısından bu eğriler numune boyutlarının da dikkate alındığı gerilme-birim uzama eğrilerine dönüştürülmüştür.



Şekil 3.9. Çekme Testi

### 3.4.2. Mod I Translaminar Kırılma Tokluğu Testleri

Kompozit malzemeler, genellikle birbirinden farklı özelliklere sahip iki veya daha fazla malzemenin kombinasyonundan oluşur. Bu malzemeler, genellikle bir matris ve takviye lifleri içerir. Matris, genellikle bir polimer (plastik) olabilir, ve lifler genellikle cam, karbon veya aramid gibi güçlü malzemelerden yapılabildiği gibi nanoelyaflardan oluşan nanokompozitler şeklinde de olabilir.

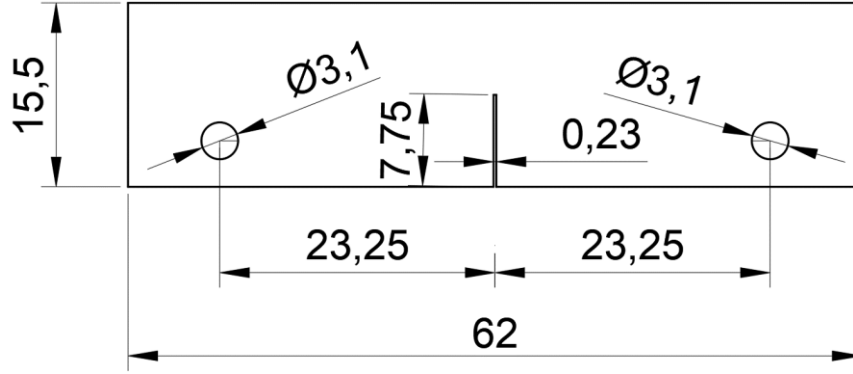
Translaminar kırılma tokluğu, çalışmada üretilen nanokompozit malzemelerin katmanları arasında oluşabilecek çatlaklara karşı direncini tanımlar. Yüksek translaminar kırılma tokluğu, malzemenin çatlaklara karşı daha dayanıklı olduğunu gösterir. Malzemenin kullanıldığı uygulamalarda, özellikle yapısal uygulamalarda önemli bir özelliktir, çünkü malzemenin mukavemeti ve tokluğu açısından kritik bir rol oynar.

Mod-I kırılma tokluğu, malzemenin çatlak oluşturma ve yayılma davranışını belirlemek için kullanılan bir deney türüdür. Mod-I kırılma tokluğu, çatlak büyümesi sırasında malzemenin direncini ölçer ve genellikle çatlak büyümesi nedeniyle malzemenin kırılma tokluğunu belirlemek amacıyla yapılır.

Mod-I kırılma tokluğu genellikle birçok endüstriyel uygulama ve malzeme tasarımı bağlamında önemlidir, özellikle çatlama maruz kalan yapısal malzemelerin

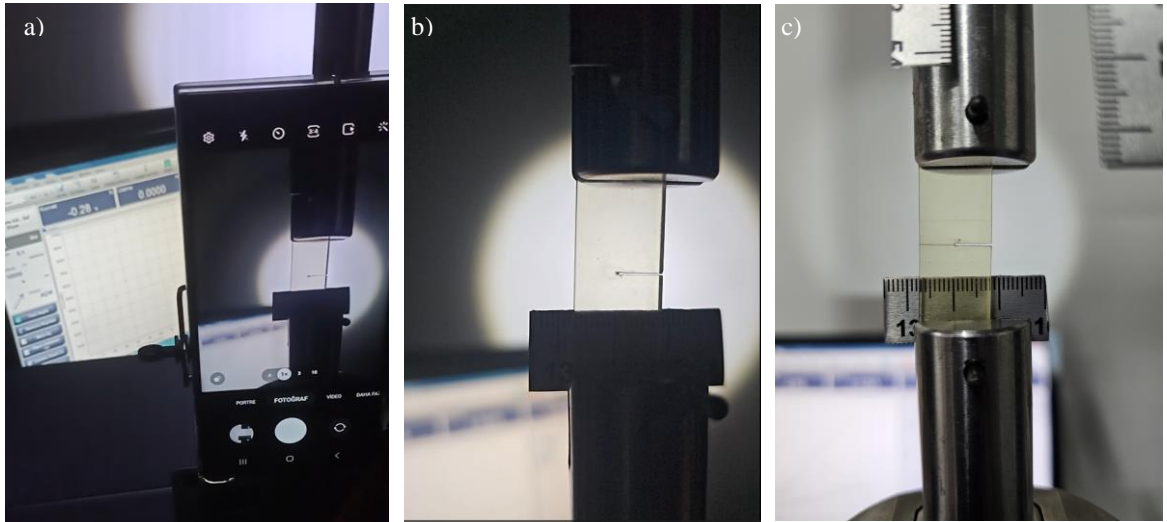
kullanıldığı durumlarda. Bu tür bir deney genellikle çeşitli standartlara dayanarak gerçekleştirilir.

Bu çalışmada tabakalı nanokompozit malzemelerin kırılma tokluk değerleri ASTM E1922/E1922M-22 standardına göre hazırlanmış 15.5 mm genişlik, 2 mm kalınlık ve 62 mm boyunda ve ön çatlak içeren numuneler kullanılarak test edilmiştir. Şekil 3.10 'da kırılma tokluk test numunesi şematik olarak gösterilmektedir.



Şekil 3.10. Mod-I translaminar kırılma tokluğu test numunesi

Mod-I translaminar kırılma tokluğu deneyleri Shimadzu üniversal test cihazı kullanılarak 0.2 mm/dk çekme hızı ile her bir numune kodu için üçer tekrar olacak şekilde gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.11).



Şekil 3.11. Mode I kırılma tokluğu testi, a) Kamera ile video kayıt işlemi, b) Test öncesi numune, c) Test sonrası numune

Uygulanan gerilme şiddeti faktörünün (K) hesaplanması, test numunesi için uygulanan K denklem 3.5 kullanılarak hesaplanmıştır;

$$K_{kritik} = \left[ \frac{P}{BW^{1/2}} \right] \alpha^{1/2} [1.4 + \alpha] [3.97 - 10.88\alpha + 26.25\alpha^2 - 38.9\alpha^3 + 30.15\alpha^4 - 9.27\alpha^5] / [1 - \alpha]^{3/2} \quad (3.5)$$

Burada,

$K$  = çatlağın uç noktasındaki gerilme şiddeti faktörü, MPa m<sup>1/2</sup>,

$P$  = uygulanan yük, MN,

$\alpha$  = a/W (boyutsuz),

$a_n$  = belirlenen çentik uzunluğu, m,

$B$  = numune kalınlığı, m,

$W$  = numune genişliği, m,

ve bu ifade  $0 \leq \alpha \leq 1$ , izotropik malzemeler ve çok çeşitli plakalı kompozit malzemeler için geçerlidir (Harris ve ark., 1986).

**$K_{TLkritik}$  için Geçerlilik Kriterleri:** Karbon fiber/polimer matris laminatların (Harris ve ark., 1986, Underwood ve ark., 1990, Underwood ve ark., 1994, Underwood ve ark., 1995) translaminar kırılma testleri,  $K_{TL}$  ölçümleri için gerekli olan nispeten küçük hasar bölgesine sahip malzemelerin kırılma sırasında aynı zamanda nispeten küçük miktarlarda ilave çentik-ağız yer değiştirmesi ( $\Delta V_n$ ) sergilediğini göstermiştir. Bir plakalı kompozit için tipik bir yüke karşı çentik-ağız yer değiştirme grafiği Şekil 3.12 'de gösterilmektedir. Çeşitli malzemeler için, test sırasında maksimum yükten belirlenen maksimum ölçülen  $K$  değeri, çentik oluştuğunda translaminar kırılma tokluğunun bir ölçümünü gösterir. Maksimum yükte ağız deplasman değerleri aşağıdaki kriter dahilindedir:

$$\Delta V_n / V_{n-o} \leq 0.3 \quad (3.6)$$

Burada; grafiğin başlangıç doğrusal kısmının uzantısında  $P = P_{en \text{ büyük}}$  'te  $V_{n-o} = V_n$  (Şekil 3.12) ve  $\Delta V_n = P_{max}$  noktasına kadar ilave çentik ağız yer değiştirmesi.

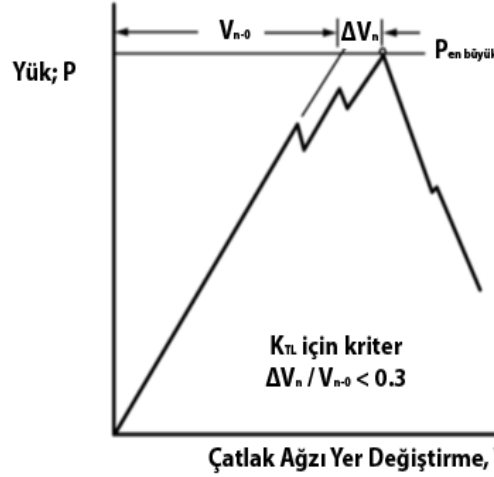
**$K_{TLkritik}$ 'in Belirlenmesi:** Translaminar kırılma tokluğunu belirlemek için aşağıdaki prosedür kullanılmaktadır.

Denklem 3.5 kullanılarak, test sırasındaki maksimum yüke ( $P_{en \text{ büyük}}$ ) karşılık gelen maksimum ölçülen  $K$  değeri ( $K_{kritik}$ ) belirlenmiştir.

Şekil 3.12 'de gösterilen prosedürü kullanarak yüke karşı çentik ağız yer değiştirme grafiğinden  $\Delta V_n$  ve  $V_{n-o}$  değerlerini belirlenmiştir.

Eğer:  $\Delta V_n / V_{n-o} \leq 0,3$  ise  $K_{kritik} = K_{TL}$ .

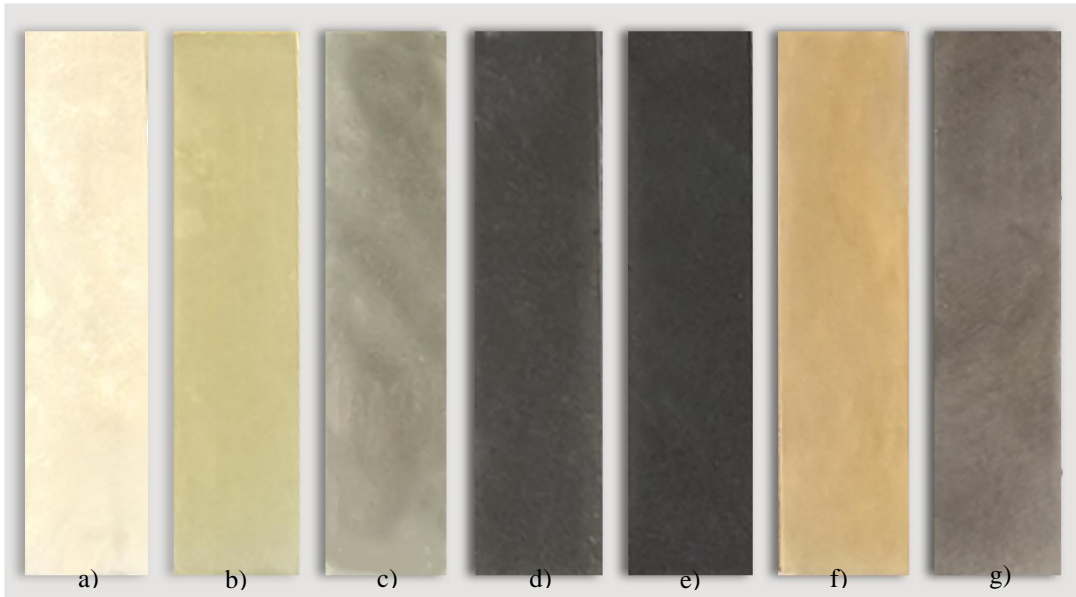
Eğer:  $\Delta V_n / V_{n-o} > 0,3$  ise çentik çevresindeki hasarın boyutu çok büyük olabilir ve  $K_{TL}$ 'nin bir ölçüsünü elde etmek mümkün olmayabilir.



Şekil 3.12. Yük - çatlak ağzı yer değiştirme grafiği

### 3.4.3. Dinamik Mekanik Analiz (DMA)

Üretilen saf Elium ve nanokompozit malzemeler DMA analizi için  $50 \times 12 \times 2 \text{ mm}^3$  ölçülerinde kesilerek üç noktadan eğilme numuneleri hazırlanmıştır (Şekil 3.13). Daha sonra Dinamik Mekanik Analiz test cihazında üç nokta eğilme (*three point bending*) testleri gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.13. Üretilen nanokompozit malzemelerin DMA Numuneleri, a) E, b) E+P, c) E+P/0.5GNP, d) E+P/1GNP, e) E+P/1.5GNP, f) E+P/1Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, g) E+P/0.5GNP0.5Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

#### 3.4.3.1. Depolama Modülü (E')

Depolama modülü genellikle  $G'$  (prime modulus) veya  $E'$  (elastic modulus) ile simgelenir. Bu modül, bir malzemenin uygulanan bir kuvvet karşısında ne kadar enerji

depolayabileceğini gösterir. Bir malzeme elastik bir şekilde davrandığında, depolama modülü yüksek olacaktır. Yani, malzeme uygulanan kuvveti absorbe edebilir ve sonra bu enerjiyi serbest bırakabilir.

Depolama modülü formülü şu şekildedir:

$$E' = \sigma / \varepsilon \quad (3.7)$$

Burada, E', depolama modülünü,  $\sigma$ , malzemeye uygulanan gerilmeyi (kuvvet birimi başına alan),  $\varepsilon$ , malzemenin birim şekil değiştirmesini (deformasyon veya uzama) temsil eder.

### 3.4.3.2. Sönümlenme Modülü ( $\tan\delta$ )

$\tan\delta$  değeri, DMA (Dinamik Mekanik Analiz) sırasında elde edilen kayıp faktörünü ifade eden bir orandır. Bu oran, malzemenin viskoelastik davranışını belirlemek için kullanılır ve genellikle  $\tan(\delta)$  veya  $\tan\delta$  olarak ifade edilir.  $\tan(\delta)$  değeri, kayıp modülü (loss modulus) ile elastik modülü (storage modulus) arasındaki oranı temsil eder. Denklem 3.8 'den hesaplanmaktadır.

Tan(delta) formülü şu şekildedir:

$$\tan\delta = \frac{E'' \text{ (Kayıp Modülü)}}{E' \text{ (Depolama Modülü)}} \quad (3.8)$$

Burada, Kayıp Modülü (E''), malzemenin viskoz (enerji kaybeden) davranışını temsil eder. Depolama Modülü (E'), malzemenin elastik (enerji depolayan) davranışını temsil eder.

Bu oran, malzemenin sıcaklık, frekans veya deformasyon hızı değişimleri altında nasıl davrandığını ve viskoelastik özelliklerini belirlemek için kullanılır.  $\tan\delta$  değeri genellikle bir grafik üzerinde çizilir ve malzemenin  $T_g$  (camsı geçiş sıcaklığı) gibi önemli özelliklerini belirlemede yardımcı olur.

### 3.4.3.3. Kayıp Modülü (E'')

Kayıp modülü, dinamik mekanik analiz (DMA) sırasında elde edilen grafikteki bir parametredir ve genellikle malzemenin viskoelastik davranışını karakterize eder. DMA, bir malzemenin elastik ve viskoz özelliklerini sıcaklık, frekans veya deformasyon gibi değişkenler altında inceleyen bir tekniktir.

Kayıp modülü (loss modulus), bir malzemenin sıcaklık veya frekans gibi değişkenlere bağlı olarak kaybettiği enerjiyi temsil eder. Bu modül, malzemenin viskoz davranışını ölçer. Kayıp modülü genellikle G'' veya E'' ile tanımlanır.

Depolama modülü, nanokompozit levhalardaki elastik özelliği veya enerji depolamasını temsil ederken, kayıp modülü ise malzemelerin viskoz davranışı veya içindeki enerji dağılımını yansıtır (Zhang ve ark., 2013). Eğer bir malzeme tamamen elastik bir davranış sergiliyorsa (enerji kaybı olmadan), kayıp modülü sıfırdır. Ancak, malzeme viskoz bir davranış sergiliyorsa, kayıp modülü pozitifdir ve enerji kaybı meydana gelmektedir.

#### 3.4.4. TGA- DSC Analizi

Polimer matrisli nanokompozit malzemelerde TGA-DSC analizi, bu malzemelerin termal özelliklerini anlamak ve karakterize etmek için yaygın olarak kullanılan bir tekniktir. Bu analiz, polimer matrisin içindeki nanomalzemelerin termal etkileşimleri, bozunma davranışları, ve malzemenin genel termal kararlılığı hakkında bilgi sağlar. İşte bu analizin temel bileşenleri şunlardır:

**Termogravimetri (TGA):** TGA, bir malzemenin sıcaklık arttıkça ağırlığında meydana gelen değişiklikleri ölçen bir tekniktir. Polimer matrisli nanokompozitlerde TGA analizi, malzemenin termal davranışını ve bozunma sıcaklıklarını belirlemek için kullanılır. Nanomalzemelerin etkisi, polimer matrisin termal kararlılığı üzerinde belirgin bir etki yapabilir.

**Diferansiyal Taramalı Kalorimetri (DSC):** DSC, bir malzemenin ısı kapasitesinde ve termal davranışındaki değişiklikleri ölçen bir tekniktir. Polimer matrisli nanokompozitlerde DSC analizi, malzemenin camsı geçiş sıcaklığı ( $T_g$ ), erime sıcaklığı, reaksiyon ısı gibi termal özellikleri belirlemek için kullanılır. Nanomalzemelerin ekzotermik veya endotermik reaksiyonlarına dair bilgiler de elde edilebilir.

Bu analizlerin kombinasyonu, polimer matrisli nanokompozitlerin üretim süreçlerini optimize etmek, termal kararlılıklarını anlamak, uygulama sıcaklıklarına uygunluğunu değerlendirmek ve malzemenin performansını geliştirmek için önemlidir. Ayrıca, nanomalzemelerin dispersiyonu ve polimer matrisle olan etkileşimleri de bu analizler aracılığıyla değerlendirilebilir.

#### 3.4.5. FTIR Analizi

Molekülleri oluşturan atomlar ötelenme, bir eksen etrafında dönme, artan veya azalan bağ uzunluğu veya açısal konum değişikliği gibi sürekli olarak titreşim hareketi içerisindedirler. Moleküllerde oluşan bu titreşimler gerilme ve eğilme hareketlerini oluşturmaktadır (Ulus, 2019). Polimer matrisli nanokompozit malzemelerde FTIR

(Fourier Dönüşümlü Kızılötesi) analizi, malzemenin kimyasal yapısını ve bileşenlerini anlamak, polimer-malzeme etkileşimlerini incelemek ve nanomalzemelerin polimer matris içindeki dağılımını değerlendirmek için kullanılır. FTIR analizinin polimer matrisli nanokompozitlerdeki uygulamalarına dair temel bilgiler şunlardır:

**Kimyasal Bileşen Analizi:** FTIR spektrumu, malzemenin kimyasal bileşenlerini belirlemede kullanılır. Polimer matrisli nanokompozitlerde, polimer matris, nanomalzemeler ve muhtemel kimyasal bağlanma veya etkileşim ürünleri arasındaki farklı kimyasal gruplar bu analiz ile belirlenebilir.

**Polimer-Malzeme Etkileşimleri:** FTIR spektrumu, polimer matris ile nanomalzemeler arasındaki etkileşimleri incelemek için kullanılır. Bu etkileşimler, kimyasal bağlar, hidrojen bağları veya diğer intermoleküler kuvvetler aracılığıyla gerçekleşebilir. FTIR analizi, bu etkileşimleri belirlemeye ve karakterize etmeye yardımcı olur.

**Dağılım ve Dispersiyon:** Nanomalzemelerin polimer matris içindeki dağılımını ve dispersiyonunu anlamak için FTIR analizi kullanılır. Bu, nanomalzemelerin homojen bir şekilde dağılmasının, aglomerasyonun önlenmesinin veya polimer-malzeme arayüzey etkileşimlerinin değerlendirilmesinin yanı sıra malzemenin performansını etkileyen faktörleri anlamak için önemlidir.

**Termal Kararlılık Analizi:** FTIR, malzemenin termal kararlılığını değerlendirmek için kullanılabilir. Termal bozunma, FTIR spektrumunda belirgin değişikliklere neden olabilir, bu da malzemenin termal davranışı hakkında bilgi sağlar.

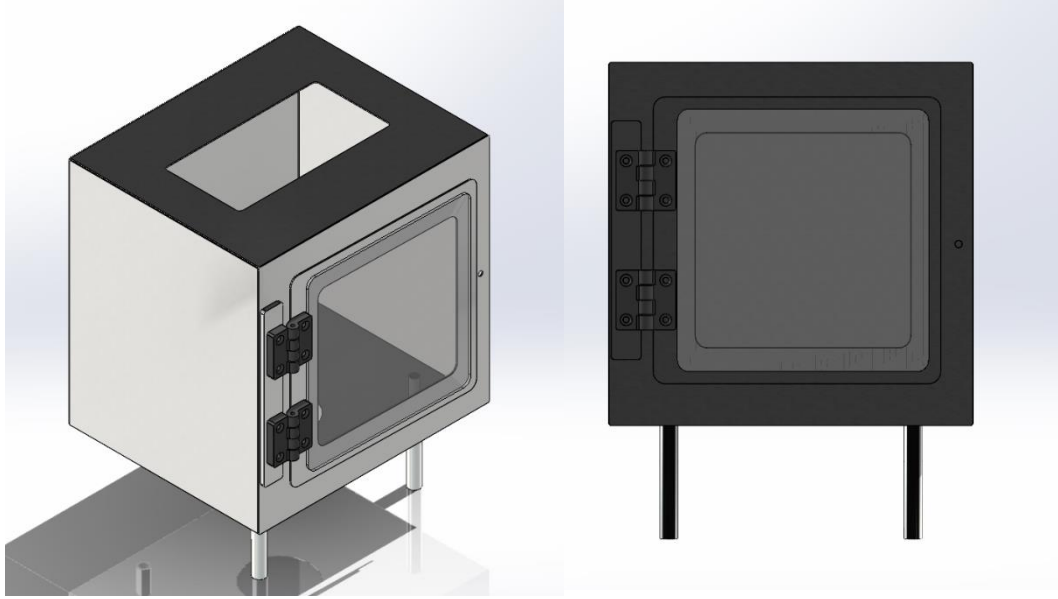
FTIR analizi, malzeme biliminde ve nanoteknolojide önemli bir karakterizasyon aracıdır ve polimer matrisli nanokompozitlerin tasarımı, üretimi ve performansının anlaşılması için kullanılır. Bu analiz, malzemenin moleküler düzeydeki özelliklerini incelemek ve geliştirmek için önemli bir araçtır.

### 3.4.6. Şekil Hafızası Özelliğinin İncelenmesi

#### 3.4.6.1. Isıtma Haznesi Tasarımı

Malzemenin şekil hafızası özelliğinin incelenebilmesi için  $T_g$  sıcaklığının belirlenmesi gerekli ve şekil hafızası programlanırken malzemenin ısıtılması gerekli olduğundan SHIMADZU AGS-X marka çekme test cihazına uygun şekilde ısıtma haznesi tasarımı yapılmış ve üretilmiştir (Şekil 3.14). Sıcaklık kontrolü için termostatlı bir kontrol kumandası yapılmış olup hazne içerisinde ısının homojen dağılımı için metal

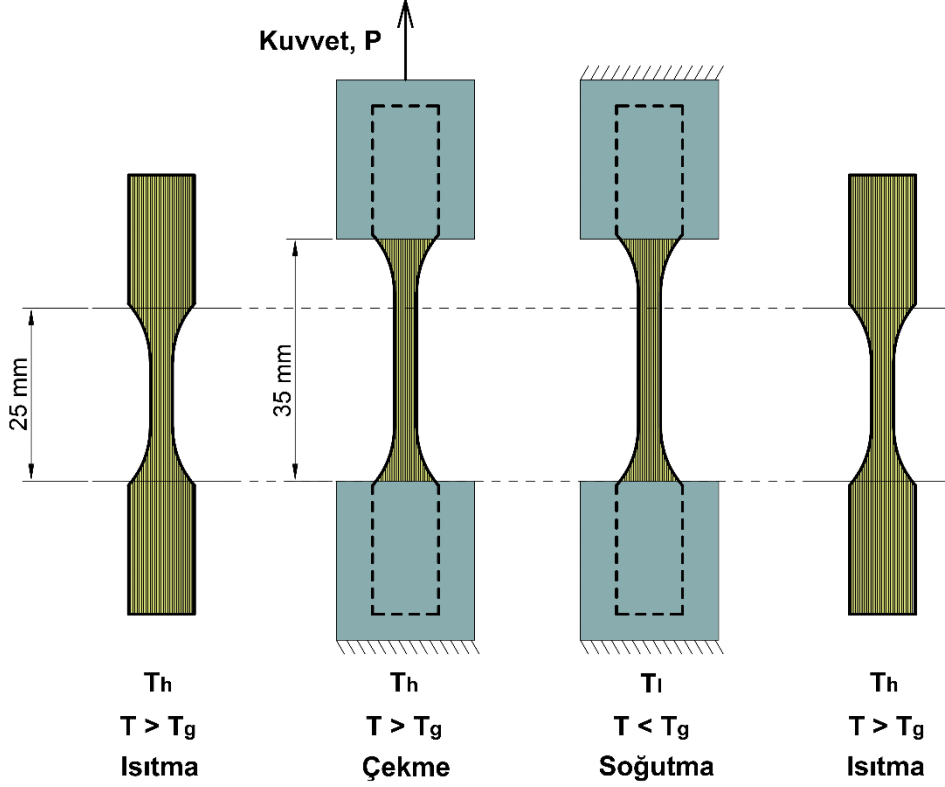
fan kullanılmıřtır. Ayrıca hazne ii sıcaklıęı gorebilmek iin analog termometre baęlanmıřtır.



řekil 3.14. Isıtma haznesi tasarımı ve ekme test cihazına yerleřtirilmesi

#### 3.4.6.2. řekil Hafızası Testleri

řekil hafızası testleri, řekil hafızalı malzemelerin belirli zelliklerini ve davranıřlarını lmek ve analiz etmek iin kullanılır. Bu testler, malzemenin řekil hafızası, geri dnüşüm yeteneęi ve dięer mekanik zellikleri hakkında bilgi saęlar. řekil 3.15 'de řekil hafızası testi prosesleri řematik olarak gsterilmektedir.



Şekil 3.15. Şekil hafızası testi uygulama prosesi şematik gösterimi

**1. Örnek Hazırlığı:** İlk adım, şekil hafızalı malzemeden numunelerin hazırlanmasıdır. Bu numuneler genellikle standart boyutlarda ve şekillerde olur. Numuneler, malzemenin türüne ve testin amacına bağlı olarak farklı şekillerde kesilir veya şekillendirilir. Şekil hafızası test numuneleri ASTM D638.33977 standardına göre hazırlanmıştır.

**2. İlk Şekil Belirleme (Programming):** Şekil hafızalı malzemelerin şekil hafızasını etkinleştirmek için belirli bir sıcaklık aralığında veya diğer uyaranlarla ilk bir şekil (programming) verilir. Bu, numunenin şekil hafızasını programlamak için yapılır. İlk şekil, malzemenin istenen son şekli olacaktır.

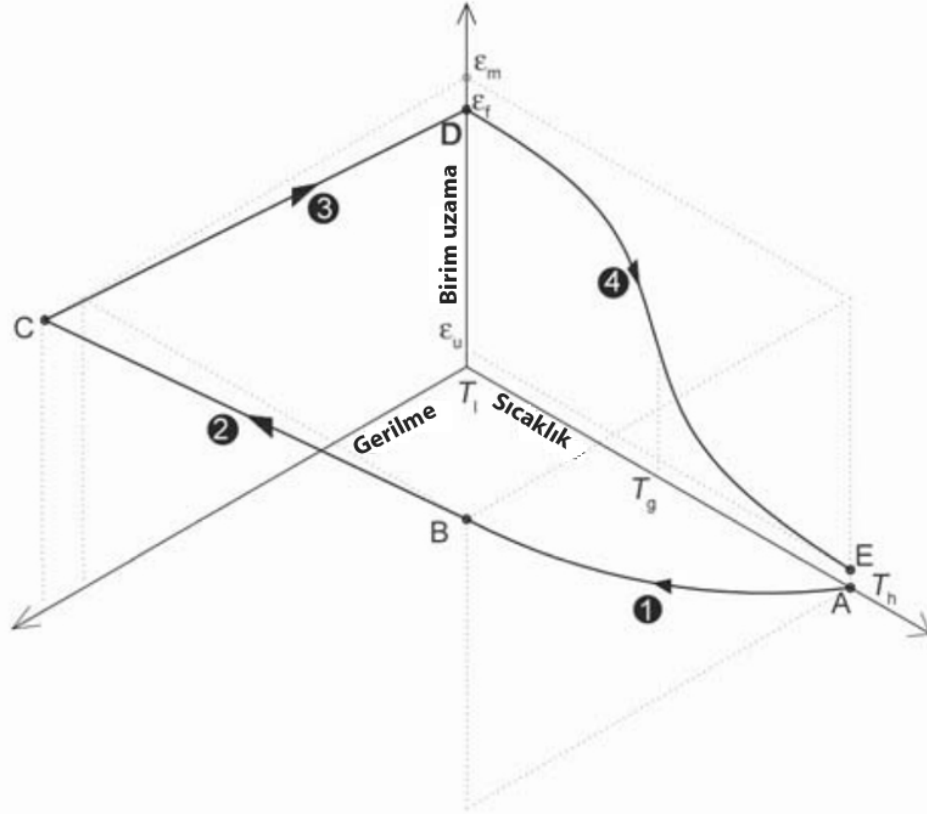
**3. Termal Döngü Testi:** Termal döngü testi, malzemenin şekil hafızasını ve geri dönüşüm yeteneğini ölçmek için kullanılır. Numune, belirli bir sıcaklık aralığında ısıtılır ve soğutulur. Bu işlem, malzemenin programlanmış ilk şekle dönme yeteneğini test eder. Her ısıtma ve soğutma bir döngü olarak kabul edilir.

**4. Mekanik Testler:** Şekil hafızalı malzemenin mekanik özellikleri, numunenin çekme, eğilme veya basma testleri gibi çeşitli mekanik testlerle ölçülür. Bu testler, malzemenin çekme, eğilme veya basma mukavemeti, elastiklik ve dayanıklılık gibi özelliklerini gösterir.

**5. Çekme Testi:** Şekil hafızasına sahip malzemenin gerilme testi, numunenin üzerine belirli bir yük uygulanarak malzemenin gerilme davranışını ölçer. Bu test, malzemenin çekme mukavemetini ve elastik sınırlarını belirlemek için kullanılır.

**6. Şekil Hafızası Analizi:** Şekil hafızası testlerinden elde edilen veriler, malzemenin şekil hafızası davranışını analiz etmek için kullanılır. Bu analiz, malzemenin belirli bir sıcaklık aralığında nasıl davrandığını, şekil değiştirmesini ve orijinal şekline nasıl döndüğünü belirlemeyi amaçlar.

Şekil hafızası testlerini gerçekleştirmeden önce malzemelerin  $T_g$  sıcaklık değerleri belirlenmiştir. Yaklaşık  $65^\circ\text{C}$  'lik bir sıcaklık aralığında şekil hafızası çevrimlerini uygulamak için sırasıyla camsı geçiş sıcaklığı  $T_g$  'nin üstündeki yüksek sıcaklık  $T_h$  ve altındaki düşük sıcaklık  $T_l$  seçildi. Bu sıcaklıklar belirli bir farkla yani  $T_l = \text{Oda sıcaklığı}$  ve  $T_h = 95^\circ\text{C}$  olarak seçilmiştir. Numuneler için üniform ısıtma gerektiğinden  $T_l$  ile  $T_h$  arasındaki sıcaklık aralığında ısıtma programı uygulanmıştır ve  $5^\circ\text{C}/\text{dk}$  sabit ısıtma ve soğutma hızları uygulanmıştır (Şekil 3.16).



Şekil 3.16. Şekil hafızalı polimerler için tipik bir termomekanik döngünün şematik gösterimi. Yüksek sıcaklıkta rotada (1) %50'ye varan deformasyon uygulandı. Daha sonra numune, geçici şeklini korumak için rotada (2) sabit bir gerinimde soğutuldu. Serbest deformasyona izin vermek için numune kursta (3) serbest bırakıldı. Orijinal şekil serbest gerilme durumunda restore edildi (4) (Chatterjee ve Naskar, 2019).

Navarro-Baena ve ark. (2016) tarafından yapılan çalışmada dört tipik mekanik-thermal şekil hafızalı yükleme süreci anlatılmıştır.

1)  $T_h$  'de kontrollü gerinim modunda, numunelere  $\epsilon_m$  'ye kadar %50 uzama uygulandı,

2)  $\epsilon_m$  değişmeden tutulurken, numuneler 3 °C/dakika hızla  $T_h$  'den  $T_1$  'ye soğutuldu ve dengeyi (B-C) elde etmek için 10 dakika boyunca  $T_1$  'de tutuldu; artan stres,  $T_g$  'nin geçmesi nedeniyle artan elastik modülden kaynaklandı,

3) Sıfır strese ulaşmak için numuneler boşaltıldı; bu nedenle,  $\epsilon_m$  'nin hafif bir kısmı geri yüklendi ve geçici  $\epsilon_f$  gerilimi kaydedildi (C-D) ve

4) Numuneler 3 °C/dakika hızında  $T_h$  'ye ısıtılırken,  $T_h$  (D-E) 'de termal dengeye ulaşılan kadar bu işlem sırasında gerilme ve gerinim her dakika kaydedildi.

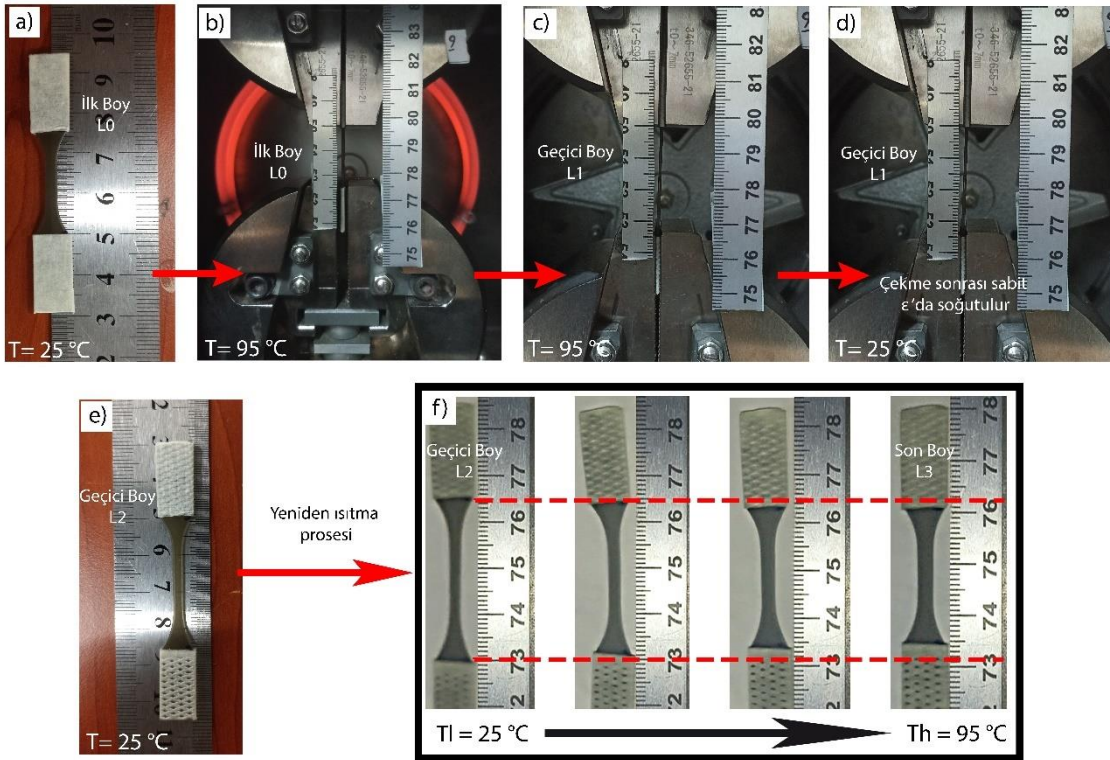
Şekil geri kazanımı  $R_r$  ve sabitlik  $R_f$  oranları Denklemler (3.9) ve (3.10) ile gösterildiği gibi hesaplandı:

$$R_r = \frac{\epsilon_m - \epsilon_u}{\epsilon_m} \quad (3.9)$$

$$R_f = \frac{\epsilon_f}{\epsilon_m} \quad (3.10)$$

burada  $\epsilon_m$  yüksek sıcaklıkta uygulanan gerinimdir,  $\epsilon_u$  toparlanma sonrası kalıcı gerinimdir,  $\epsilon_f$  gerilim boşaltma sonrası geçici gerinimdir.

Bu çalışmada şekil hafızası testleri Shimadzu üniversal çekme test cihazında gerçekleştirilmiştir. Tasarımı ve üretimi yapılan ısıtma haznesi çekme test cihazına monte edilerek test işlemleri gerçekleştirildi. Şekil hafızası numuneleri için ASTM D638.33977 standardında belirtilen numune boyutları kullanılmıştır. DMA sonuçlarına göre saf Elium ve nanokompozit malzemelerin camsı geçiş sıcaklıkları belirlendi ve camsı geçiş sıcaklıklarının üstünde bir sıcaklıkta şekil hafızası işlemi gerçekleştirildi. Burada malzemelerin camsı geçiş sıcaklıkları farklılık gösterdiğinden en yüksek camsı geçiş sıcaklığına sahip olan E+P/1Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanokompozit malzemenin camsı geçiş sıcaklığının üzerinde bir sıcaklık belirlendi ve bütün numuneler bu sıcaklığa ısıtılarak işlemler gerçekleştirildi. Gerekli gerilme ve gerinim seviyesine bağlı olarak,  $T_d$  'deki başlangıç deformasyonu  $T_g$  'nin üstünde veya altında meydana gelebilir (Liu ve ark., 2003). Bu sebeple E+P/1Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 'ün camsı geçiş sıcaklığı 91.68 °C olduğundan bu sıcaklığın üzerinde 95 °C şekil hafızası test sıcaklığı olarak belirlendi ve bütün testler bu sıcaklıkta gerçekleştirildi.



Şekil 3.17. a) Hazırlanan test numunesi Boy:  $L_0$ , b) Çeneler serbest iken malzemenin  $95\text{ }^\circ\text{C}$  'ye ısıtılması Boy:  $L_0$ , c)  $95\text{ }^\circ\text{C}$  'de malzemenin çekilme işlemi Boy:  $L_1$ , d) Çeneler çözülmeyen malzemenin oda sıcaklığına soğutulması Boy:  $L_2=L_1$ , e) Çeneleri serbest bırakılmış numune Boy:  $L_2$ , f) Yeniden ısıtma işlemi ile şekil hafızası özelliğinin gözlemlenmesi Boy:  $L_3 \geq L_0$

Nanokompozit malzemeler ilk olarak çekme cihazına bağlanmadan önce çeneler arası uzaklık 25 mm olacak şekilde belirlendi. Numunelerin 25 mm 'lik kısmı çekileceği için numunelerin bu bölgeleri işaretlenerek fotoğrafları çekildi (Şekil 3.17.a.). Daha sonra nanokompozit malzemeler çekme cihazına yerleştirildi çenelerden biri serbest iken  $5^\circ\text{C}/\text{dk}$  hızında  $T_h=95\text{ }^\circ\text{C}$  sıcaklığına kadar ısıtıldı (Şekil 3.17.b.). Homojen ısıya ulaşan nanokompozit malzemelerin alt çeneleri de bağlanarak  $2\text{ mm}/\text{dk}$  hızında 10 mm çekildikten sonra çeneler sabit iken  $5^\circ\text{C}/\text{dk}$  soğutma hızında oda sıcaklığına kadar soğutuldu (Şekil 3.17. c. ve d.). Soğuyan malzemeler üzerindeki yük boşaltılarak malzemelerin fotoğrafları çekildi (Şekil 3.17. e.). Burada malzemelerin boyları 10 mm uzatılmasına rağmen boylarda bir miktar geri çekme meydana gelmesi beklenebilir ancak bu durum bütün malzemeler için geçerli değildir. Malzemenin boyunda bir miktar geri çekilme olmasının sebebi malzemelerin elastik bölgedeki çekmenin geri yüklenmesi olarak tanımlanmaktadır (Kamyab ve ark., 2021). Ancak bu çalışmada kullanılan Elium reçinesinde bu şekilde bir geri çekme meydana gelmemiştir. Malzemeler tekrardan ısıtma haznesine yerleştirilerek  $5\text{ }^\circ\text{C}/\text{dk}$  ısıtma hızında  $T_h=95\text{ }^\circ\text{C}$  sıcaklığa tekrar ısıtıldı. Malzemeler ısınırken boy değişimi adım adım kameraya kaydedildi ve nihai sıcaklığa

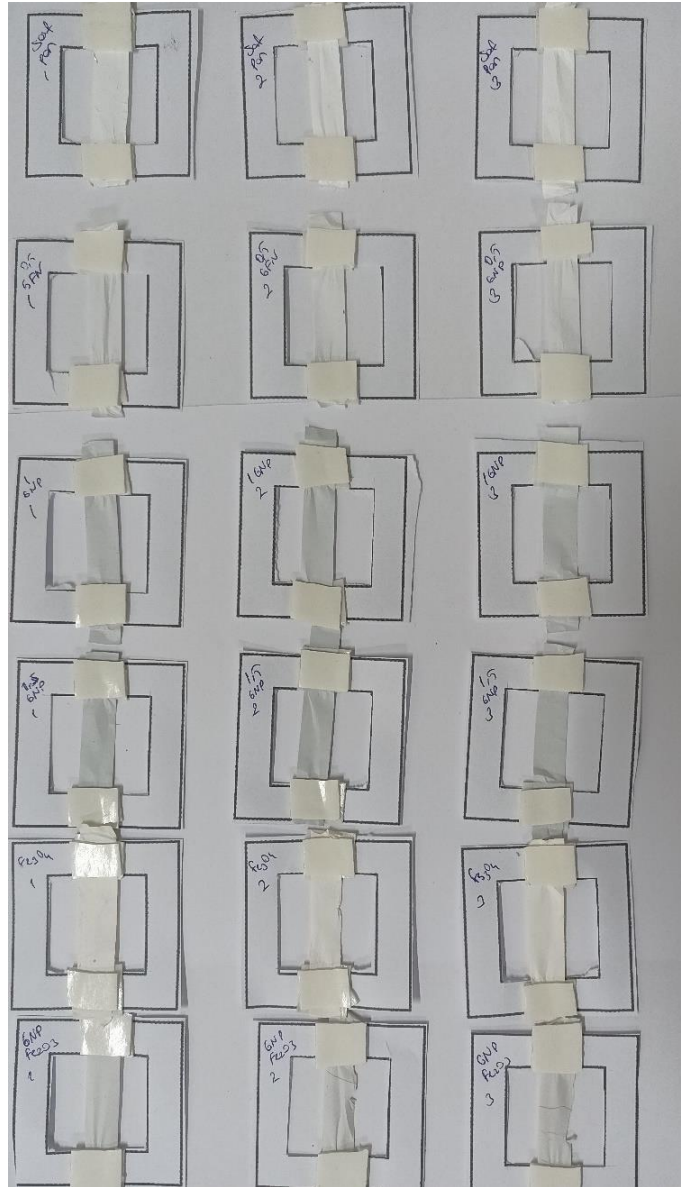
ulařtıktan sonra yaklaşık 10 dk. beklendi ve malzeme tekrar sođutuldu. Burada malzemenin ilk řekline geri d6nd6đđ g6zlemlendi ve fotođrafları ekildi. İlk řekline geri d6nen malzemelerin boyları 25 mm olan ilk boyundan bir miktar daha uzun olarak 6l6ld6 bu da malzemenin geri d6n6ř oranını vermektedir. Malzeme eđer 25 mm' ye tam olarak ulařırsa geri d6n6ř oranı %100 anlamına gelmektedir. Ancak her malzemedede bu durum gerekleřmemektedir. Bu tez alıřmasının ana konusu da bu durumu incelemek ve matris malzemeyi farklı řekillerde modifiye ederek řekil hafızası geri d6n6ř oranını artırmaktır.

## 4. ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA

### 4.1. Çekme Testi Sonuçları

#### 4.1.1. Nanoelyafların Çekme Test Sonuçları

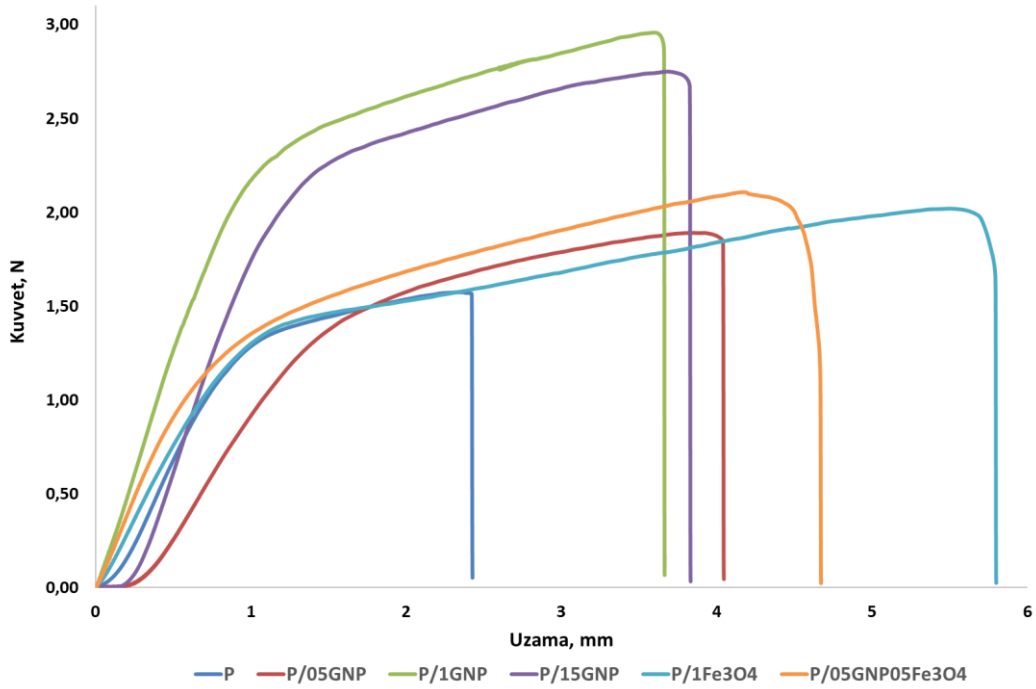
Elektro-eğirme yöntemiyle üretilen PAN, PAN/05GNP, PAN/1GNP, PAN/15GNP, PAN/1Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, PAN/05GNP05Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoelyafların mekanik dayanımlarını belirlemek için çekme testleri gerçekleştirilmiştir. Test numuneleri ASTM D38-14 standardına göre hazırlanmış olup ölçüleri 10 mm x 50 mm x 0.05 mm olarak hazırlanmıştır. Şekil 4.1 'de üretilen nanofiberlerin test numuneleri gösterilmektedir. Hazırlanan test numuneleri çekme cihazına yerleştirilirken çeneler arası mesafe 10 mm olacak şekilde ayarlanmıştır ve 5 mm/dk çekme hızında testler gerçekleştirilmiştir.



Şekil 4.1. Üretilen katkı/katkısız PAN nanofiberlerin çekme test numuneleri

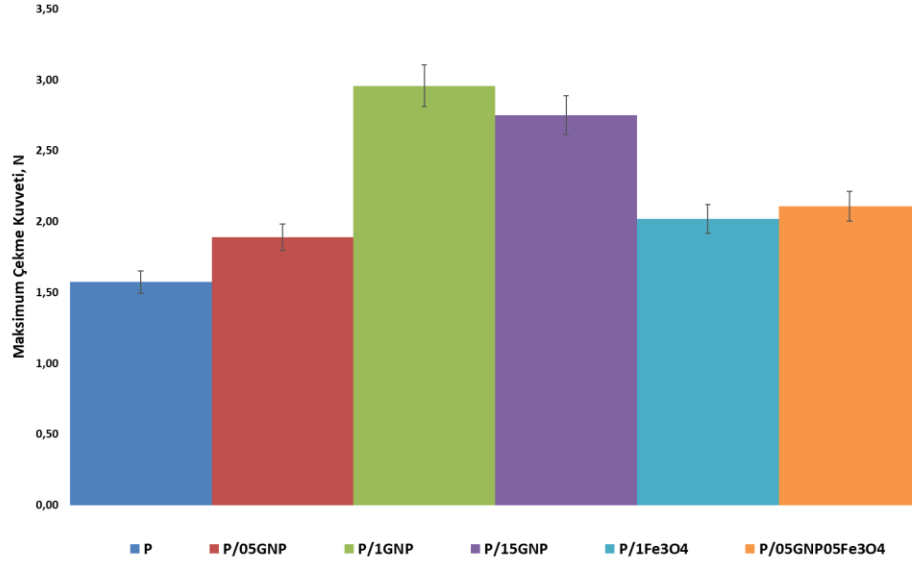
Nanoelyafların çekme testi sonucu Gerilme-Yüzde uzama grafikleri Şekil 4.2 'de gösterilmektedir. PAN, PAN/05GNP, PAN/1GNP, PAN/15GNP, PAN/1Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ve PAN/05GNP05Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoelyafların ortalama maksimum çekme kuvvetleri sırasıyla 1.57 N, 1.89 N, 2.96 N, 2.75 N, 2.02 N ve 2.11 N 'dir. Nanoelyafların çekme testlerine göre ortalama maksimum çekme kuvveti en yüksek çıkan PAN/1GNP 'dir ve saf PAN nanoelyafa göre %88.5, PAN/1Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoelyafa göre %46.53 oranında artmıştır. Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanopartikül katkılı nanoelyaf, saf PAN nanoelyafa göre %28.66 artış sağlanmıştır. Diğer sonuçlara da bakıldığında nanofiber içerisine takviye edilen GNP nanopartiküller nanoelyafların çekme dayanımına olumlu yönde katkı sağladığı görülmektedir.

PAN, PAN/05GNP, PAN/1GNP, PAN/15GNP, PAN/1Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ve PAN/05GNP05Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoelyafların ortalama en büyük çekme uzamaları sırasıyla 2.43 mm, 4.05 mm, 3.67 mm, 3.83 mm, 5.80 mm, 4.67 mm 'dir. Nanoelyafların çekme testlerine göre ortalama en büyük çekme uzaması en yüksek çıkan PAN/1Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 'dir ve saf PAN nanoelyafa göre %138.68 oranında artmıştır. PAN/1GNP nanoelyafa göre ise ortalama en büyük çekme uzaması %58.04 oranında artmıştır.



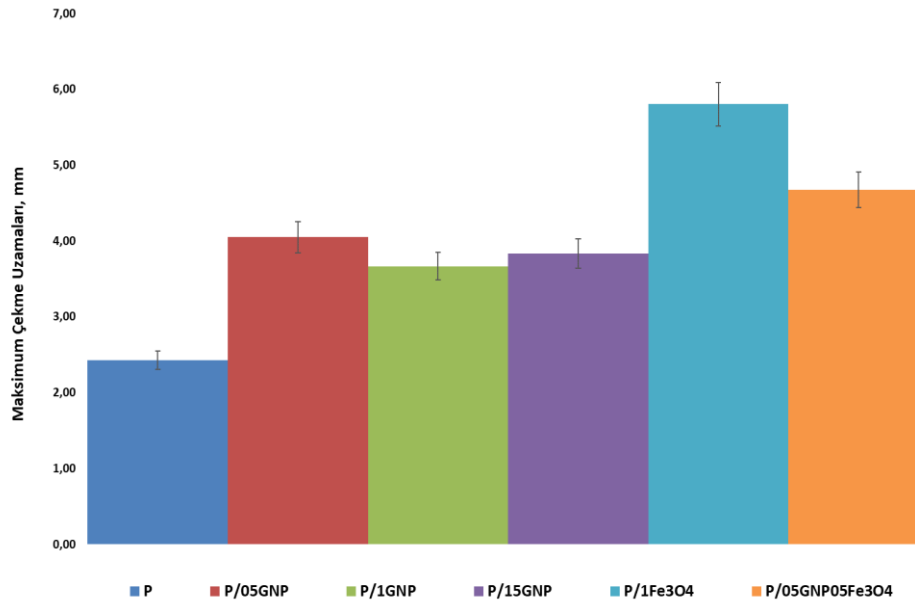
Şekil 4.2. Nanofiberlerin Kuvvet - Uzama grafiği

Şekil 4.3.' de çekme testi yapılan nanoelyafların ortalama en büyük çekme kuvvet değerleri sütun grafiğinde görülmektedir.



Şekil 4.3. En büyük çekme kuvvetleri

Şekil 4.4.' de nanoelyafların çekme sonucu en büyük uzama değerleri görülmektedir.



Şekil 4.4. En büyük uzamaları

Nanoelyafların ortalama en büyük çekme kuvvetleri ( $P_{\text{enbüyük}}$ ), ortalama en büyük çekme uzamaları ( $\delta_{\text{enbüyük}}$ ) çizelge 4.1 'de sunulmuştur. Çizelgeye bakıldığında ortalama en büyük çekme kuvvetine sahip olan nanoelyaf P/1GNP iken ortalama en büyük uzamaya sahip olan nanoelyaf P/1Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> olarak gözlemlenmiştir. Hibrit

(P/05GNP05Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) nanoelyafın ortalama en büyük çekme kuvveti ve uzaması ise diğer iki nanoelyafın arasında çıkmıştır.

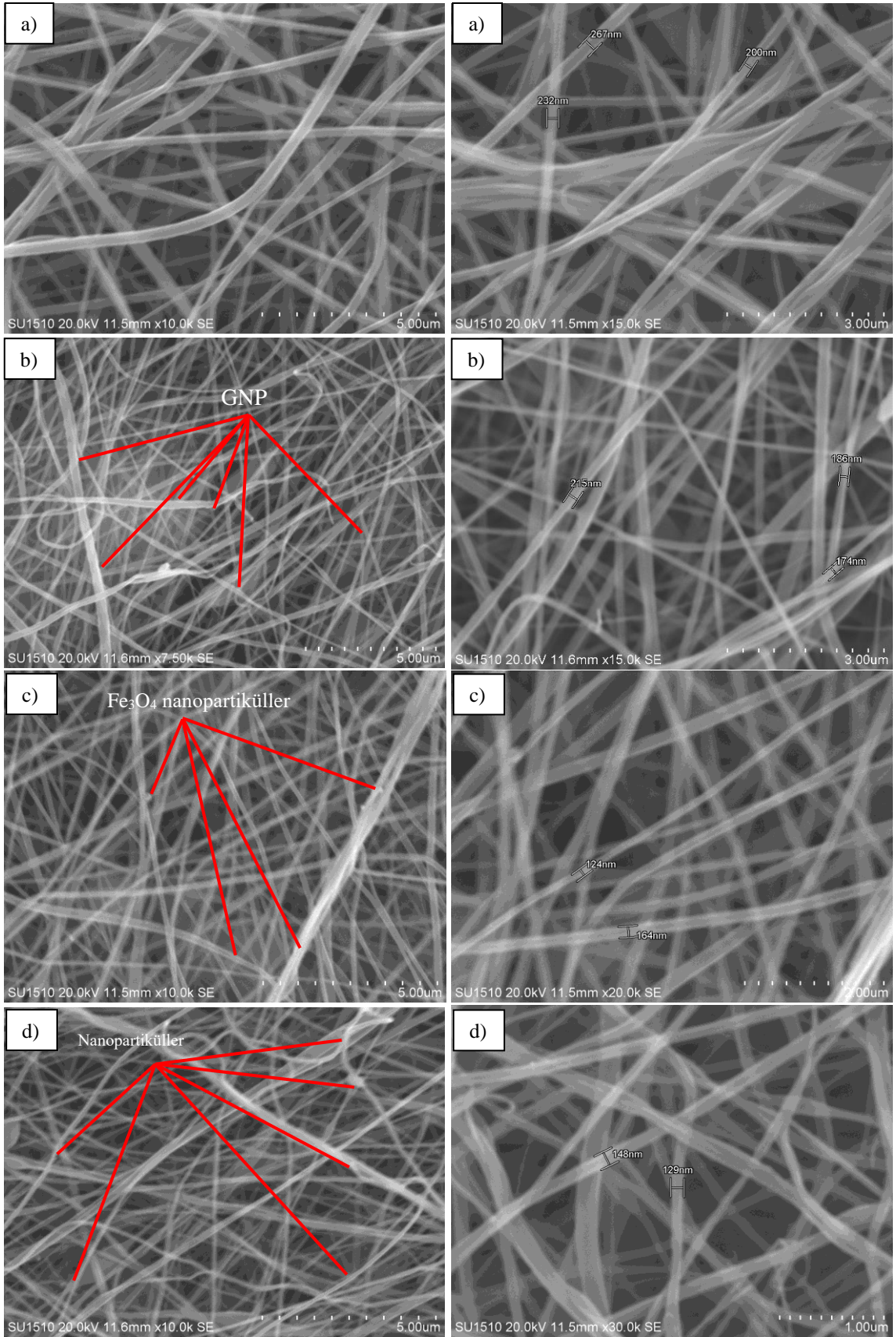
Çizelge 4.1. Nanofiberlerin Maksimum yük ( $P_{\text{enbüyük}}$ ), maksimum uzama ( $\delta_{\text{enbüyük}}$ ) değerleri

Nanofiberler	$P_{\text{enbüyük}}$ (N)	$\delta_{\text{enbüyük}}$ (mm)
P	1.57	2.43
P/05GNP	1.89	4.05
P/1GNP	2.96	3.67
P/15GNP	2.75	3.83
P/1Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	2.02	5.80
P/05GNP05Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	2.11	4.67

#### 4.1.2. Nanoelyafların SEM Görüntüleri

Elektro-eğirme yöntemiyle üretilen nanoelyafların SEM görüntüleri Hitachi-SU 1510 SEM cihazı kullanılarak alınmıştır. Görüntüler alınmada önce Leica, EM, ACE600 marka kaplama cihazında numuneler altın/paladyum ile kaplanmıştır. 20 kV elektriksel potansiyel fark uygulanarak, 5KX, 10KX ve 20KX büyütme oranlarında SEM görüntüleri elde edilmiştir. Fiber çaplarının ölçülmesi ise IMAGE-J programında gerçekleştirilmiştir.

Şekil 4.5 'te üretilen nanoelyafların SEM görüntüleri verilmiştir. Şekil 4.5.a 'da PAN nanofiberlerin fiber çapları 230-270 nm aralığında olduğu görülmektedir (Şekil 4.5.b). Nanofiberlere GNP nanopartikül katıldığında solüsyon iletkenliği arttığından elyaf çaplarında düşüş meydana gelmiş ve 170-210 nm aralığında olduğu görülmektedir (Şekil 4.5.c). GNP katkılı nanofiberlerin fiber çaplarına bakıldığında saf PAN nanofibere göre çaplarda ortalama %24 oranında düşüş meydana gelmiştir. Bunun nedeni nanofiberlerin üretimi esnasında solüsyonun elektriksel iletkenliği arttığında fiber çaplarının düşmesi olarak yorumlanmaktadır (Ekrem, 2015). Nanopartiküllerin fiber içerisinde homojen dağılımı malzeme özellikleri için önem arz etmektedir. Şekil 4.3.d 'ye bakıldığında fiberler içerisinde nanopartiküller görülmektedir. İçerisine Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanopartikül katıldığında da fiber çapları 130-160 nm aralığında çıkmıştır (Şekil 4.5.e). Saf PAN nanofiberlere göre çaplarda ortalama %42 oranında düşüş görülmektedir. Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanopartikül katkısı Şekil 4.3.f 'de görülmektedir. Şekil 4.5.g 'de GNP ve Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> katkılı PAN nanoelyafların SEM görüntüleri görülmektedir ve fiber çapları 125-140 nm aralığında çıkmaktadır. Saf PAN nanofiber çapları ile karşılaştırıldığında çaplarda ortalama %48 oranında düşüş meydana gelmiştir. Nanopartiküllerin katkısı Şekil 4.5.h 'de görülmektedir.



Şekil 4.5. Üretilen nanofiberlerin SEM görüntüleri, a) Saf PAN, b) P/1GNP, c) P/1Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, d) P/0.5GNP/0.5Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

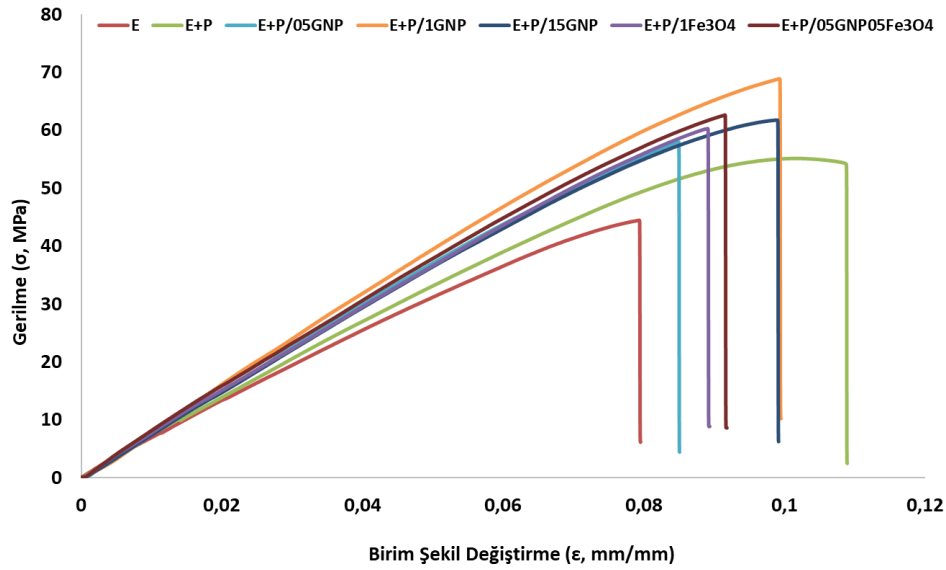
Nanofiber içerisinde bulunan nanopartiküllerin varlığını SEM görüntülerinde görmek mümkündür. Görüntülere bakıldığında saf PAN nanofiberde boylu boyunca uzanan bir fiber çapı düzgün bir şekilde giderken, nanopartikül katkılı nanofiberlerde fiber çapı bazı bölgelerde küçük ve düzensiz şişlikler olarak görülmektedir. Bu bölgeler nanopartiküllerin fiberlerin içerisinde mevcut olmasından dolayı bu şekilde bir görüntü ortaya çıkmaktadır.

#### 4.1.3. Tabakalı Nanokompozitlerin Çekme Test Sonuçları

Üretilen tabakalı nanokompozit malzemelerin gerilme- birim şekil değiştirme grafiği Şekil 4.6 'da verilmiştir. Saf Elium reçine çekme testi sonucu çekme dayanımı 44.44 MPa ve en büyük şekil değiştirmesi 0.08 'dir. Elium veri dosyasında %3 peroksit katkılı çekme dayanımı 53.9 MPa ve en büyük şekil değişimi 0.018 olarak verilmiştir. Bu çalışmada nanokompozitler %2 peroksit oranı ile üretilmiştir ve yapılan çekme testi sonucu peroksit oranının çekme dayanımına etkisi açıkça görülmektedir. Ancak peroksit oranı düştükçe malzemenin şekil değişimi özelliği arttığından daha sünek hale gelmektedir.

Elium-PAN nanofiber katkılı nanokompozit malzemenin çekme dayanımı 55.10 MPa' dır. Saf Elium 'a göre çekme dayanımında %23.9 oranında bir artış gözlemlenmiştir. Elium- %0.5GNP+PAN nanofiber katkılı nanokompozit malzemenin çekme dayanımı 57.95 MPa 'dır. Saf elium malzemeye göre çekme dayanımı %30.4 'lük, Elium-PAN nanofiber katkılı nanokompozit malzemeye göre çekme dayanımında % 5.17 'lik bir artış gözlemlenmiştir. Elium-%1GNP+PAN nanofiber katkılı nanokompozit malzemenin çekme dayanımı 68.86 MPa 'dır. Saf Elium malzemeye göre çekme dayanımı %54.9 'luk, Elium-PAN nanofiber katkılı nanokompozit malzemeye göre çekme dayanımında %24.97 'lik bir artış gözlemlenmiştir. Elium-%1.5GNP+PAN nanofiber katkılı nanokompozit malzemenin çekme dayanımı 61.72 MPa 'dır. Saf Elium malzemeye göre çekme dayanımı %38.88 'lik, Elium-PAN nanofiber katkılı nanokompozit malzemeye göre çekme dayanımında %12.01 'lik bir artış gözlemlenmiştir. Görüldüğü üzere GNP katkısının çekme dayanımını artırma yönündeki etkisi en iyi %1 oranında gerçekleşmiştir. Elium-%1Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>+PAN nanofiber katkılı nanokompozit malzemenin çekme dayanımı 60.25 MPa 'dır. Saf Elium malzemeye göre çekme dayanımı %35.57 'lik, Elium-PAN nanofiber katkılı nanokompozit malzemeye göre çekme dayanımında %9.34 'lik bir artış gözlemlenmiştir. Çekme testi sonuçlarına

göre çekme dayanımları ve birim şekil değiştirmelerindeki artış sebepleri SEM görüntüleri bölümünde anlatılmıştır.



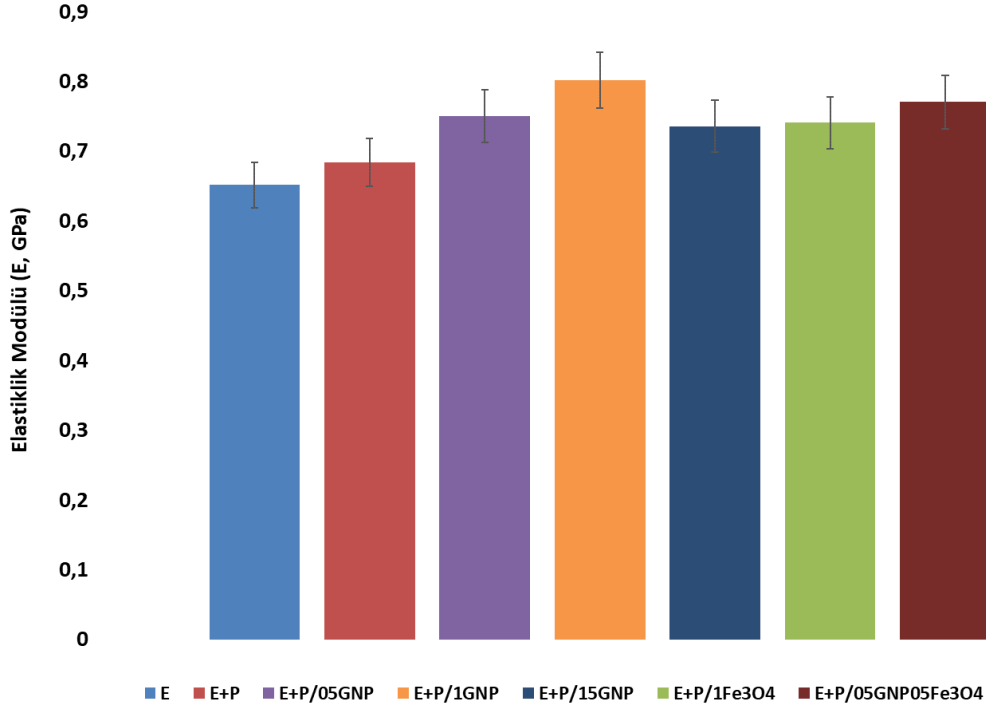
Şekil 4.6. Nanokompozit malzemelerin çekme test grafiği

Elium-%0.5GNP+%0.5Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>+PAN nanofiber katkılı nanokompozit malzemenin ortalama çekme dayanımı 62.61 MPa 'dır. Saf Elium malzemeye göre ortalama çekme dayanımı %40.88 'lik, Elium-PAN nanofiber katkılı nanokompozit malzemeye göre ortalama çekme dayanımında %13.62'lik bir artış gözlemlenmiştir. Hibrit olarak tanımladığımız Elium- %0.5GNP+%0.5Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>+PAN nanofiber katkılı nanokompozitlerin çekme mukavemetinin %1GNP katkılı PAN ile güçlendirilmiş Elium nanokompozit levhanın mukavemeti ile %1Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanopartikül katkılı PAN nanofiber ile güçlendirilmiş Elium nanokompozit levhanın mukavemet değerinin arasında bir değer çıkması beklen bir sonuçtur. Çizelge 4.2 'de tabakalı nanokompozit malzemelerin çekme mukavemeti, elastiklik modülü ve en büyük gerilmeye karşılık gerinim değerleri verilmektedir.

Çizelge 4.2. Nanokompozit malzemelerin mekanik özellikleri

	$\sigma_m$ (MPa)	% değişim	Elastiklik Modülü (GPa)	% değişim	$\epsilon_m$	% değişim
<b>E</b>	44.44 ±0.5	ref	0.65 ±0.05	ref	0.08 ±0.01	ref
<b>E+P</b>	55.10 ±0.5	23.98	0.68 ±0.03	4.61	0.11 ±0.01	37.5
<b>E+P/05GNP</b>	57.95 ±0.5	30.40	0.75 ±0.02	15.38	0.085 ±0.01	6.25
<b>E+P/1GNP</b>	68.86 ±0.5	54.95	0.8 ±0.03	23.07	0.099 ±0.01	23.75
<b>E+P/15GNP</b>	61.72 ±0.5	38.88	0.74 ±0.02	13.85	0.099 ±0.01	23.75
<b>E+P/1Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub></b>	60.25 ±0.5	35.57	0.74 ±0.02	13.85	0.09 ±0.01	12.5
<b>E+P/05GNP05Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub></b>	62.61 ±0.5	40.88	0.77 ±0.02	18.46	0.092 ±0.01	15

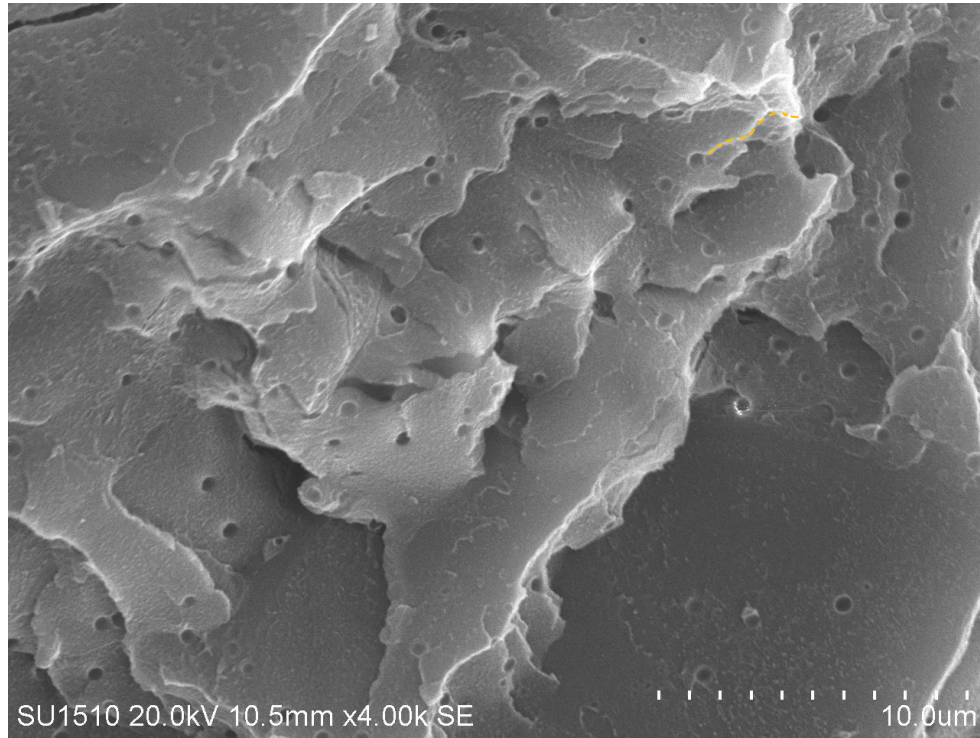
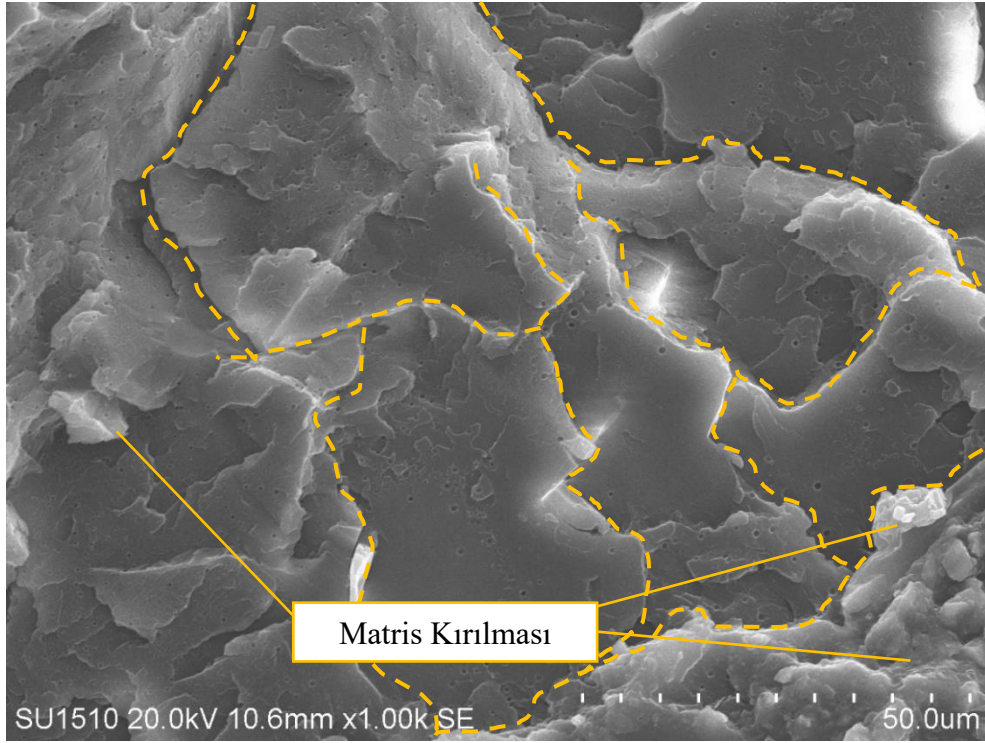
Şekil 4.7. 'de çekme testi yapılan nanokompozit malzemelerin elastiklik modülleri sütun grafiği olarak gösterilmektedir. Nanokompozit levhaların elastiklik modüllerinin hesaplanması için uygulanan metot ASTM E111 standardına göre gerilme – birim şekil değiştirme grafiğinde akma mukavemetinin altında kalan gerilmelere karşılık gelen eğrilere teğet çizilerek bu çizgilerin eğiminden hesaplanmıştır.



Şekil 4.7. Üretilen nanokompozitlerin elastiklik modülleri

#### 4.1.4. Kırılma Yüzeyleri SEM Görüntüleri

Nanokompozit malzemelerden üretilen numunelerin çekme testleri yapıldıktan sonra kopan numunelerin kırılma yüzeylerinin yapısını, morfolojisini ve kırılma yüzeyini analiz etmek için Hitachi-SU 1510 marka SEM cihazı ile görüntüleri alındı. Çekme testi sonucu kırık yüzeylerin SEM görüntülerine bakıldığında kırık yüzeylerde oluşan hasar mekanizmaları ayrıntılı bir şekilde incelenmiştir. Şekil 4.8 'de saf Elium malzemenin kırık yüzeylerinin SEM görüntüleri gösterilmektedir. Şekle bakıldığında elium malzemesinde kırılmaların meydana geldiği görülmektedir.



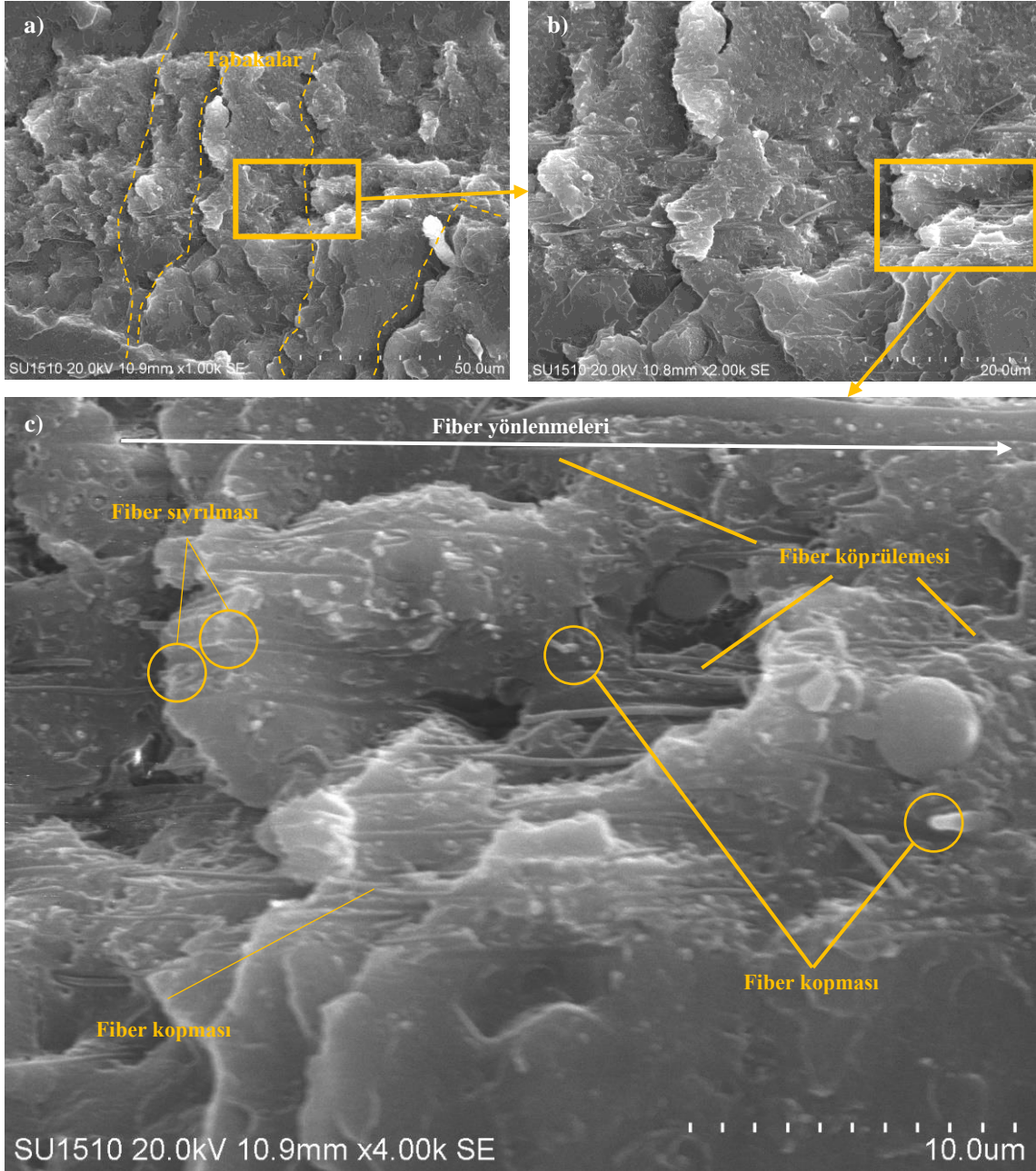
Şekil 4.8. Saf Elyum kırık yüzey SEM görüntüleri

Şekil 4.9 'da Elyum+PAN nanokompozitin kırılma yüzeyinin SEM görüntüsü görülmektedir. 12 tabakalı PAN nanofiberlerin katılmasıyla üretilen nanokompozit malzemelerin çekme dayanımları artırdığı çekme test sonuçlarına göre açıkça görülmektedir. Burada PAN nanofiberlerin tambur etrafında döndürülerek üretilmesi de

nanofiberlerin yönlenmesini sağlamış nanokompozit üretilirken nanofiberlerin yönlenmeleri dikkate alınarak fiber yönlenmeleri (Şekil 4.9.c, 4.10.b, 4.11.a, 4.12.b) ile çekme yönü aynı düzlemde olacak şekilde üretilmiştir. Fiberlerin çekme eksenine göre paralel yönlenmesi çekme dayanımının artmasını sağlamıştır. PAN nanofiber katkılı tabakalı nanokompozitlerin kırılması sırasında çatlakların ilerlemesini engelleyici bazı mekanizmalar geliştirdiği gözlemlenmektedir. Fiber sıyrılması, fiberlerin çatlaklar üzerinden köprüleme yapıp çatlak köprülenmesi, fiber kopması gibi kırılma mekanizmaları nanokompozit malzemenin tokluğuna önemli yönde etki ettiği görülmektedir.

Şekil 4.9.a 'ya bakıldığında tabakalar arası ayrılmalar görülmektedir. Bu da nanoelyaf ile matris arasında arayüzeyin zayıf olduğunu göstermektedir. Nanofiber katkısı genel anlamda nanokompozit malzemenin çekme mukavemetini artırırken hasar bölgesine bakıldığında tabakalar arası ayrılmaların gözüktüğü bunun da arayüz zayıflığından dolayı olduğu gözlemlenmektedir. Bunun yanında tabakalar arası ayrılmalar olurken buralarda fiber köprülenmeleri de görülmektedir. Bu duruma çekme sonuçları ile beraber bakıldığında nanokompozit malzemenin hem gerilme esnasında mukavemetinin arttığı hem de hasar sonrası tokluğunu artırdığı söylenebilir. İyi bir fiber matris arayüzünün olduğu bölgelerde hasarlar genellikle matris kırılması olarak gözlemlenmiştir.

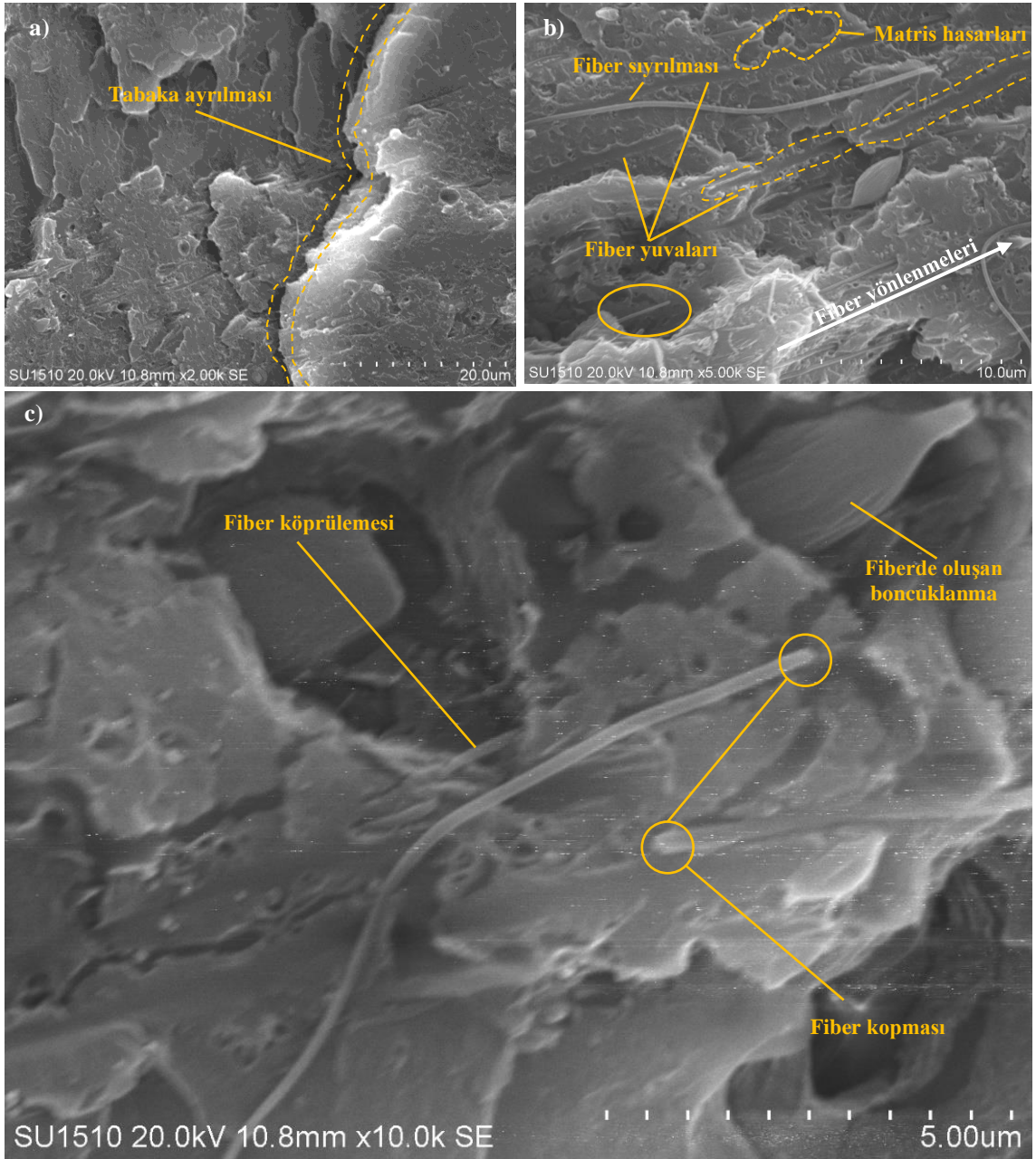
Şekil 4.9.c 'ye bakıldığında fiber ayrılmaları görülmektedir. Fiber ayrılmaları da fiber matris ara yüzünün zayıf olduğu durumu göstermektedir. Ancak fiber matris arayüz zayıflığı hasar bölgesinin tamamında bu şekilde değildir. Fiber matris arayüzünün iyi olduğu bölgelerde gerilmenin artarak yoğunlaştığı ve sonunda fiber kopmaları olduğu görülmektedir. Fiber sıyrılması durumu fiber matris arayüzünün zayıf olduğunu gösterse dahi bu bölgelerde fiber sıyrılırken nanokompozit malzemedeki ekstra enerji gereksinimini arttıracığından malzemenin çatlak başlama ve ilerleme direncini artırarak tokluk özelliklerinin iyileştirmektedir. Sıyrılan fiberlerin genel olarak üzerlerinde ya da fiber yuvalarının etraflarında kırılan Elyum parçacıkları görülmektedir. Bu da fiber/matris bağlantısının nanokompozit malzemedeki iyi olduğuna işaret etmektedir. Ayrıca, fiber yuvaları içerisindeki matris hasarları ve plastik şekil değiştirmiş bölgeler yine arayüzey bağlantısının nanokompozit malzemedeki üstün olduğunun göstergesidir.



Şekil 4.9. E+P kırık yüzey SEM görüntüleri, a) 1KX büyütme, b) 2KX büyütme, c)4KX büyütme

Şekil 4.10 'da PAN ağırlığına %1 oranında GNP ile takviyelendirilmiş nanoelyaf katkılı kompozit malzemenin çekme sonucu kırık yüzeylerinin SEM görüntüleri gösterilmektedir. Burada fiber katkılı nanokompozitte görülen hasar mekanizmalarına benzer hasarlar yer almaktadır. Görüntülere ayrıntılı bakıldığında hasar bölgesindeki çatlak ilerlemeleri daha fazla dallanmış ve yön değiştirmelerden dolayı çatlak ilerleme yolunun uzamış olduğu görülmektedir bu da nanokompozit malzemenin kırılma tokluğunu artırdığını göstermektedir. GNP katkısından dolayı fiber matris arayüzünün

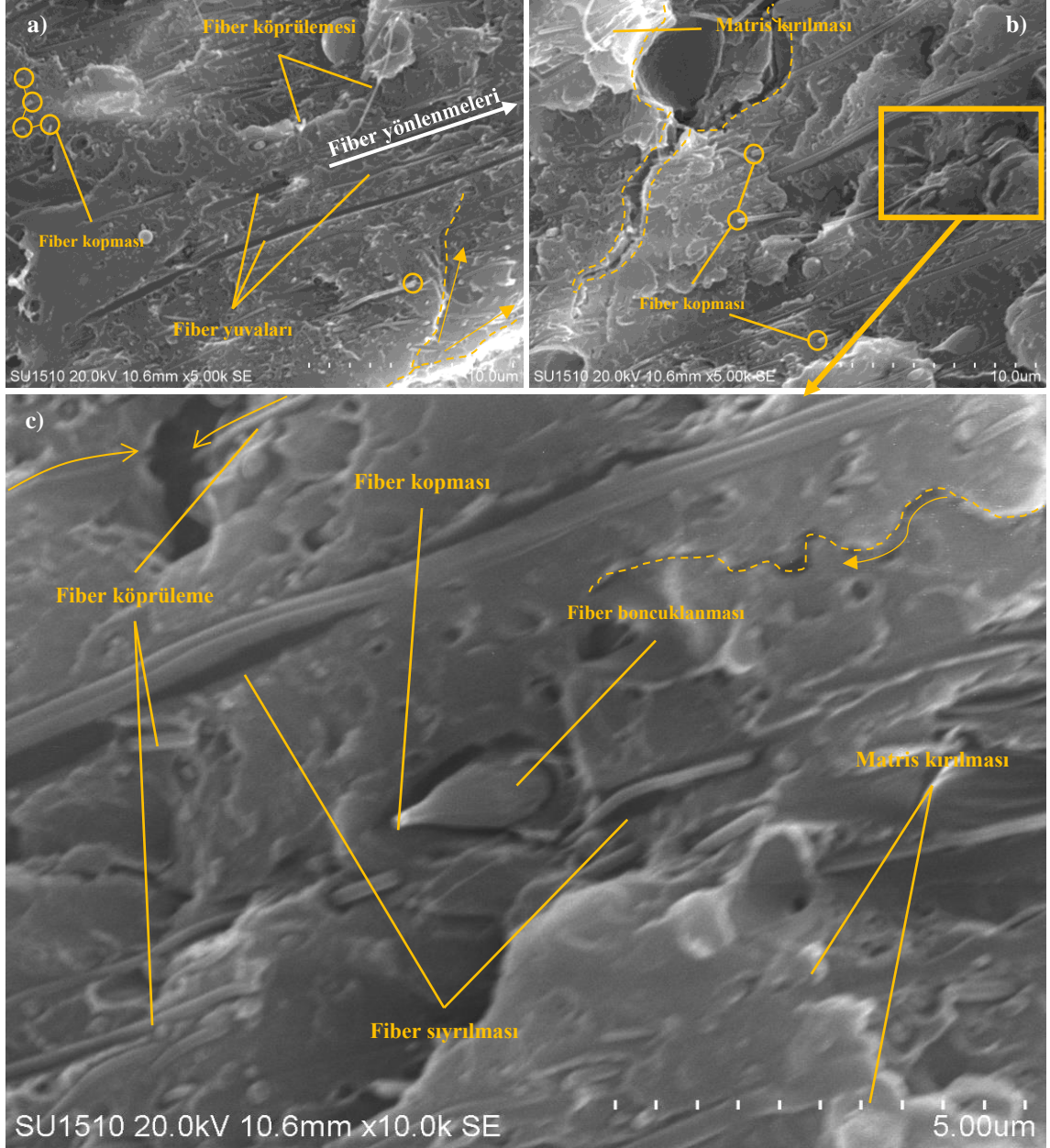
birbirine bağlanmasını daha da artırmış bu da nanokompozit malzemenin mukavemetinin artmasını sağlamıştır.



Şekil 4.10. E+P/IGNP kırık yüzey SEM görüntüleri, a) 2KX büyütme, b) 5KX büyütme, c) 10KX büyütme

Şekil 4.11 'de  $Fe_3O_4$  nanopartikül katkılı PAN nanoelyaflarla üretilmiş tabakalı nanokompozit malzemelerin SEM görüntüleri yer almaktadır.  $Fe_3O_4$  nanopartiküller polimer matris içindeki yük transferine katkıda bulunarak malzemenin çekme mukavemetini artırmışlardır. Bazı bölgelerde iyi bir fiber matris arayüz bağlanması olduğundan buralarda matris kırılması görülürken fiber kopması da hasar bölgesinde

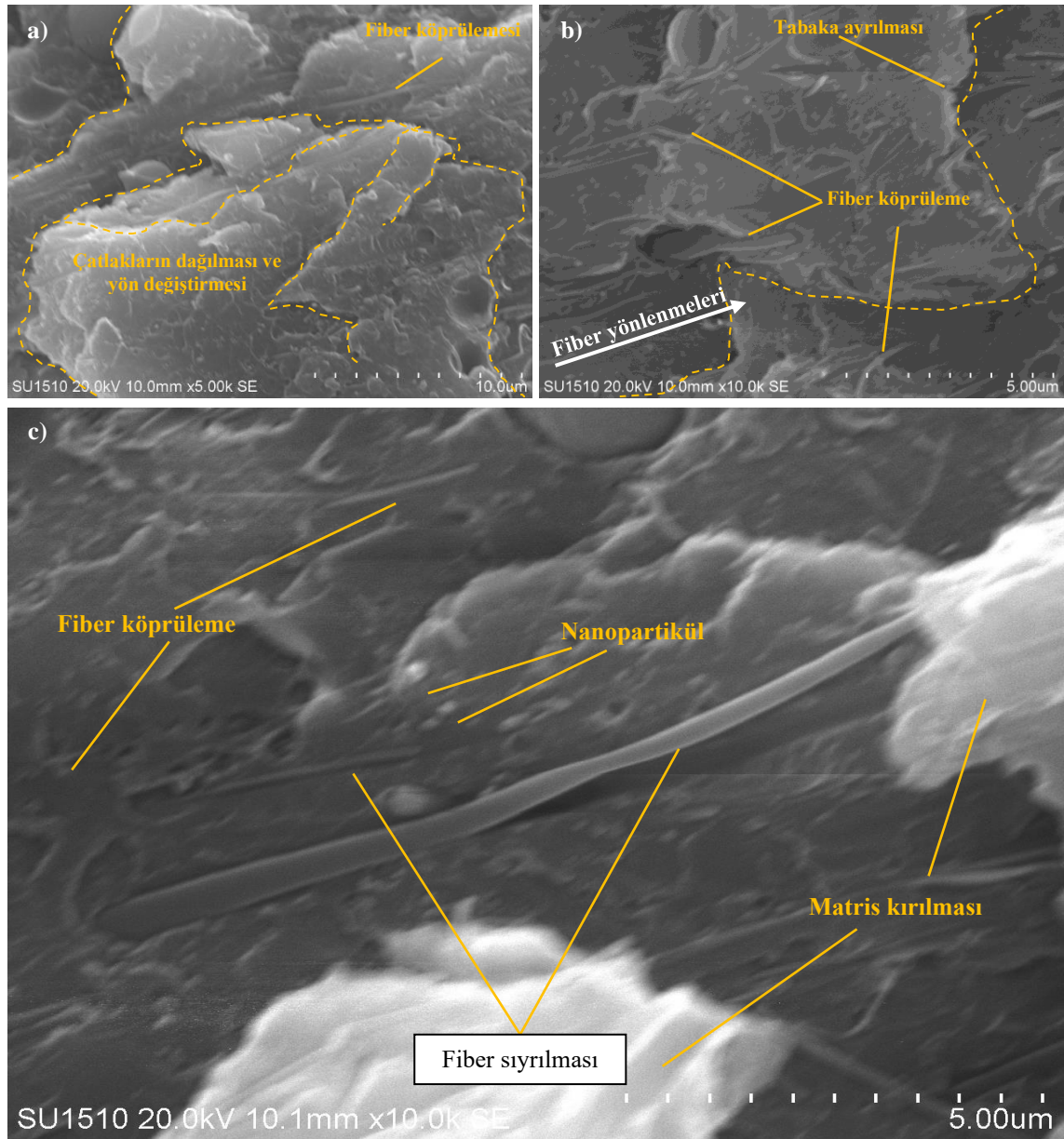
fazlaca bulunmaktadır. Şekil 4.11.c 'ye bakıldığında fiberde boncuklanma görülmektedir. Bunun da nanoelyaf üretimi esnasında çözelti konsantrasyonunun düşük olması sebebiyle oluştuğu düşünülebilir.



Şekil 4.11. E+P/1Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> kırık yüzey SEM görüntüleri, a) 5KX büyütme, b) 5KX büyütme, c) 10KX büyütme

Şekil 4.12 'de hibrit nanokompozit malzemenin SEM görüntüleri yer almaktadır. Hasarlara bakıldığında çatlak ilerlemelerin yoğun bir şekilde yön değiştirdiği ve dallandığı görülmektedir. Bu durum çatlağın ilerleme esnasında nanopartikülle karşılaşması sonucu yön değiştirmesi ve dallanması şeklinde düşünülmektedir. Bu durum

malzemenin tokluğunu artırmaktadır. Fiber sıyrılmaları ve sıyrılan fiberin kopması durumu da gözlemlenmektedir.



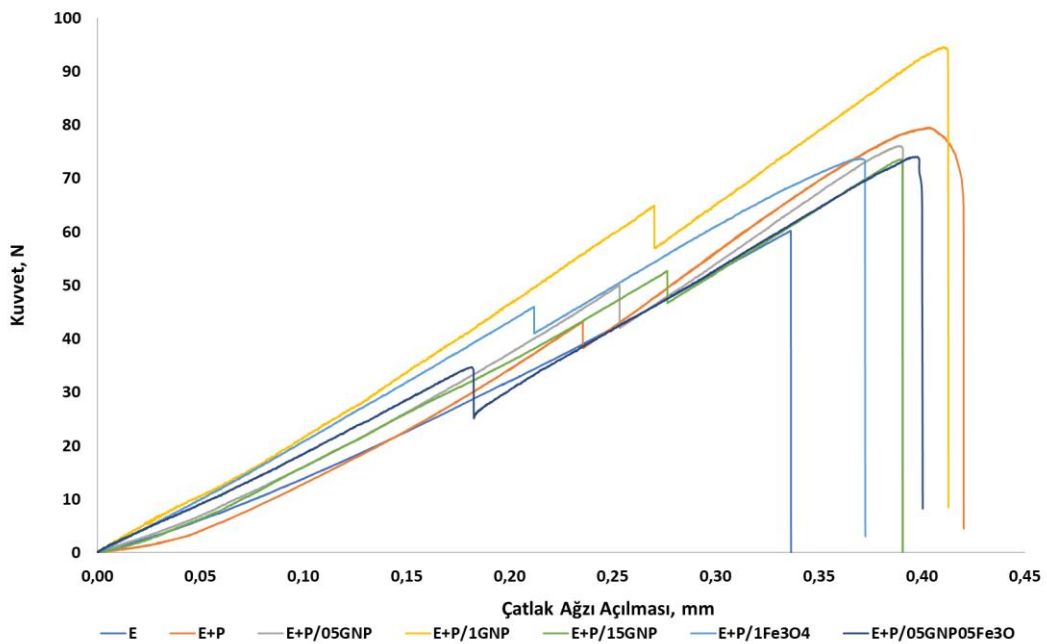
Şekil 4.12. E+P/05GNP05Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> kırık yüzey SEM görüntüleri, a) 5KX büyütme, b) 10KX büyütme, c)10KX büyütme

Nanokompozit malzemelerin çekme testleri sonucu oluşan hasarlı yüzeylerin SEM görüntülerinde genel itibariyle nanoelyaf katkı ve nanopartikül ile güçlendirilmiş nanoelyaf katkı nanokompozit malzemelerde benzer hasar mekanizmaları gözlemlenmiştir. Ancak bu hasar mekanizmalarından hangisinin daha yoğun olduğu ve mukavemete hangisinin daha fazla etki ettiği durumunu yorumlamak çok zordur. Bu sebeple çekme testleri sonucu nanokompozit malzemelerin çekme dayanımları ile birlikte

SEM görüntülerinin yorumlanması nanokompozit malzemelerin mekanik özelliklerinin belirlenmesinde daha sağlıklı bir yol olarak düşünülmüştür. Sonuç olarak fiber katkısı sayesinde hasar oluşması için daha fazla enerji gerektirdiğini ve hasar oluşumu sonrası hasarın ilerlemesi için de daha fazla enerji ihtiyacı olduğu sonucuna varılmaktadır. Nanopartikül ile güçlendirilmiş nanofiber katkılı nanokompozitlerde de hasar oluşana kadar gerekli olan enerjinin daha fazla olduğu ve hasar sonrası oluşan çatlakların ilerlemesini nanopartiküllerin zorlaştırdığı, yer yer durdurduğu bunun da nanokompozit malzemenin tokluğuna olumlu yönde etki ettiği görülmektedir.

#### 4.2. Mod I Translaminar Kırılma Tokluğu Testi

PAN nanofiber ile güçlendirilmiş tabakalı nanokompozit numunelerin mod-I translaminar kırılma testlerinden elde edilen yük (P) – yer değiştirme ( $\delta$ ) eğrileri Şekil 4.13. 'te gösterilmiştir. P- $\delta$  eğrileri incelendiğinde tüm numunelerde yükleme sırasında, çatlak ilerlemesi başlangıç noktasına kadar neredeyse doğrusal bir davranış gösterdiği gözlenmektedir.



Şekil 4.13. Mod-I kırılma tokluğu testi uygulanmış nanokompozitlerin Kuvvet-çatlak ağzı açılma eğrileri

Mod-I translaminar kırılma tokluğu testi ASTM E1922/E1922M-22 standardına göre yapılmıştır. Kritik translaminar kırılma tokluğu,  $K_{TLkritik}$ , kenar çentikli numunenin elastik gerilme analizine dayanarak oluşturulan denklemler kullanılarak bu yükten

hesaplanır. Bölüm 3.4.2 'de anlatıldığı gibi denklem 3.5 'e göre K gerilme şiddet faktörü hesaplanmıştır.

$$K_{kritik} = \left[ \frac{P}{BW^{1/2}} \right] \alpha^{1/2} [1.4 + \alpha] [3.97 - 10.88\alpha + 26.25\alpha^2 - 38.9\alpha^3 + 30.15\alpha^4 - 9.27\alpha^5] / [1 - \alpha]^{3/2}$$

$$\alpha = \frac{a_n}{W} = \frac{7.75 \text{ mm}}{15.5 \text{ mm}} = 0.5$$

$$B = 2 \text{ mm}$$

$$W = 15.5 \text{ mm}$$

Yukarıdaki formüle göre nanokompozit malzemelerin  $K_{kritik}$  değerleri Çizelge 4.3 'de tablo halinde verilmiştir.

Çizelge 4.3. Numuneler için hesaplanan  $K_{kritik}$  değerleri

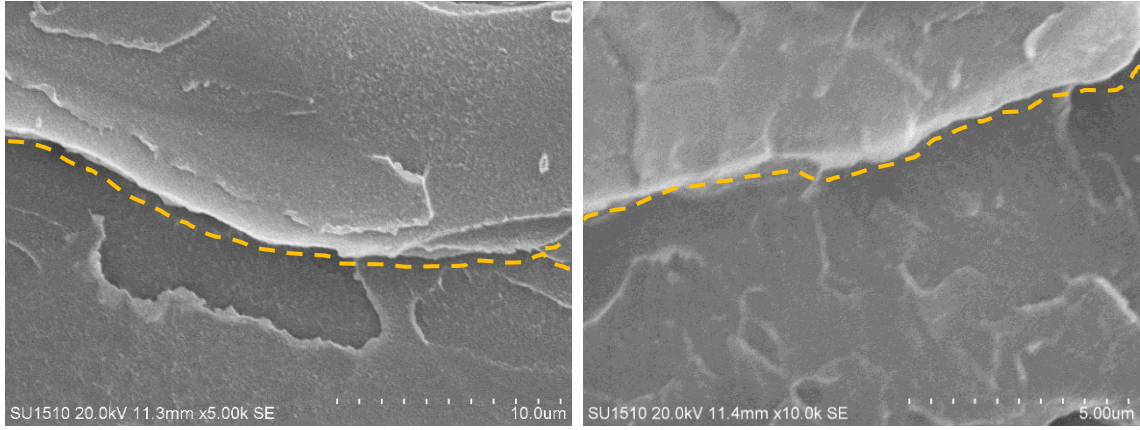
Numuneler	$K_{kritik}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )	$\Delta V_n/V_{n-o}$
E	1.676	0
E+P	2.215	0.081
E+P/05GNP	2.118	0.114
E+P/1GNP	2.633	0.079
E+P/15GNP	2.048	0.083
E+P/1Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	2.052	0.088
E+P/05GNP05Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	2.062	0.087

Standarda göre Şekil 4.13 'e bakıldığında  $\Delta V_n/V_{n-o} \leq 0.3$  ise hesaplanan  $K_{maks}$  değerleri bize  $K_{TL}$  değerlerini verecektir. Çizelge 4.3 'de malzemelerin  $\Delta V_n/V_{n-o}$  değerleri verilmiştir.

Sonuç olarak bütün numunelerin  $\Delta V_n$  değerleri 0.3 'den küçük olduğu için malzemelerin kritik translaminar kırılma tokluğu ( $K_{TLkritik}$ ) değerleri hesaplanabilmiş ve Çizelge 4.3 'de verilen  $K_{kritik}$  değerlerine eşit çıkmıştır. Saf Elium 'un  $K_{TLkritik}$  değeri 1.676 MPa.m<sup>1/2</sup> 'dir.  $K_{TLkritik}$  değeri en yüksek çıkan 2.633 MPa.m<sup>1/2</sup> olarak E+P/1GNP nanokompozittir ve bununla birlikte saf Elium 'a göre %57.1 oranında artış gözlemlenmiştir.

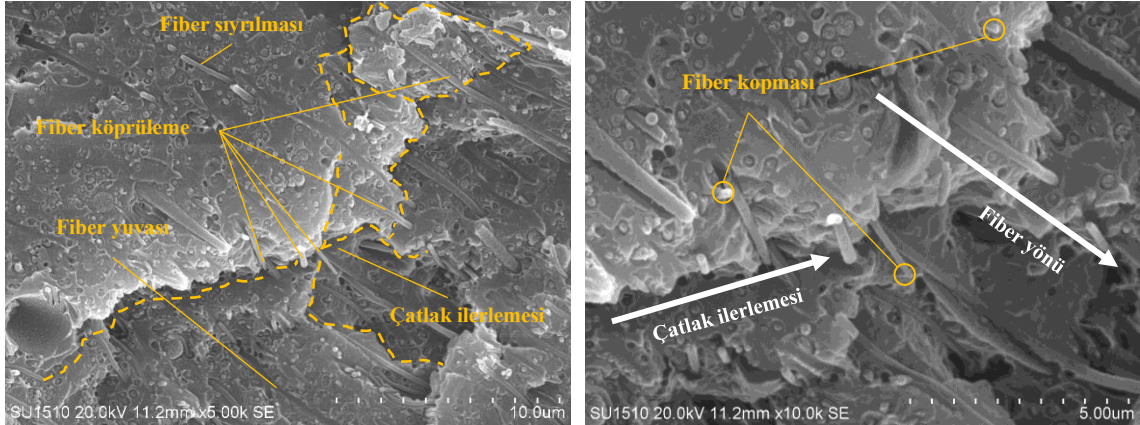
#### 4.2.1. Mod-I Translaminar Kırılma Tokluğu Testleri SEM Görüntüleri

Şekil 4.14 'te saf Elium malzemenin kırılma tokluğu testi sonucu kırılma düzleminin SEM görüntüsü görülmektedir. Hasar bölgeleri incelendiğinde çatlaklar rastgele ilerlemektedir. Hasar esnasında matris kırılması, tabaka ayrılması gibi hasar mekanizmaları görülmektedir.



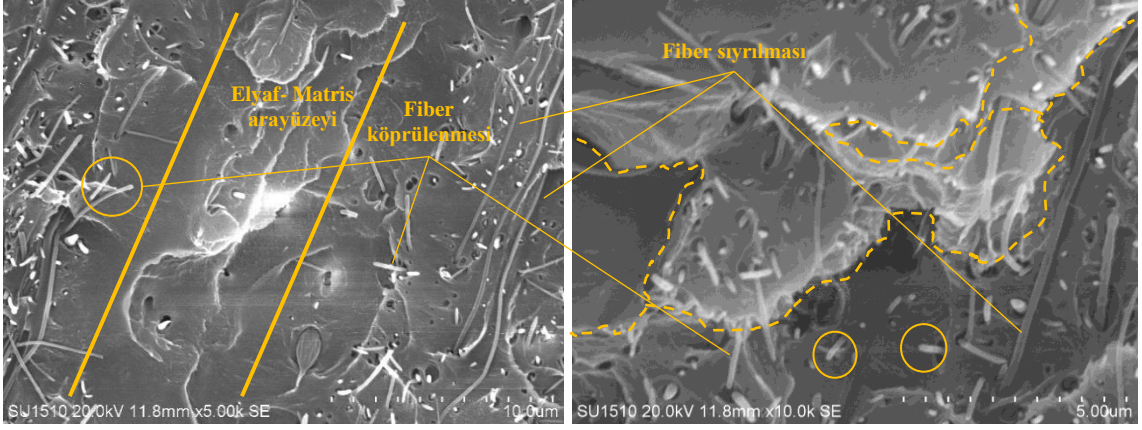
Şekil 4.14 Saf Elyum hasarlı bölge SEM görüntüsü

Şekil 4.15 'te E+P nanokompozit malzemenin hasarlı bölgesinden alınan SEM görüntüsü görülmektedir. Burada çatlak ilerlemesi esnasında fiberlerin köprüleme yaptığı açıkça görülmektedir. Bunun yanında fiber sıyrılması, fiber kopması gibi hasarlar da görülmektedir. Tabakalar arası ilerleyen çatlağın tabakaların ayrılmasına sebep olması beklenirken fiber köprülenmeleri sayesinde tabakaların ayrılması engellenmiş ve çatlak bölünerek farklı yönlere yönlendirilmiş olarak görülmektedir.



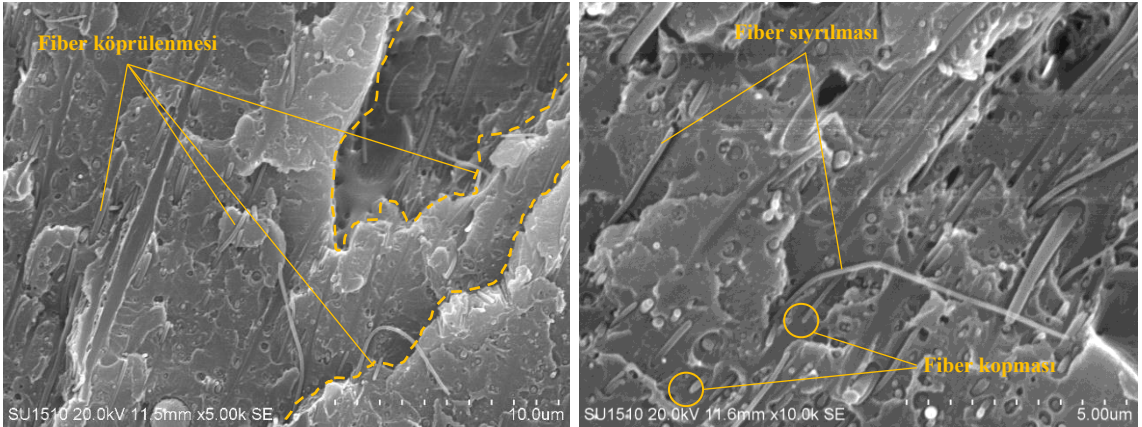
Şekil 4.15 E+P hasarlı bölge SEM görüntüsü

Şekil 4.16 'da E+P/1GNP nanokompozit malzemenin hasarlı bölgesinin SEM görüntüsü görülmektedir. Elyaf-matris arayüzeyinde çatlaklar düz bir şekilde ilerlerken elyaf bölgesinde geçtiğinde çatlakların bölündüğü ve daha kıvrımlı bir şekilde ilerlediği bu sayede çatlak yolunun arttığı bunun da malzemenin tokluğuna olumlu yönde etki ettiği gözlemlenmektedir.



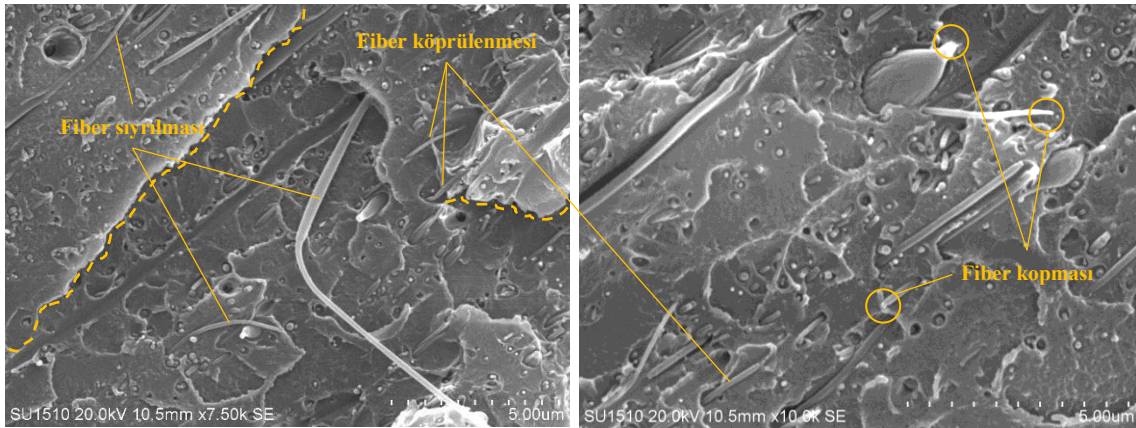
Şekil 4.16 E+P/1GNP hasarlı bölge SEM görüntüsü

Şekil 4.17 'de E+P/1Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanokompozit malzemenin hasarlı bölgesinden alınan SEM görüntüsü görülmektedir. Burada benzer hasarlar meydana gelerek çatlakların ilerlemesi durmuş ya da çatlak yolu uzamış bu sayede malzemenin kırılma tokluğu artmıştır.



Şekil 4.17 E+P/1Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> hasarlı bölge SEM görüntüsü

Şekil 4.18 'de E+P/05GNP05Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanokompozit malzemenin SEM görüntüsü görülmektedir. Hasar mekanizmaları olarak önceki nanokompozitlere benzer şekilde fiber köprülemesi, fiber sıyrılması, fiber kopması hasarları meydana gelmiştir. Nanoelyaf (PAN) ve matrisin (Elium) ikisinin de termoplastik olması matris-fiber arayüzeyinin iyi bir şekilde bağlanmasını sağlamıştır. Genel olarak hasar görüntülerine bakıldığında çatlak ilerlemeleri fiberlerin dizilme doğrultusunda değil fiberlere dik doğrultuda ilerlemiştir. Bu durum fiber matris arayüzeyinin iyi bağlandığının bir göstergesidir ve nanokompozit malzemelerin tokluğunu önemli ölçüde artırmıştır.



Şekil 4.18 E+P/05GNP05Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> hasarlı bölge SEM görüntüsü

Sonuç olarak SEM görüntülerinde translaminar kırılma tokluğu testi sonucu nanokompozit malzemelerde oluşan hasar mekanizmaları incelenmiş ve oluşan hasar mekanizmaları ortaya konmuştur. Elyaf katkısı sayesinde malzemelerin kırılma tokluğu artmış içerisinde takviye edilen nanopartiküller sayesinde kırılma tokluğunun daha da arttığı görülmüştür. Fiber içerisindeki nanopartiküller elyaf-matris arayüzeyinin daha iyi bağlanmasını sağlamış ve çatlakların ilerlemesine bakıldığında çatlakların çizdiği zig-zagların daha fazla olduğu bunun da çatlak ilerleme yolunu artırdığı görülmektedir.

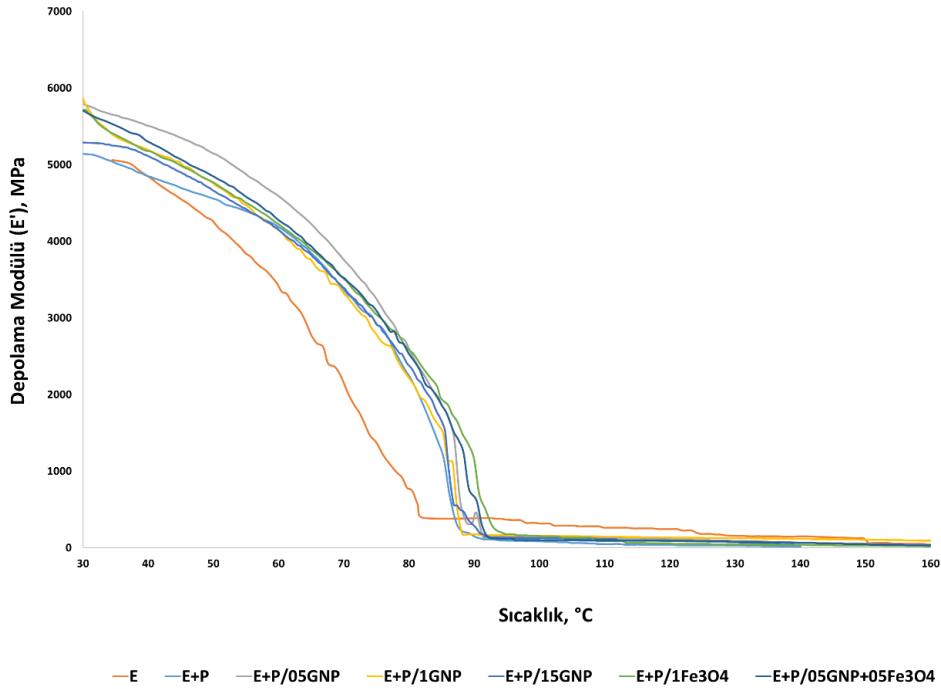
### 4.3. DMA Analizi Sonuçları

#### 4.3.1. Depolama Modülü (E')

Her bir kompozite ait deney numunelerinin Dinamik Mekanik Analiz (DMA) sonucunda elde edilen depolama modüllerinin (storage modulus) – sıcaklıkla değişim grafikleri Şekil 4.19 'da verilmiştir. Depolama modülü saf Elyum, GNP ve Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanopartiküller ile modifiye edilen PAN nanoelyaf katkılı nanokompozit malzemelerin 1 Hz sabit frekansta testleri yapılarak bulunan değerler kaydedilmiştir. Depolama modülü cihaz tarafından uygulanan yük sonunda kompozit malzemelerde depolanan enerjiyi temsil eder. Camlı geçiş sıcaklığında depolama modülü genellikle sabit kalır. Camlı geçiş sıcaklığından sonra depolama modülünde sert bir düşüşe başlar ve sonunda sıfır olur. Çizelge 4.4 'te başlangıç sıcaklığı olan 30 °C ve kauçuk bölge sıcaklığı olan 95 °C sıcaklık değerlerine karşılık depolama modül değerleri verilmiştir. Camlı geçiş bölge sıcaklığında saf elyum malzemenin depolama modül değeri nano kompozit malzemelere göre yüksek iken kauçuk bölge sıcaklığında ise değerler birbirine yakındır.

Depolama modülünün (E') ve doğrusal teğet deltanın (tan d) logaritmasının doğrusal sıcaklığa karşı grafiği çizilmiştir (Şekil 4.9). Camlı geçiş sırasında kompozit

malzemenin depolama modülü önemli ölçüde azalır. Tg, bu test yöntemiyle depolama modülünden iki teğet çizginin kesişimi olarak belirlenir. İlk teğet çizgi geçişten önceki sıcaklıkta seçilir. Bu sıcaklık TA olarak belirlenir. İkinci teğet çizgi, bükülme noktasından depolama modülü düşüşünün yaklaşık olarak orta noktasına çizilir ve bu sıcaklık da TB olarak belirlenir. İki teğet çizgi kesişir ve bu kesişme noktasına karşılık gelen sıcaklık DMA Tg olarak kaydedilir.



Şekil 4.19. Depolama Modülü (Storage Modul) – Sıcaklık Grafiği

Sıcaklık artıkça molekül zincirlerinin hareketleri de artmaktadır. Elium içinde dağılmış nano malzemeler kompozit malzemenin molekül zincirlerinin hareketini kısıtlamaktadır.

Çizelge 4.4. Camsı ve kauçuk bölgelerdeki belirli sıcaklık noktalarındaki depolama modül değerleri (MPa)

Sıcaklık	30 °C (Camsı Bölge)	95 °C (Kauçuk bölge)
<b>E</b>	5062.14	175
<b>E+P</b>	5141.75	70
<b>E+P/05GNP</b>	5787.15	90
<b>E+P/1GNP</b>	5844.05	106
<b>E+P/15GNP</b>	5289.90	88
<b>E+P/1Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub></b>	5704.95	105
<b>E+P/05GNP05Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub></b>	5951.24	77

Saf Elium ve nanoelyaf takviye edilmiş nanokompozitlerin depolama modülleri camsı bölgede birbirlerinden belli oranlarda farklılık göstermekteyken kauçuk bölgesinde polimer zincirleri hareket halindedir. 95 °C sonra kauçuk bölgesinde hemen hemen yakın seyretmektedir. Ancak kauçuk bölgesinde E+P nanokompozit malzemesinde depolama modulünde %1.5 artma olmuştur. Bunun sebebi PAN nanoelyafın Elium polimer zincirlerinin hareketini kısıtlamıştır. PAN içerisine GNP ve Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanopartikül katıldığında bu nano partiküller PAN içerisinde polimer zincirlerinin hareketlerini kısıtladığı için için depolama modülü Elium' a göre E+P/05GNP, E+P/1GNP, E+P/15GNP, E+P/1Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, E+P/05GNP05Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 'de sırasıyla %14.31, %15.43, %4.47, %12.68, %17.54 artmıştır.

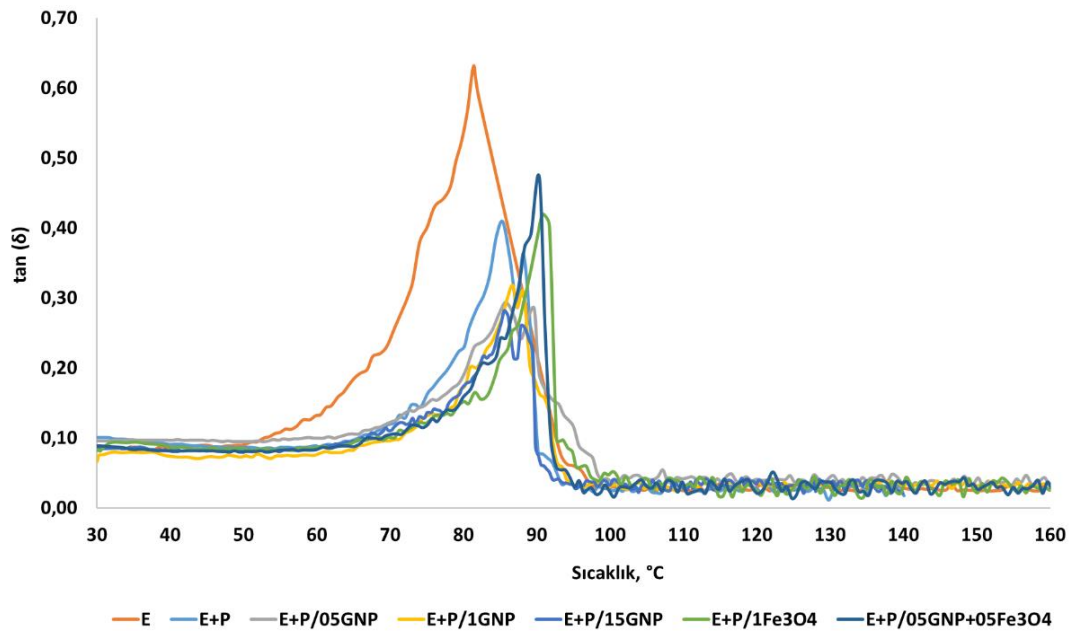
Depolama veya elastik modül, bir numunenin sertliğinin bir ölçüsüdür (Saba ve ark., 2016). Şekil 4.17, PAN/Elium, farklı (%0.5, %0.1 %1.5) GNP/Elium, %1 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Elium, %0.5GNP+%0.5 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Elium nanokompozitlerin ve Elium malzemesinin 1 Hz frekansında E 'ye karşı sıcaklığı göstermektedir. Grafikten saf Eliumların minimum E' değerlerini gösterdiği açıktır, çünkü saf Elium düşük derecede sertlik sunar. Bununla birlikte, proplanan sıcaklık aralığı altında tüm nanopartikül katkılı PAN nanoelyaf takviyeli Elium nanokompozitler için E' değerinde bir artış fark edilmiştir. Tüm epoksi nanokompozitlerin sertliğinde iyileşmeler gözlemlenmiştir; bu, mükemmel ve daha iyi dağılmış dolgu maddesinin sağladığı Elium polimerik zincirlerin hareketini etkili bir şekilde kısıtlayabilen GNP ve Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanopartikül dolgu maddesinin yüksek sertlik davranışına atfedilebilir. Hepsi arasında, E+P/05GNP05Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanokompozitleri, diğerleri ile karşılaştırıldığında en yüksek depolama modülü değerini sağlar (Şekil 4.19.).

#### 4.3.2. Sönümlenme Modülü (tanδ)

Şekil 4.20 'de görüldüğü üzere tanδ-Sıcaklık grafiğinde tanδ değerinin pik yaptığı yer ile sıcaklığın çakıştığı noktadaki değer camsı geçiş sıcaklığını göstermektedir.

Şekil 4.20 ve Şekil 4.19 'a bakılarak E, E+P, E+P/05GNP, E+P/1GNP, E+P/15GNP, E+P/1Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, E+P/05GNP05Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> malzemelerin camsı geçiş sıcaklıkları Çizelge 4.5 'te görülmektedir.

Herhangi bir polimerik sistemde T<sub>g</sub> sıcaklığının artması nano malzemelerin takviyeleri sonucunda moleküler hareketteki bir kısıtlama, serbest hacim ve yüksek derecedeki çapraz bağların azalması ile ilişkilidir. Buna göre PAN nanoelyaf katkılı nanokompozit malzemenin saf Elium malzemeye göre T<sub>g</sub> sıcaklığı %4.87 oranında artış gözlemlenmiştir.



Şekil 4.20. Sönümlenme Modülü ( $\tan\delta$ ) – Sıcaklık grafiği

PAN nanoelyaf içerisinde nanopartiküllerin de eklenmesiyle  $T_g$  sıcaklığının daha da arttığı gözlemlenmektedir. Grafiğe bakıldığında nanoelyaf katkılı nanokompozit malzemelerde ikincil bir pik olduğu görülmektedir. İkinci bir tepe noktası genellikle başka bir sönümlenme olayını veya moleküler düzen değişikliğini ifade edebilir, ancak bu durumda bu genellikle  $T_g$  değildir. İkinci bir tepe noktası genellikle malzemenin başka bir faz değişikliği, geçiş veya başka bir sönümlenme olayını temsil eder. Bunun nedeni PAN nanoelyafın etkisinin olabileceği düşünülmektedir. Saf Elyum plakanın  $T_g$  sıcaklığı 76.5 °C olarak ölçülmüştür.

Çizelge 4.5. Camlı geçiş sıcaklıkları

Malzeme	Camlı Geçiş Sıcaklığı ( $T_g$ )
E	76.50 °C
E+P	83.34 °C
E+P/05GNP	85.81 °C
E+P/1GNP	88.16 °C
E+P/15GNP	86.56 °C
E+P/1Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	91.68 °C
E+P/05GNP05Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	89.53 °C

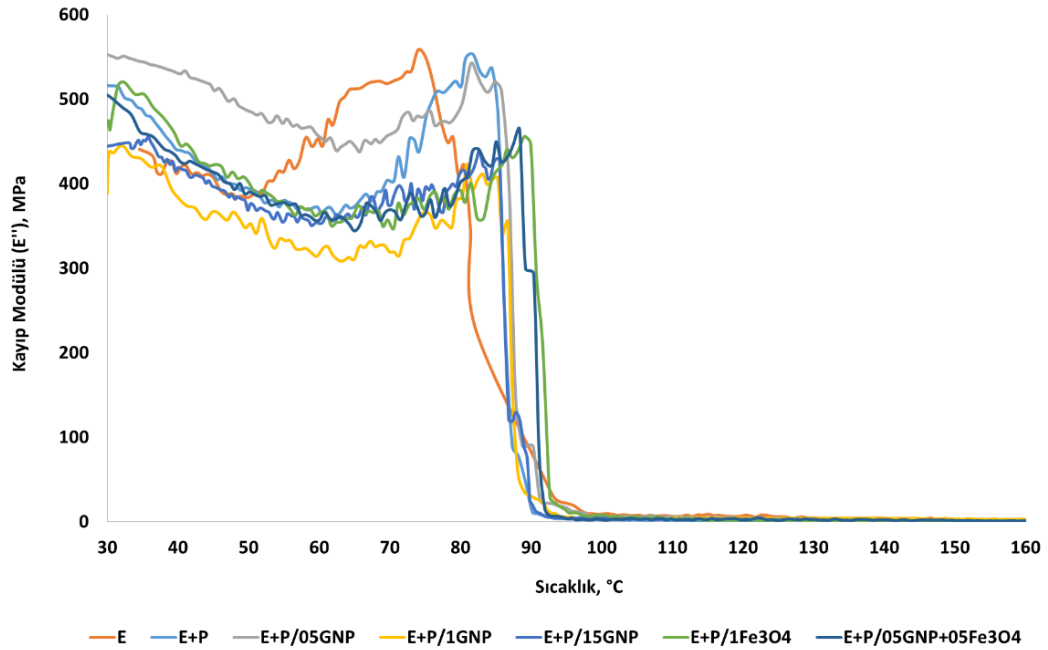
Çizelge 4.5 'te görüldüğü üzere en yüksek  $T_g$  sıcaklığına sahip olan PAN nanoelyaf içerisinde %1 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanopartikül takviyeli nanokompozit malzeme olup  $T_g$  sıcaklığı 91.68 °C 'dir.

$\tan\delta$  bir malzemenin elastik ve viskoz davranışının oranını gösterir. Eğer  $\tan\delta$  değeri düşükse, malzeme genellikle daha elastiktir. Yüksek bir  $\tan\delta$  değeri ise malzemenin daha viskoz olduğunu gösterir. Bu durumda Şekil 4.20 'de görüldüğü üzere saf Elium malzeme diğer nanokompozit malzemelere göre sıcaklık ve yük arttıkça elastik özelliğini daha düşük sıcaklıkta kaybetmektedir. Bu da malzemenin depolama modülünü düşürürken, kayıp modülünü artırmaktadır.

#### 4.3.3. Kayıp Modülü ( $E''$ )

Kayıp modülü, malzemenin viskoelastik davranışını karakterize eden bir ölçüdür. Eğer bir malzeme viskoelastik özelliklere sahipse, kayıp modülü yüksek olacaktır, çünkü bu durumda malzeme deformasyon sırasında enerjiyi depolar ve kaybeder. Kayıp modülü, özellikle polimer matrisli nanokompozit malzemelerde, nanomalzemelerin polimer matris içindeki dağılımını ve etkileşimlerini anlamak, malzemenin termal kararlılığını değerlendirmek ve tasarım süreçlerini optimize etmek için kritik bir öneme sahiptir.

Şekil 4.21 'e bakıldığında nanoelyaf katkılı nanomalzemelerin kayıp modülü saf Elium 'a göre nispeten daha düşük çıkmıştır. Bunun sebebi Elium reçine ile nano malzemeler arasındaki serbest hacmin büyümesinden kaynaklanmaktadır.

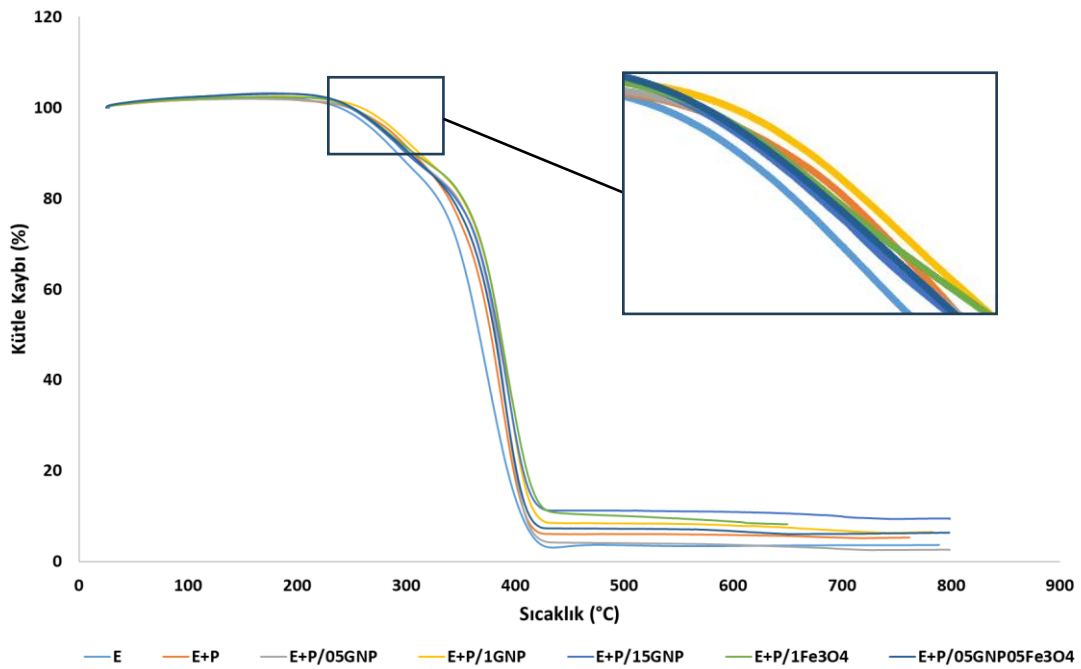


Şekil 4.21. Kayıp Modül (Loss Modulus) – Sıcaklık grafiği

Kayıp modulünün en büyük noktası polimer zincirlerinin hareketliliğinde maksimum değişikliğe uğradığı sıcaklığı temsil eder (Keskin, 2019). Deney sonuçlarına bakılarak en fazla kayıp saf Elium malzemede gerçekleşmiştir. En az kayıp ise % 1 GNP katkılı PAN nanoelyaf takviyeli nanokompozit malzemede görülmektedir. Enerji kaybının elyaf takviyeli nano kompozit malzemelerin saf Elium malzemesine göre az olmasının sebebi elyafların kırılma enerjisini absorbe etmesinden kaynaklanmaktadır.

#### 4.4. TGA-DSC Eğrileri

Tabakalı Termoplastik Nanokompozitlerin sıcaklığa bağlı kütle kaybı ölçümünün yapılması için TGA (Setaram – Labsys Evo) analizi yapılmıştır. TGA analizi azot atmosferi altında, 0-800 °C aralığında ve 10 °C/dk ısıtma hızında gerçekleştirilmiştir.



Şekil 4.22. TGA Analizi

Şekil 4.22. 'de görüldüğü üzere Elium, Elium+PAN nanofiber, Elium+PAN/0.5GNP nanofiber, Elium+PAN/1GNP nanofiber, Elium+PAN/1.5GNP nanofiber, Elium+PAN/1Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanofiber ve Elium+PAN/0.5GNP0.5Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanofiber nanokompozitlerden alınan numunelerden elde edilen bozulma sıcaklıklarının belirlendiği TGA analizi sonucunda oluşturulan Ağırlık kaybı – Sıcaklık (W-Ts) eğrileri yer almaktadır. Grafikler incelendiğinde bozulma sıcaklığı en yüksek olan 394.10 °C ile

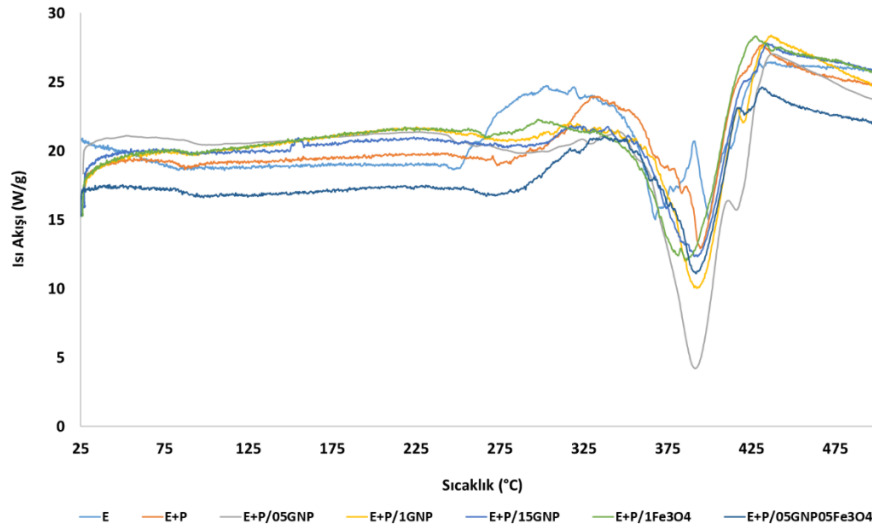
%1 GNP katkılı PAN nanokompozit malzemesidir. Saf Eliumun bozunma sıcaklığı 376.14 °C, PAN nanofiber takviyeli kompozitin bozunma sıcaklığı 391.30 °C, %0.5 GNP katkılı nanokompozitin bozunma sıcaklığı 392.55 °C, %1.5 GNP katkılı PAN nanokompozitin 392.22, %1 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanopartikül katkılı PAN nanokompozitin 389.39 °C ve hibrit (%0.5 GNP+ %0.5 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) katkılı nanokompozitin bozunma sıcaklığı 388.87 °C olarak belirlenmiştir. Buna göre %1 GNP katkılı PAN nanokompozit malzemenin saf elium malzemeye göre bozunma sıcaklığındaki artış %4.77 olarak hesaplanmıştır.

Çizelge 4.6. 'da malzemelerin T<sub>g</sub> değerleri, bozunma sıcaklıkları ve kütle kayıp yüzdeleri görülmektedir.

Çizelge 4.6. Üretilen malzemelerin TGA analiz sonucu bozunma sıcaklığı ve kütle kayıpları

	T <sub>g</sub> (°C)	Bozunma Sıcaklığı (°C)	Kütle Kaybı (%)
E	80.50	376.14	96.687
E+P	86.60	391,30	94.674
E+P/05GNP	86.40	392.55	97.366
E+P/1GNP	87.44	394.10	93.705
E+P/15GNP	84.05	392.22	90.505
E+P/1Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	93.42	389.39	94.463
E+P/05GNP05Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	88.39	388.87	93.599

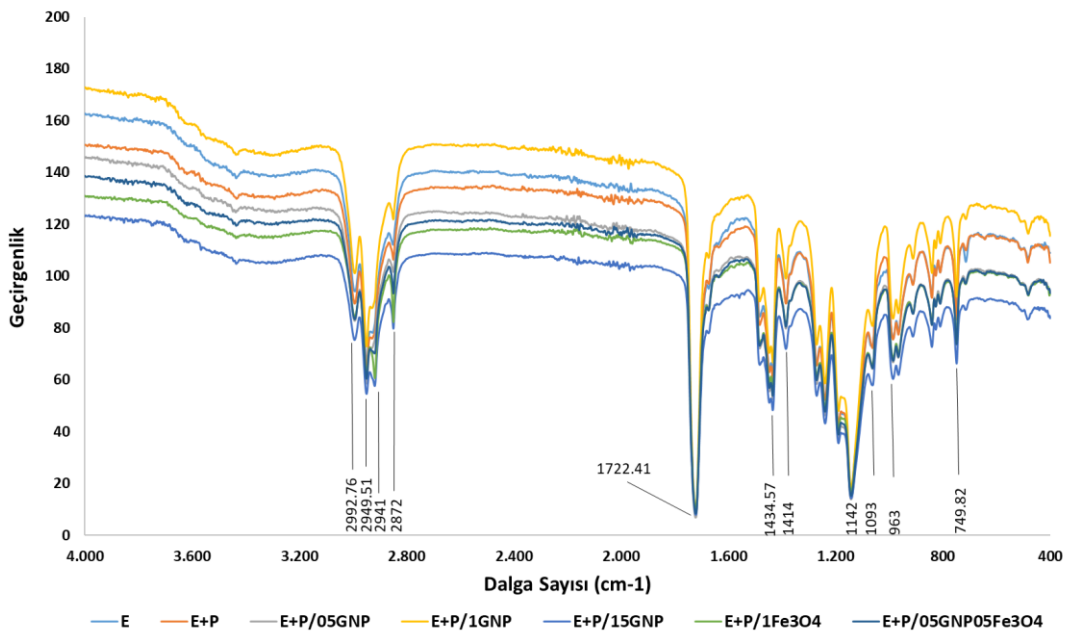
DSC eğrilerinde, elium reçinelerin camsı geçiş sıcaklıkları (T<sub>g</sub>), bozunma sıcaklığı (T<sub>b</sub>) ve kütle kaybı (%) tablolar halinde gösterilmektedir. Polimerlerde genel olarak moleküler ağırlık, matris partikül ara yüzey alanı, çapraz bağ yoğunluğu ve partikül yönlenmesi gibi parametrelerin camsı geçiş sıcaklığı üzerine önemli etkilerinin olduğu belirtilmektedir (Sun ve ark., 2004, Goyat ve ark., 2018). Şekil 4.23 'te malzemelerin DSC analiz eğrileri görülmektedir. DSC eğrisine bakıldığında endotermik reaksiyon gerçekleşmiştir. Bu da malzemelerin termoplastik olduğundan kaynaklanan bir durumdur. Termoset malzemelerde erime olmadan bozulma olmakta iken termoplastik malzemelerde erime geçiş bölgesi gözlemlenmektedir. Elium gibi amorf termoplastiklerin maksimum servis sıcaklığı cam geçiş sıcaklığının altında olduğundan, cam geçiş sıcaklığı kritik bir referans değeri haline gelir (Bonnet, 2009).



Şekil 4.23. DSC analizi

#### 4.5. FTIR Ölçümleri

Fourier Dönüşümü Infrared (FTIR) spektrum ölçümleri, Necmettin Erbakan Üniversitesi BİTAM laboratuvarında bulunan Nicolet iS20 spektrofotometre ile gerçekleştirilmiştir. Tüm analizlerde dalga sayısı 400 ile 4000  $\text{cm}^{-1}$  arasında, oda sıcaklığında ve 2  $\text{cm}^{-1}$  hassasiyetinde analizler yapılmıştır. Elium® reçinesi, PAN nanoelyaf takviyeli, GNP katkılı PAN nanoelyaf takviyeli,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanopartikül katkılı PAN nanoelyaf takviyeli ve hibrit takviyeli Elium karışımları için FTIR spektrumları Şekil 4.24 'te verilmiştir.



Şekil 4.24. Elium reçine ve takviyeli nanokompozitlerin FTIR spektrumları

Tüm spektrumlarda  $2956\text{ cm}^{-1}$  'deki gerilme titreşimleri  $\text{CH}_2$  bağlanmasını temsil ederken,  $1721\text{ cm}^{-1}$  'deki  $\text{C}=\text{O}$  bandı PMMA bazlı Elium reçinesinde esterin varlığını doğrulamaktadır. Sonuçlar, literatürdeki birçok çalışmada bildirilen MMA ve PMMA 'nın genel bileşimi ile ilişkilidir (Vijayakumari ve ark., 2013, Sugumaran ve Karim, 2017). Saf Elium reçinesinde  $1639\text{ cm}^{-1}$  'deki absorpsiyon, bir  $\text{C}=\text{C}$  bağının varlığını doğrular (Sugumaran ve Karim, 2017, Eldin ve ark., 2017). Literatürde MMA/PMMA ile ilgili çok sayıda çalışma, benzer dalga sayılarında aynı bağların varlığını doğrulamıştır (Rajendran ve ark., 2003, Zhang ve ark., 2007). Benzer karakteristik pikler poliüretan gibi diğer polimerlerde de tanımlanmıştır (Khan ve ark., 2020). Benzer bir yapısal bileşim %0.5, %1 ve %1.5 GNP ile güçlendirilmiş PAN nanoelyaf katkılı Elium reçinesinde de gözlenir. Sonuçlar, PAN, GNP veya  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  ilavesinin polimer reçinenin temel bileşimini etkilemediğini doğrulamaktadır. Literatürdeki birçok çalışmanın bildirdiği gibi (Yang ve ark., 2017, Sai ve ark., 2021), PAN, GNP veya  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  'lerin Elium 'a eklenmesi, yeni kimyasal bağların veya fonksiyonel grupların oluşumundan ziyade yalnızca belirli karakteristik zirvelerin yoğunluğunu azaltır. Bu sonuçlar aynı zamanda herhangi bir kimyasal veya temel yapısal değişiklikle birlikte PMMA bazlı Elium reçinesi içindeki PAN, GNP ve  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  'lerin fiziksel dağılımını da doğrulamaktadır.

Elektro-eğirme ile üretilmiş PAN nanokompozit fiberin yapısını tanımlayan pikler de Şekil 4.22 'de görülmektedir.  $2941\text{ cm}^{-1}$  ve  $2872\text{ cm}^{-1}$  'deki bantlar, PAN lifinin karbonik zincirlerindeki  $\text{C}-\text{H}$  gerilmesinden kaynaklanmaktadır (Kahraman ve ark., 2018). PAN elektro-eğirme nanofiber mat için  $2941\text{ cm}^{-1}$  ve  $2872\text{ cm}^{-1}$ ,  $1414\text{ cm}^{-1}$  ve  $1093\text{ cm}^{-1}$  'deki tepe noktaları sırasıyla OH,  $\text{CH}_2$  ve CH 'deki farklı modların alifatik CH grubu titreşimine atfedilmiştir (Alarifi ve ark., 2015). Analizin en önemli gözlemi, nanopartikül içermeyen nanofiber keçelerle karşılaştırıldığında, nanopartiküllerin dahil edilmesinin FTIR spektrumunda dalga sayılarında neredeyse hiçbir fark yaratmadığı ancak yoğunluklarının biraz azaldığı gözlemdir. PAN matrisine gömülü GNP ve  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanopartikülleri arasındaki etkileşimin kimyasal değil fiziksel olduğu açıkça görülmektedir.

Elium, FTIR spektrumunda standart polimetilmetakrilat (PMMA) 'ya benzer değerler gösterilmektedir (Ramesha ve ark., 2007, Duan ve ark., 2008). Metil ve metilen  $\text{C}-\text{H}$  gerilmesi ( $2249, 2292\text{ cm}^{-1}$ ), ester karbonil ( $1720\text{ cm}^{-1}$ ) ve  $\text{C}-\text{O}-\text{C}$  ( $1143\text{ cm}^{-1}$ ) için karakteristik absorpsiyon bantları mevcuttur (Çizelge 4.7). Ayrıca  $1720\text{ cm}^{-1}$  'e normalize edilen değerlerin pik yükseklikleri de hemen hemen aynıdır (Çizelge 4.7). CH ve CO bağ

grupları yakın dalga boyu aralıklarında fark edilebilirken, Elium' da  $963\text{ cm}^{-1}$  dalga boyundaki bir tepe noktası tipik olarak silikonoksijen (SiO) bağlarını gösterir (Stuart, 2004).

Çizelge 4.7. Elium'un karakteristik FTIR pikleri (Gebhardt, 2022)

Titreşim	Elium
C-H gerilmesi	$2992\text{ cm}^{-1}$
C-H gerilmesi	$2949\text{ cm}^{-1}$
C=O	$1720\text{ cm}^{-1}$
C-H bükülmesi	$1448/1434\text{ cm}^{-1}$
C-O-C	$1143\text{ cm}^{-1}$

Sonuç olarak saf elium FTIR analizinde görülen piklere ek olarak PAN katkılı nanokompozit malzemelerin FTIR analizinde PAN nanoelyaftan dolayı oluşan pikler de açıkça görülmektedir. PAN katkılı Elium matrisli nanokompozit malzemelerde Elium reçineye ait olan piklerin yanında PAN 'a ait olan pikler de yer almaktadır. Bu durum PAN içerisine GNP ve  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanopartikül katılmış nanokompozitlerde de aynı şekilde gözlemlenmiştir.

#### 4.6. Şekil Hafızası Testi Sonuçları

Şekil hafızalı malzemelere ilk şekli verildikten sonra ısıtıldığında, malzeme, programlama sıcaklığına geri döner ve ilk şeklini hatırlar. Şekil hafızalı malzemelerin temel özelliği, belirli bir sıcaklık aralığında iki farklı şekil arasında geçiş yapabilme yetenekleridir. Şekil hafızalı malzeme ısıtıldığında şunlar meydana gelir:

1. Dönüşüm İşlemi: Şekil hafızalı malzemelerin ilk şekli programlama sırasında belirli bir sıcaklık aralığında veya başka bir uyarıcıyla (bazen manyetik alanlar da kullanılabilir) belirlenir. Bu programlama işlemi, malzemenin moleküler yapısının değiştirilmesine neden olur.

2. Soğuma ve İlk Şekil Koruma: Malzeme, programlanmış ilk şekli aldıktan sonra soğutulur ve buzdolabında veya uygun bir depolama ortamında saklanır. Bu, malzemenin bu yeni şekli sabit tutmasını sağlar. Isıtılmadığında, malzeme bu şekli korur.

3. Isıtma: Malzeme ısıtıldığında, programlama sıcaklığına geri döner ve programlanmış ilk şekli alır. Bu, malzemenin şekil hafızasının aktif hale gelmesini sağlar. Isıtıldığında malzeme, orijinal olarak programlandığı şekle geri döner.

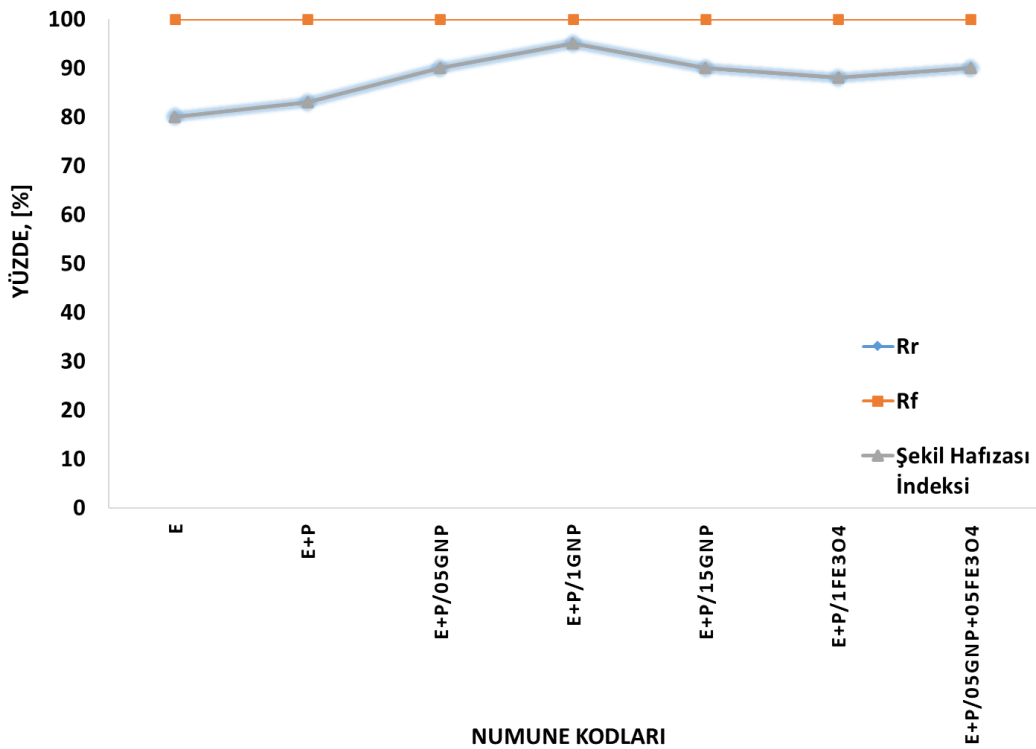
Şekil hafızası özelliği, şekil hafızalı malzemelerin birçok uygulamada kullanılmasını mümkün kılar. Isıtma işlemi, malzemenin şekil değiştirmesini ve orijinal şeklini geri kazanmasını sağlar, bu da çeşitli endüstriyel ve tıbbi uygulamalarda kullanışlıdır. Örneğin, tıp alanında damar stentleri, havacılıkta kanatlar ve otomotiv sektöründe otomobil parçaları gibi birçok üründe bu tür malzemeler kullanılır.

DMA testlerinden elde edilen sonuçlara göre örneklerin saf Elium 'un  $T_g$  'si  $81.37^\circ\text{C}$  (E'nin camsı geçiş sıcaklığı) bölgesinde yer aldı. Çekme test numuneleri, yukarıda açıklanan dört adım sırasında şekil hafızası döngülerinin tipik koşulları altında  $T_l = 25^\circ\text{C}$  ve  $T_h = 95^\circ\text{C}$  'de şekil hafızası döngülerine tabi tutuldu. Geri kazanım ve sabitlik oranları Denklemler (3.9) ve (3.10) kullanılarak hesaplandı. Çizelge 4.8 'de tüm numunelere ait sonuçlar gösterilmekte olup, sonuçlar Şekil 4.25 'te de grafiksel olarak gösterilmektedir. Çizelge 4.8. 'de şekil hafızası testleri yapılan E, E+P, E+P/05GNP, E+P/1GNP, E+P/15GNP, E+P/1Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ve E+P/05GNP05Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanokompozit malzemelerin şekil geri kazanım oranı, sabitlik oranı ve şekil hafıza indeksleri verilmiştir. Sonuçlara göre saf Elium malzemenin şekil geri kazanım oranı %80 olarak ölçülürken E+P nanokompozit malzemenin şekil geri kazanım oranı %83 olarak ölçülmüştür. Burada PAN nanoelyafların geri kazanım oranına çok az etki ettiği gözlemlenmektedir. E+P/05GNP nanokompozit malzemenin saf Elium 'a göre şekil geri kazanım oranı %12.5 artarak %90 olmuştur. E+P/1GNP nanokompozit malzemenin şekil geri kazanım oranı saf Eliuma göre %18.75 artmıştır. E+P/1GNP nanokompozitin geri kazanım oranı %95 ile en yüksek olarak gözlemlenmiştir. Bu artış, fiziksel çapraz bağların oluşması ve karışımın geri kazanılabilirliğinin optimize edilmesi nedeniyle geri kazanım oranının belirli bir GNP/PAN oranında ve doğru miktarda GNP nanoparikül oranı ile ilişkilendirilebilir.

Çizelge 4.8. Saf Elium ve nanokompozitlerin geri kazanım oranı, sabitlik oranı ve şekil hafıza indeksi sonuçları.

Numune Kodları	Geri kazanım oranı, $R_r$ [%]	Sabitlik oranı, $R_f$ [%]	Şekil hafıza indeksi, $\frac{R_r \cdot R_f}{100}$ [%]
E	80		80
E+P	83		83
E+P/05GNP	90		90
E+P/1GNP	95	100	95
E+P/15GNP	90		90
E+P/1Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	88		88
E+P/05GNP05Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	90		90

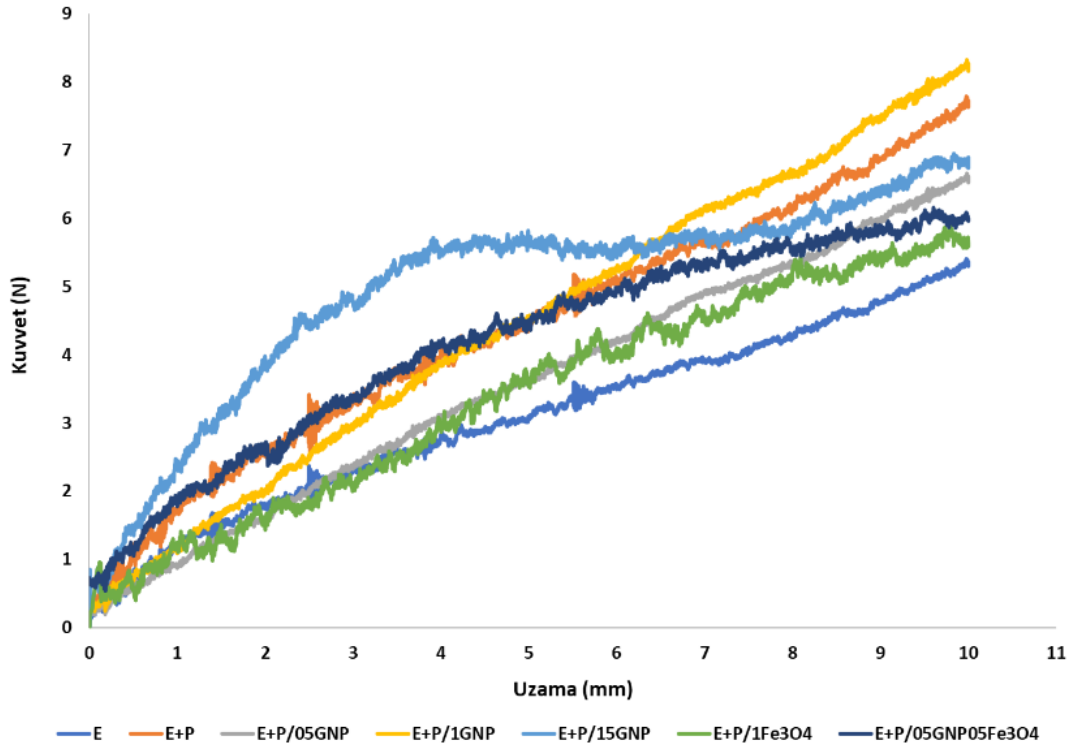
PAN nanoelyafın katkısını göz önünde bulundurduğumuzda nanoelyaf katkısı geri dönüş oranına olumsuz olarak etki etmektedir. Bunun sebebi PAN nanoelyafın fiziksel bağlarının bozularak geri kazanım oranını düşürmesidir. Bunun yanında nanopartikül etkisi düşünüldüğünde %1 GNP katkılı nanokompozitin geri dönüş oranı en iyi sonuç göstermektedir. Bunun sebebi nanopartikül katkısının fiziksel çapraz bağlarının geri kazanım özelliğini artırmasıdır. Bunun yanında nanopartikül oranı arttıkça fiziksel çapraz bağların geri dönüş hareketleri kısıtlandığından geri dönüş oranı düşmeye başlamıştır.  $Fe_3O_4$  nanopartikül oranına bakıldığında fiziksel bağların geri dönüş oranını saf Elium 'a göre artırdığı ancak %1 GNP ye göre %7.95 daha düşük olduğu görülmektedir. Buna göre GNP katkısı  $Fe_3O_4$  nanopartikül katkısına göre şekil hafızası özelliğini daha iyi etkilediği görülmektedir. GNP ve  $Fe_3O_4$  nanopartikül katkılı (Hibrit) nanokompozitlerde de geri dönüş oranının %90 olduğu görülmektedir. Burada sadece GNP ile sadece  $Fe_3O_4$  nanopartikül katkılı nanokompozit malzemelerin arasında çıkmıştır.



Şekil 4.25. Tüm numunelerin geri kazanım oranı, sabitlik oranı ve şekil hafıza indeksi.

Şekil 4.26 'da  $T_h$  sıcaklığına getirilen malzemelerin çeneler arası sabitlendikten sonra  $T_h$  sıcaklığında uygulanan çekme uzaması esnasında oluşan kuvvet-uzama grafiği

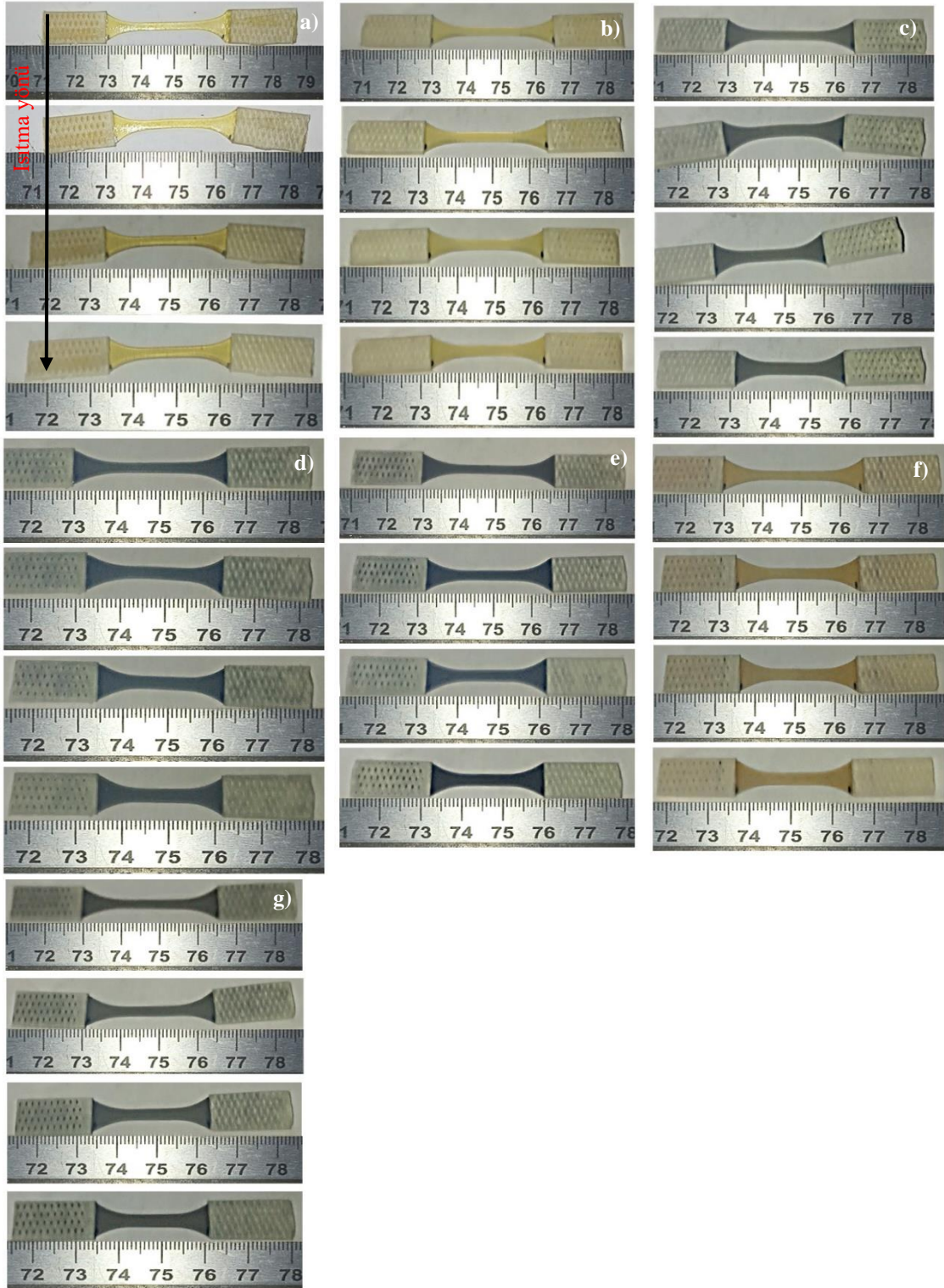
görülmektedir. Burada yapılan çekme deformasyon kontrollü çekme olup her bir numune 10 mm çekilerek eşit deformasyon oluşturulmuştur.



Şekil 4.26. Isıtılan numunelerin çekme esnasındaki Kuvvet-Uzama grafiği

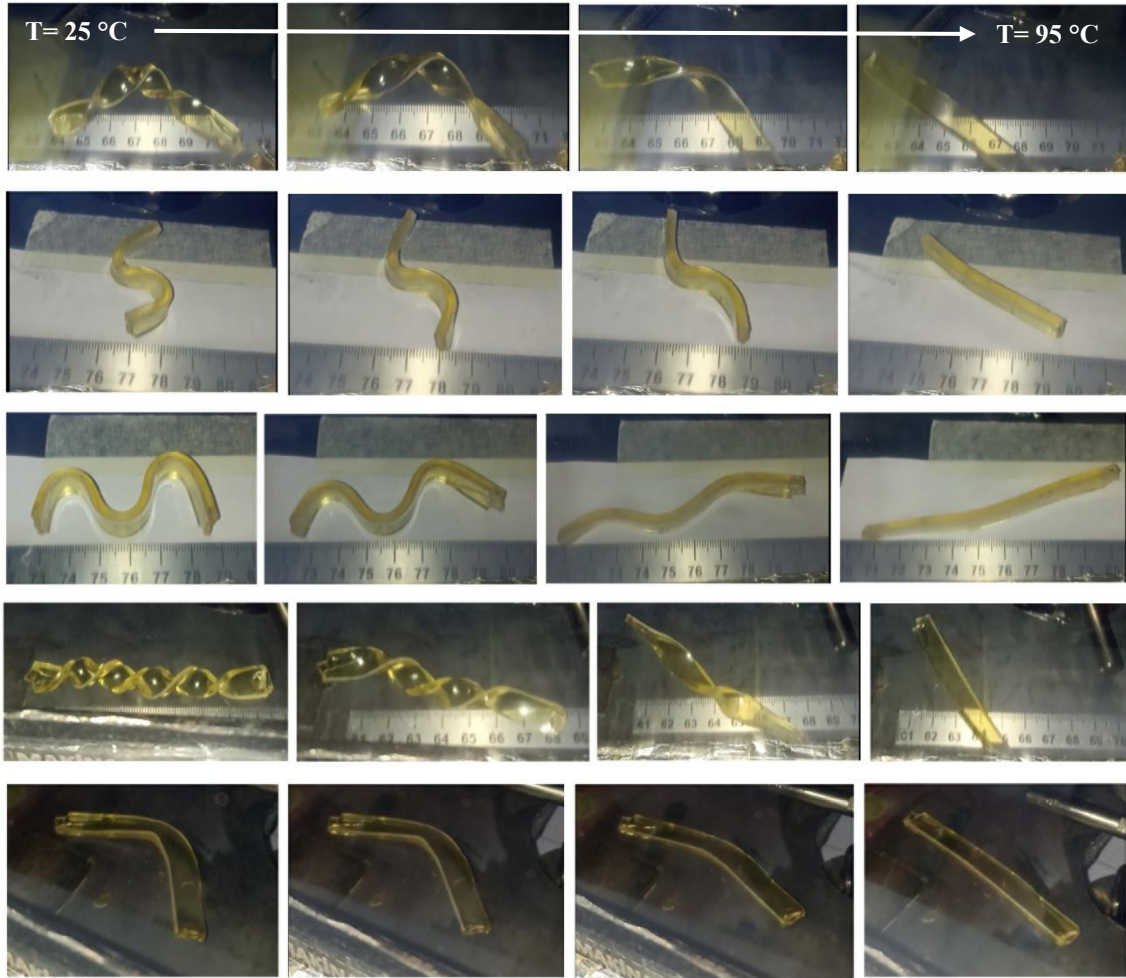
Şekil hafızası testlerinde geri dönüş oranı durumu aslında çok karmaşık bir olaydır. Çünkü fiziksel bağlar arasındaki hareketleri etkileyen birden çok faktör bulunmaktadır. Termoplastik malzemelerin bağ zincirleri içerisinde kuvvetli kovalent bağlar bulunurken zincirler arası zayıf Van der Waals bağları bulunmaktadır. Termoplastik malzemelerde sıcaklığın artması bu zayıf bağların zayıflamasına veya kopmasına sebep olur ve soğuduğunda yeniden zincirler arası bağ yapar. Burada önemli olan husus şekil hafızası testi sırasında malzeme ısıtılırken Van der Waals bağlarının zayıflaması ama kopmamasını sağlamaktır, eğer yüksek miktarda ısıtılırsa bu zayıf bağların kopması ve soğuduğunda tekrar bağ yapması malzemenin şekil hafızası özelliğinin düşmesine sebep olabilir. Bu sebeple malzemeyi ısıtırken ve soğuturken belirlenen sıcaklıklara dikkat etmek önem arz etmektedir. Şekil 4.27' ye bakıldığında bazı numunelerin eğilip tekrardan düzeldiği görülmektedir. Bunun sebebi ısıtma haznesinde numunelerin sıcak hava ile temas ettiği ilk bölgeleri daha çabuk ısındığı için o bölgelerde şekil geri kazanımının daha önce başlamasından dolayıdır. Daha sonra numunelerde

homojen sıcaklığa ulaşıldığı için numuneler şekil geri dönüşe tamamen ulaştıklarında tekrar düzelmektedirler.



Şekil 4.27. Yeniden ısıtma esnasında ilk boya geliş görüntüleri, a) Saf elium reçine, b) E+P, c) E+P/05GNP, d) E+P/1GNP, e) E+P/15GNP, f) E+P/1Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, g) E+P/05GNP05Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

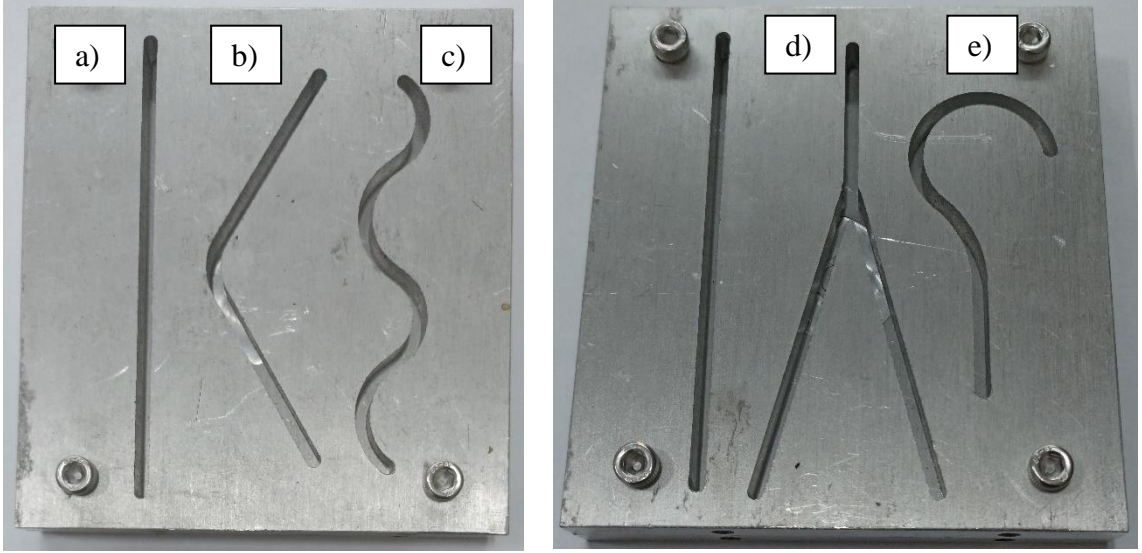
Şekil 4.28 'de bazı malzemelerin şekil hafızası prosedürüne uyularak rastgele şekil verilerek tekrar ısıtıldığında ilk şeklini aldığının fotoğrafları gösterilmektedir. Burada malzemeler  $T_h$  sıcaklığına ısıtılıp daha sonra rastgele farklı bir şekil verilerek oda sıcaklığına soğutulmuştur. Soğutulan malzemeler tekrar  $T_h$  sıcaklığına ısıtıldığında malzemelerin ilk şekline geri döndüğü gözlemlenmiş ve bu durum kayıt altına alınmıştır.



Şekil 4.28. Farklı şekillerde deforme olmuş Elyum 'un şekil hafıza döngüsünü gösteren fotoğraflar

#### 4.2.1. İlk Şekil Hafızasını Silme ve Yeniden Programlama

Şekil hafızası özelliğine sahip polimer malzemelerin bir başka önemli konusu da malzemenin ilk şeklinin silinip belirli sıcaklıklarda başka kalıcı şekillere programlanması ve bu sayede çok yönlü kullanıma sahip nanokompozit malzemelerin elde edilmesini sağlamaktır. Bu durum endüstriyel anlamda bir devrim niteliğinde olup birçok alanda kullanıma açık olmakla birlikte katma değerli bir malzeme olması sebebiyle ekonomiye büyük katkı sağlayacağı da bir gerçektir.



Şekil 4.29. Farklı geometrilere (a,b,c,d,e) sahip alüminyum kalıplar

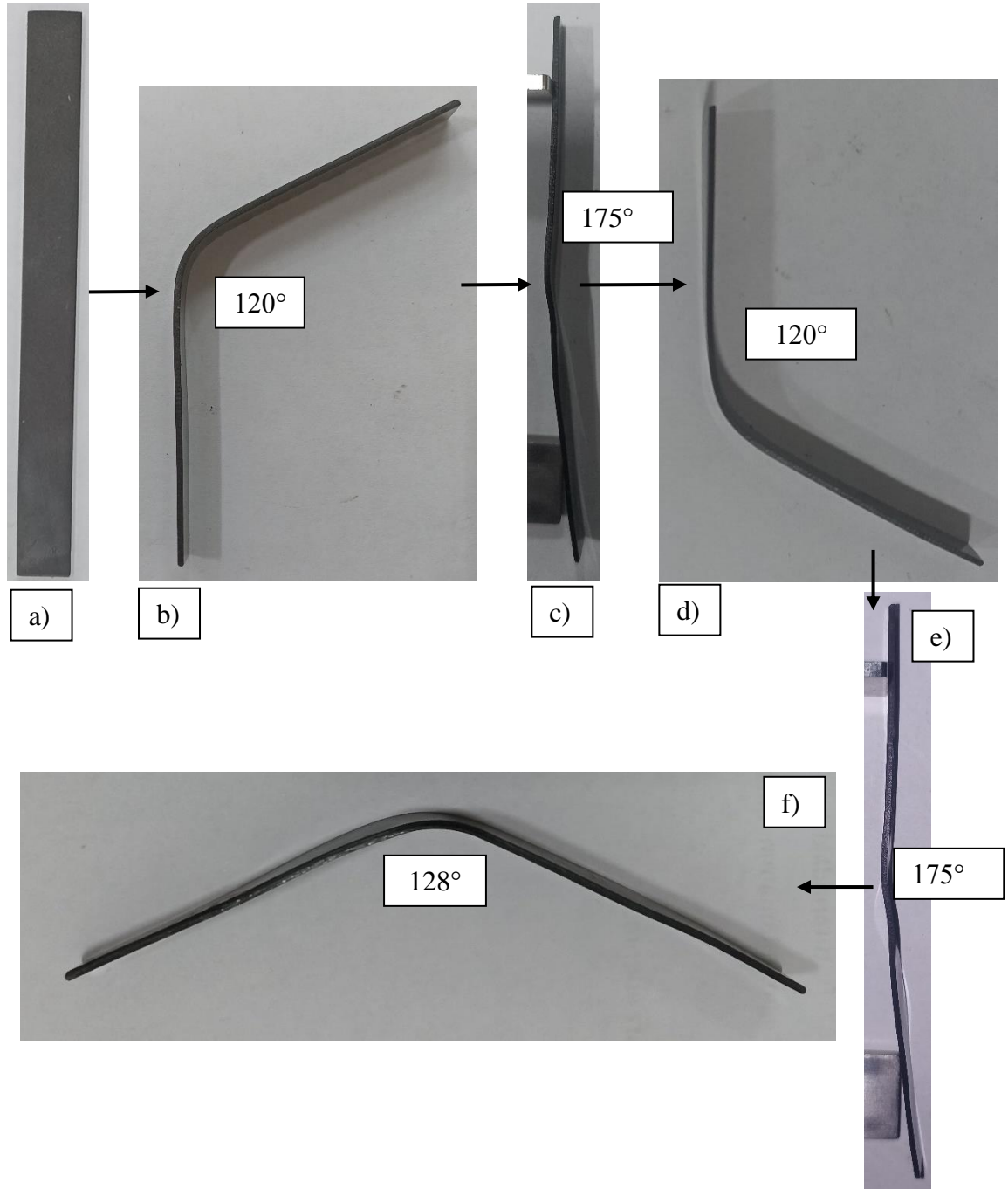
Şekil 4.29 'da görüldüğü gibi üzerinde belirli geometrilere sahip kalıp üretimi gerçekleştirilmiştir. Öncelikle E, E+P/IGNP nanokompozit malzemeler  $100 \times 10 \text{ mm}^2$  boyutunda kesilmiştir. Numuneler ilk olarak  $T_h$  sıcaklığına kadar ısıtılmış ve geçici şekil olarak Şekil 4.29 b 'deki  $120^\circ$  açığa sahip geometri verilmiştir. Daha sonra numune soğutulmuş ve tekrar ısıtılarak ilk şekline geri dönüşü gözlemlenmiştir. Saf Elium için ilk şekline geri döndükten sonra açı  $167.5^\circ$  olarak ölçülmüş. Geri dönüş oranı  $R_r = \%79.16$  olarak ölçülmüştür. Çizelge 4.9. 'da her iki numunenin de geri dönüş açıları ve açısal olarak geri kazanım oranları verilmiştir.

Çizelge 4.9. Saf Elium ve nanokompozitlerin son açıları ve açısal olarak geri kazanım oranları

Numune Kodları	Geri dönüş açısı [°]	Geri kazanım oranı, $R_r$ [%]
E	167.5	79.16
E+P/IGNP	175	91.67

Düz plaka şeklinde olan malzemelerin bu ilk şeklini hafızasından silerek ikinci kalıcı şekil vermek için (şekil hafızası silme ve yeniden programlama) malzeme ısıtıldıktan sonra Şekil 4.29 b 'deki kalıba yerleştirilerek malzemeler  $95^\circ \text{C}$  sıcaklığa kadar ısıtılıp homojen sıcaklığa ulaştıktan sonra oda sıcaklığına tekrar soğutulmuştur. Malzeme bu kalıptan çıkartılmadan  $95^\circ \text{C}$  sıcaklığa ısıtıp tekrar soğutma işlemi 4 kez tekrar edildikten sonra malzeme  $95^\circ \text{C}$  sıcaklığa ısıtılıp ısınan malzeme Şekil 4.29 a 'daki kalıba yerleştirilerek (ilk kalıcı şekli) soğutulmuştur. Soğuyan malzemeler kalıptan

çıkartılarak ısıtma haznesinde 95 °C sıcaklığa ısıtılmıştır. Malzemeler ısınırken ikinci kalıcı şekline geri dönmüştür. Normalde ilk şekli düz olan malzemeler tekrar ısıtıldığında zaten ilk şeklinde olduğundan şekil değiştirmemesi beklenirken şaşkıncu şekilde ikinci kalıcı şeklini almıştır ve bu durum malzemelerin yeniden programlanmasının önünü açacağından çok önemlidir. Şekil 4.30 'da malzemelerin ilk şekil hafızasına dönüşten tekrar programlama sonrası ikinci şekline geri dönüşüne kadar adımlar gösterilmiştir.



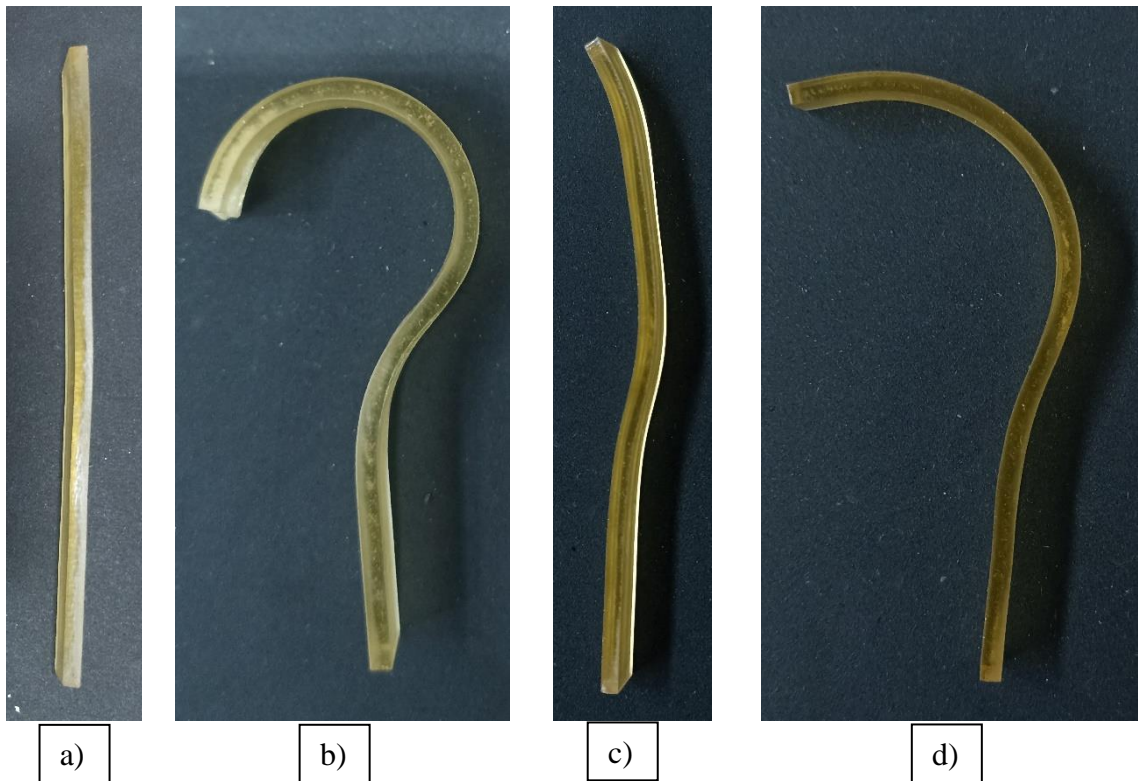
Şekil 4.30. İkinci şekil hafızası programlama adımları (E+P/IGNP), a) ilk kalıcı şekil, b) ilk geçici şekil, c) ilk kalıcı şekle geri dönüş, d) ikinci kalıcı şekil, e) ikinci geçici şekil, f) ikinci kalıcı şekle geri dönüş

Çizelge 4.10 'da ikinci kalıcı şekle geri dönüş açıları ve açısal olarak geri kazanım oranları verilmiştir. Saf Elium malzemenin ikinci kalıcı şekle geri dönüş oranı ile E+P/IGNP nanokompozitin ikinci kalıcı şekle geri dönüş oranı karşılaştırıldığında E+P/IGNP nanokompozit malzemede % 14.67 'lik bir artış gözlemlenmiştir.

Çizelge 4.9. Saf Elium ve nanokompozitlerin son açıları ve açısal olarak geri kazanım oranları

Numune Kodları	Geri dönüş açısı [°]	Geri kazanım oranı, $R_r$ [%]
E	133	76.36
E+P/IGNP	128	85.45

Saf Elium Şekil 4.29 e 'ye yerleştirilerek ikincil kalıcı şekil programlaması yapılmıştır. Şekil 4.31 'de saf Elium malzemenin ikinci kalıcı şekil programlama adımları görülmektedir.



Şekil 4.31 Saf Elium ikinci kalıcı şekil programlama, a) İlk kalıcı şekil, b) İkinci kalıcı şekil, c) Geçici şekil, d) İkinci kalıcı şekle geri dönüş

Saf Elium ve üretilen diğer nanokompozit malzemelerin şekil hafızası özellikleri yapılan testler sonucunda incelenmiş ve malzemelerin şekil hafızasının olduğu ve içerisine yapılan katkıların bu özelliğini iyileştirdiği gözlemlenmiştir. Bunun yanında

malzemenin ilk kalıcı şekli resetlenip ikinci bir kalıcı şekil programlaması yapılmış bu da başarıya ulaşmıştır. Bununla birlikte üretilen nanokompozit malzemelerin bu özelliği sayesinde birçok alanda kullanım potansiyeli ortaya konulmuştur.

## 5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

### 5.1 Sonuçlar

Bu çalışmada, termoplastik matrisli nanofiber ve nanoparçacıklarla güçlendirilmiş nanokompozit malzemelerin başarılı bir şekilde üretimi gerçekleştirilmiştir. Çekme testleri, malzemelerin mekanik özelliklerinin değerlendirilmesinde kapsamlı bilgiler sağlamıştır. Dinamik Mekanik Analiz (DMA) ile malzemelerin viskoelastik davranışları incelenmiş, bu analizden elde edilen veriler, termoplastik matrisin ve nanomalzemelerin etkileşimlerini ortaya koymuştur. Termogravimetrik Analiz ve Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (TGA-DSC) analizi, malzemelerin termal kararlılıklarını ve bozunma davranışlarını detaylı bir şekilde incelemiştir. FTIR analizi, kullanılan malzeme bileşenlerinin kimyasal yapılarını belirlemek için gerçekleştirilmiştir. Ayrıca, malzemelerin şekil hafızası özellikleri üzerine yapılan çalışmalar, nanokompozitlerin belirli koşullarda nasıl tepki verdiğini ve şekil değiştirme yeteneklerini göstermiştir. Bu kapsamlı çalışma, termoplastik matrisli nanokompozit malzemelerin çeşitli önemli özelliklerini anlamamıza ve gelecekteki uygulamalarda bu malzemelerin potansiyelini değerlendirmemize katkı sağlamıştır.

Bu çalışma kapsamında aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir.

- Üretilen nanofiberlerin çekme testlerinde çekme dayanımı en iyi olan PAN/IGNP 'dir ve saf PAN nanofibere göre çekme dayanımı %88.5 oranında artmıştır. Diğer sonuçlara da bakıldığında nanofiber içerisine takviye edilen GNP ve Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanopartiküller nanofiberin çekme dayanımına olumlu yönde katkı sağladığı görülmektedir. GNP oranı arttıkça nanopartiküllerin topaklanma olmasından dolayı çekme dayanımı olumsuz etkilenmiştir. GNP oranının çekme dayanımına etkisi en iyi olan %1 oranda olan nanofiberdir.

- Elium-PAN nanofiber katkılı nanokompozit malzemenin çekme dayanımı 55.10 MPa 'dır. Saf Elium 'a göre çekme dayanımı %23.9 oranında bir artış gözlemlenmiştir.

- PAN içerisine ilave edilen GNP oranlarından mekanik özellikleri en iyi çıkan %1 GNP takviyesi olmuştur. Saf Elium malzemeye göre çekme dayanımı %54.9 'luk, Elium-PAN nanofiber katkılı nanokompozit malzemeye göre çekme dayanımında %24.97 'lik bir artış gözlemlenmiştir. Bu orandan daha fazla ilave edilen GNP nanopartiküllerin PAN içerisinde homojen dağılmayıp aglomer olması sebebiyle mekanik özellikler olumsuz etkilenmektedir.

- Elium- %1Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>+PAN nanofiber katkılı nanokompozit malzemenin çekme dayanımı 60.25 MPa 'dır. Saf Elium malzemeye göre çekme dayanımı %35.57 'lik, Elium-PAN nanofiber katkılı nanokompozit malzemeye göre çekme dayanımında %9.34 'lik bir artış gözlemlenmiştir.

- Elium-%0.5GNP+%0.5Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>+PAN nanofiber katkılı nanokompozit malzemenin çekme dayanımı 62.61 MPa 'dır. Saf Elium malzemeye göre çekme dayanımı %40.88 'lik, Elium-PAN nanofiber katkılı nanokompozit malzemeye göre çekme dayanımında %13.62 'lik bir artış gözlemlenmiştir. Hibrit olarak tanımladığımız Elium-%0.5GNP+%0.5Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>+PAN nanofiber katkılı nanokompozitlerin mukavemetinin %1GNP katkılı PAN ile güçlendirilmiş Elium nanokompozitin mukavemeti ile %1 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> katkılı PAN nanfiber ile güçlendirilmiş Elium nanokompozitin mukavemet değerinin ortasında çıkması beklen bir durumdur.

- Mekanik testler sonrasında nanokompozitlerde gözlemlenen mekanik özelliklerin iyileşmesi, SEM görüntülerinde belirtilen kırılma morfolojileriyle ilişkilendirilmiştir. Ayrıca SEM görüntülerinde görüldüğü üzere oluşan nanoelyafların matristen sıyrılması veya kopması, çatlak köprülenmesi, çatlak yön değiştirmesi, çatlak durdurması ve dallanması gibi hasar mekanizmaları toklaştırma etkilerine atfedilmiştir. Bunun yanında nanopartikül katkısının etkisi bu hasar mekanizmalarının çeşitlenmesine ve toklaştırma mekanizmasını iyileştirdiği kanısına varılmıştır.

- Mod-I translaminar kırılma tokluğu test sonuçlarına bakıldığında saf Elium 'un  $K_{TLkritik}$  değeri 1.676 MPam<sup>1/2</sup> 'dir.  $K_{TLkritik}$  değeri en iyi çıkan 2.633 MPa.m<sup>1/2</sup> olarak E+P/1GNP nanokompozit malzemedir ve saf Elium 'a göre %57.1 oranında artış gözlemlenmiştir. GNP oranı arttıkça nanoelyaf içerisindeki nanopartiküllerin toplanma olmasından dolayı kırılma tokluğu olumsuz olarak etkilenmiştir. Burada en iyi GNP oranı %1 olarak belirlenmiştir. Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanopartikül katkısı da  $K_{TLkritik}$  oranında artış sağlamıştır ancak iyileştirmesi %1 GNP oranından daha az olarak gerçekleşmiştir.

- DMA sonuçları incelendiğinde camsı geçiş sıcaklığı en düşük olan saf Elium reçinedir. Bunun yanında camsı geçiş sıcaklığı en yüksek 91.68 °C olarak E+P/1Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanokompozit malzemedede gerçekleşmiştir. Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanopartikül katkılı nanokompozitin camsı geçiş sıcaklığının yüksek çıkmasının nedeni Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanopartikülün termal iletim katsayısının daha fazla olmasından dolayı fiziksel bağların hareketlerini bir miktar daha fazla kısıtladığı sonucuna varılmıştır. tanδ-Sıcaklık grafiğine bakıldığında tanδ değerinin düşük çıkması malzemenin daha elastik davranış gösterdiği anlamına gelmektedir. Elastik özelliği en iyi olan nanokompozit malzeme E+P/1GNP 'dir.

- Şekil hafızası sonuçlarına bakıldığında en iyi şekil geri kazanım oranına sahip olan nanokompozit malzeme %95 ile E+P/1GNP 'dir. Saf Elium 'un şekil geri kazanım oranına göre %18.75 artış gözlemlenmiştir. Şekil hafıza indeksi şekil sabitlik oranı %100 olduğundan %95 olarak hesaplanmıştır. Şekil geri kazanım oranının yüksek çıkmasının sebebi belirtilen sıcaklıklarda nanokompozit malzemenin daha elastik davranış göstermesine dayandırılmıştır.

- E+P/1Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanokompozit malzemenin şekil geri kazanım oranı %88 olarak ölçülmüştür. Hibrit (E+P/05GNP05Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) nanokompozitin ise şekil geri kazanım oranı %90 'dır. Burada hibrit nanokompozitin şekil geri kazanım oranı %1 GNP ve %1 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanokompozit malzemelerin arasında bir değer çıkmıştır.

## 5.2 Öneriler

- Elium reçinenin şekil hafızası özelliğine sahip olduğu yapılan çalışmada açıkça görülmektedir. Bunun yanında PAN nanoelyaf içerisine katılan nanopartiküllerle şekil hafızası özelliğinin iyileştiği de görülmektedir. Şekil hafızasına sahip olan bu malzemelerin kendi kendini iyileştirme (Self Healing) özellikleri incelenebilir.
- Elium reçinenin şekil hafızasının silinip yeni şekil programlaması gerçekleştirilebilir. Bunun yanında diğer katkılı nanokompozitlerin de şekil hafızasının silinip yeni şekil programlama testleri gerçekleştirilebilir.
- Elium reçinelere GNP ve  $Fe_3O_4$  nanopartikül katkısı yapılarak (nanoelyafsız) üretilen nanokompozitlerin mekanik özellikleri incelenebilir.
- Üretilen nanokompozitlerde kullanılan nanopartiküllerin yerine gümüş nanopartikül (Ag), silisyum karbür (SiC) gibi nanopartiküllerle katkılı nanokompozit malzemelerin de şekil hafızasına etkileri incelenebilir.
- Üretilen nanokompozit malzemelerin düşük hızda darbe testleri gerçekleştirilerek darbe tokluğu incelenebilir.
- Üretilen nanokompozit malzemelerin tuzlu su, soğuk su, sıcak su, asidik ortam gibi şartlarda yaşlanma etkileri araştırılabilir.
- Üretilen nanokompozit malzemelerin kırılma tokluğu hesaplama yöntemlerinden komplians metodu, J-integral metodu yöntemleriyle de hesaplanabilir.
- Üretilen nanokompozit malzemelerin X-ışını geçirgenlik, radar absorpsiyon, elektromanyetik kalkanlama (EMI Shielding) testleri gerçekleştirilebilir.
- Üretilen nanokompozit malzemelerin  $T_g$  sıcaklığı üstünde veya altında farklı sıcaklıklarda birden fazla geçici şekil programlanarak çoklu şekil hafızası özelliği incelenebilir.

## 6. KAYNAKLAR

- Alarifi, I. M., Alharbi, A., Khan, W. S., Swindle, A., & Asmatulu, R. (2015). Thermal, electrical and surface hydrophobic properties of electrospun polyacrylonitrile nanofibers for structural health monitoring. *Materials*, 8(10), 7017-7031.
- Anilkumar, P. R., Manjunatha, L. H., & Venkategowda, T. (2022). Dynamic mechanical analysis of graphene and nano silica reinforced hybrid epoxy composites under dual cantilever mode. *Materials Today: Proceedings*, 54, 402-408.
- Baji, A., Mai, Y. W., Wong, S. C., Abtahi, M. and Chen, P., 2010, Electrospinning of polymer nanofibers: Effects on oriented morphology, structures and tensile properties, *Compos Sci Technol*, 70, 5, 703-18.
- Bajpai, A., Wetzel, B., Klingler, A., & Friedrich, K. (2020). Mechanical properties and fracture behavior of high-performance epoxy nanocomposites modified with block polymer and core-shell rubber particles. *Journal of Applied Polymer Science*, 137(11), 48471.
- Bashir, M. A. (2021). Use of dynamic mechanical analysis (DMA) for characterizing interfacial interactions in filled polymers. *Solids*, 2(1), 108-120.
- Bazzi, M., Shabani, I., & Mohandesi, J. A. (2022). Enhanced mechanical properties and electrical conductivity of Chitosan/Polyvinyl Alcohol electrospun nanofibers by incorporation of graphene nanoplatelets. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 125, 104975.
- Benatar, A., & Marcus, M. (2023). Ultrasonic welding of plastics and polymeric composites. In *Power ultrasonics* (pp. 205-225). Woodhead Publishing.
- Bhudolia, S. K., Gohel, G., Leong, K. F., & Barsotti Jr, R. J. (2020). Investigation on ultrasonic welding attributes of novel carbon/elium® composites. *Materials*, 13(5), 1117.
- Bhudolia, S. K., Gohel, G., Leong, K. F., & Joshi, S. C. (2020), Damping, impact and flexural performance of novel carbon/Elium® thermoplastic tubular composites, *Composites Part B: Engineering*, 203, 108480.
- Bhudolia, S. K., Gohel, G., Fai, L. K., & Barsotti Jr, R. J. (2020), Fatigue response of ultrasonically welded carbon/Elium® thermoplastic composites, *Materials Letters*, 264, 127362.
- Bonnet, M. (2009). *Kunststoffe in der Ingenieur Anwendung*. Wiesbaden: Vieweg+ Teubner.
- Bowditch, M., Clarke, J. and Stannard, K., 1987, The strength and durability of adhesive joints made underwater, *Adhesion*, 11, 1-16.
- Camacho-Lopez, M., Finkelmann, H., Palffy-Muhoray, P., & Shelley, M. (2004). Fast liquid-crystal elastomer swims into the dark. *Nature materials*, 3(5), 307-310.
- Cao, G. (2004). *Nanostructures & nanomaterials: synthesis, properties & applications*, Imperial college press.
- Chatterjee, T., & Naskar, K. (2019). Thermo-sensitive shape memory polymer nanocomposite based on polyhedral oligomeric silsesquioxane (POSS) filled polyolefins. *Polymer-Plastics Technology and Materials*, 58(6), 630-640.
- Chauhan, S. S., Singh, B. P., Malik, R. S., Verma, P., & Choudhary, V. (2018). Detailed dynamic mechanical analysis of thermomechanically stable melt-processed PEK-MWCNT nanocomposites. *Polymer Composites*, 39(7), 2587-2596.
- Chen, Q., Zhang, L. F., Rahman, A., Zhou, Z. P., Wu, X. F. ve Fong, H., 2011, Hybrid multi-scale epoxy composite made of conventional carbon fiber fabrics with interlaminar regions containing electrospun carbon nanofiber mats, *Composites Part a-Applied Science and Manufacturing*, 42 (12), 2036-2042.
- Chen, Q., Zhang, L., Zhao, Y., Wu, X.-F. ve Fong, H., 2012, Hybrid multi-scale composites developed from glass microfiber fabrics and nano-epoxy resins containing electrospun glass nanofibers, *Composites Part B: Engineering*, 43 (2), 309-316.

- Cousins, D. S., Suzuki, Y., Murray, R. E., Samaniuk, J. R., & Stebner, A. P. (2019). Recycling glass fiber thermoplastic composites from wind turbine blades. *Journal of cleaner production*, 209, 1252-1263.
- Dallmeyer, I., Chowdhury, S., & Kadla, J. F. (2013). Preparation and characterization of kraft lignin-based moisture-responsive films with reversible shape-change capability. *Biomacromolecules*, 14(7), 2354-2363.
- Dalton, S., Heatley, F., & Budd, P. M. (1999). Thermal stabilization of polyacrylonitrile fibres. *Polymer*, 40(20), 5531-5543.
- Deitzel, J. M., Kleinmeyer, J., Harris, D. and Tan, N. C. B., 2001, The effect of processing variables on the morphology of electrospun nanofibers and textiles, *Polymer*, 42, 1, 261-72.
- Dong, Y., Qian, C., Lu, J., & Fu, Y. (2018). Clay montmorillonite-poly (ε-caprolactone) electrospun microfiber/epoxy composites with triple shape memory effect. *Pigment & Resin Technology*, 47(1), 29-37.
- Duan, G., Zhang, C., Li, A., Yang, X., Lu, L., & Wang, X. (2008). Preparation and characterization of mesoporous zirconia made by using a poly (methyl methacrylate) template. *Nanoscale research letters*, 3, 118-122.
- Eisenbach, C. D. (1980). Isomerization of aromatic azo chromophores in poly (ethyl acrylate) networks and photomechanical effect. *Polymer*, 21(10), 1175-1179.
- Ekrem, M. (2006). Cam kumaş takviyeli termoplastik kompozitlerin mekanik özellikleri ve kırılma davranışları (Yüksek Lisans Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü).
- Ekrem, M. (2015). Karbon nanotüp ve polivinil alkol nanoelyafla güçlendirilmiş epoksi yapıştırıcıların alüminyum bağlantılar üzerindeki kırılma davranışları.
- Ekrem, M., & Avcı, A. (2018). Effects of polyvinyl alcohol nanofiber mats on the adhesion strength and fracture toughness of epoxy adhesive joints. *Composites Part B: Engineering*, 138, 256-264.
- Eldin, M. M., Elaassar, M. R., Elzatahry, A. A., & Al-Sabah, M. M. B. (2017). Poly (acrylonitrile-co-methyl methacrylate) nanoparticles: I. Preparation and characterization. *Arabian journal of chemistry*, 10(8), 1153-1166.
- El Feninat, F., Laroche, G., Fiset, M., & Mantovani, D. (2002). Shape memory materials for biomedical applications. *Advanced Engineering Materials*, 4(3), 91-104.
- Esmaili, A., Ma, D., Manes, A., Oggioni, T., Jiménez-Suárez, A., Ureña, A., ... & Sbarufatti, C. (2020). An experimental and numerical investigation of highly strong and tough epoxy based nanocomposite by addition of MWCNTs: Tensile and mode I fracture tests. *Composite Structures*, 252, 112692.
- Fejős, M., Molnár, K., & Karger-Kocsis, J. (2013). Epoxy/polycaprolactone systems with triple-shape memory effect: electrospun nanoweb with and without graphene versus co-continuous morphology. *Materials*, 6(10), 4489-4504.
- Ferrera, D. A. (2001). U.S. Patent No. 6,224,610. Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office.
- Finkelmann, H., Nishikawa, E., Pereira, G. G., & Warner, M. (2001). A new opto-mechanical effect in solids. *Physical Review Letters*, 87(1), 015501.
- Fong, H., Liu, W. D., Wang, C. S. and Vaia, R. A., 2002, Generation of electrospun fibers of nylon 6 and nylon 6-montmorillonite nanocomposite, *Polymer*, 43, 3, 775-80.
- Franco-Urquiza, E. A. (2021). Clay-based polymer nanocomposites: essential work of fracture. *Polymers*, 13(15), 2399.
- Fredi, G., Dorigato, A., & Pegoretti, A. (2020). Dynamic-mechanical response of carbon fiber laminates with a reactive thermoplastic resin containing phase change microcapsules. *Mechanics of Time-Dependent Materials*, 24(3), 395-418.
- Gall, K., Yakacki, C. M., Liu, Y., Shandas, R., Willett, N., & Anseth, K. S. (2005). Thermomechanics of the shape memory effect in polymers for biomedical applications. *Journal of Biomedical Materials Research Part A: An Official Journal of The Society*

- for Biomaterials, The Japanese Society for Biomaterials, and The Australian Society for Biomaterials and the Korean Society for Biomaterials, 73(3), 339-348.
- Gebhardt, M. (2022). Towards a closed loop recycling of room temperature infusible thermoplastic CFRPs (Doctoral dissertation, Dissertation, Clausthal-Zellerfeld, Technische Universität Clausthal, 2022).
- Gong, T., Li, W., Chen, H., Wang, L., Shao, S., & Zhou, S. (2012). Remotely actuated shape memory effect of electrospun composite nanofibers. *Acta biomaterialia*, 8(3), 1248-1259.
- Goto, K., Imai, K., Arai, M., & Ishikawa, T. (2019). Shear and tensile joint strengths of carbon fiber-reinforced thermoplastics using ultrasonic welding. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 116, 126-137.
- Goyat, M., Rana, S., Halder, S. ve Ghosh, P., 2018, Facile fabrication of epoxy-TiO<sub>2</sub> nanocomposites: A critical analysis of TiO<sub>2</sub> impact on mechanical properties and toughening mechanisms, *Ultrasonics sonochemistry*, 40, 861-873.
- Gu, X., & Mather, P. T. (2013). Water-triggered shape memory of multiblock thermoplastic polyurethanes (TPUs). *Rsc Advances*, 3(36), 15783-15791.
- Guan, X., Dong, Y., Xia, H., Yao, J., & Ni, Q. Q. (2020). Mechanical and shape memory performance of shape memory polyurethane-based aligned nanofibers. *Polymer Testing*, 91, 106778.
- Guan, X., Xia, H., & Ni, Q. Q. (2021). Shape memory polyurethane-based electrospun yarns for thermo-responsive actuation. *Journal of Applied Polymer Science*, 138(24), 50565.
- Guo, F., Zheng, X., Liang, C., Jiang, Y., Xu, Z., Jiao, Z., ... and Gao, W., 2019, Millisecond Response of Shape Memory Polymer Nanocomposite Aerogel Powered by Stretchable Graphene, *Framework. ACS nano*, 13(5), 5549-5558.
- Guo, Z., & Tan, L. (2009), *Fundamentals and applications of nanomaterials*, Artech House.
- 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 Nanofibrilmat Interleaved Carbon/Epoxy Laminates, *Polymer Composites*, 32 (11), 1781-1789.
- Hamer, S., Leibovich, H., Green, A., Avrahami, R., Zussman, E., Siegmann, A. ve Sherman, D., 2014, Mode I and Mode II fracture energy of MWCNT reinforced nanofibrilmats interleaved carbon/epoxy laminates (vol 90, pg 48, 2014), *Composites Science and Technology*, 93, 114-114.
- Han, N., Baran, I., Zanjani, J. S. M., Yuksel, O., An, L., & Akkerman, R. (2020), Experimental and computational analysis of the polymerization overheating in thick glass/Elium® acrylic thermoplastic resin composites, *Composites Part B: Engineering*, 202, 108430.
- Harris, C. E., & Morris, D. H. (1986). A comparison of the fracture behavior of thick laminated composites utilizing compact tension, three-point bend, and center-cracked tension specimens. ASTM International.
- He, J. H., Wan, Y. Q. and Yu, J. Y., 2004, Application of vibration technology to polymer electrospinning, *Int J Nonlinear Sci*, 5, 3, 253-62.
- Hou, H. Q., Ge, J. J., Zeng, J., Li, Q., Reneker, D. H., Greiner, A. ve Cheng, S. Z. D., 2005, Electrospun polyacrylonitrile nanofibers containing a high concentration of well-aligned multiwall carbon nanotubes, *Chemistry of Materials*, 17 (5), 967-973.
- Hsieh, C. H., Mohd Razali, N. A., Lin, W. C., Yu, Z. W., Istiqomah, D., Kotsuchibashi, Y., & Su, H. H. (2020). Development of thermo-responsive polycaprolactone–polydimethylsiloxane shrinkable nanofibre mesh. *Nanomaterials*, 10(7), 1427.
- Huang, Z.-M., Zhang, Y.-Z., Kotaki, M. and Ramakrishna, S., 2003, A review on polymer nanofibers by electrospinning and their applications in nanocomposites, *Compos Sci Technol*, 63, 15, 2223-53.

- Ikeda, T., Nakano, M., Yu, Y., Tsutsumi, O., & Kanazawa, A. (2003). Anisotropic bending and unbending behavior of azobenzene liquid-crystalline gels by light exposure. *Advanced Materials*, 15(3), 201-205.
- Iregui, A., Irusta, L., Martin, L., & González, A. (2019). Analysis of the process parameters for obtaining a stable electrospun process in different composition epoxy/poly  $\epsilon$ -Caprolactone blends with shape memory properties. *Polymers*, 11(3), 475.
- Jeong, H. Y., Woo, B. H., Kim, N., and Jun, Y. C., 2020, Multicolor 4D printing of shape-memory polymers for light-induced selective heating and remote actuation, *Scientific reports*, 10(1), 1-11.
- Ji, J. Y., Sui, G., Yu, Y. H., Liu, Y. X., Lin, Y. H., Du, Z. J., Ryu, S. ve Yang, X. P., 2009, Significant Improvement of Mechanical Properties Observed in Highly Aligned Carbon-Nanotube-Reinforced Nanofibers, *Journal of Physical Chemistry C*, 113 (12), 4779-4785.
- Jian, W., Wang, X., Lu, H., & Lau, D. 2021, Molecular dynamics simulations of thermodynamics and shape memory effect in CNT-epoxy nanocomposites. *Composites Science and Technology*, 211, 108849.
- Juodkakis, S., Mukai, N., Wakaki, R., Yamaguchi, A., Matsuo, S., & Misawa, H. (2000). Reversible phase transitions in polymer gels induced by radiation forces. *Nature*, 408(6809), 178-181.
- Jyoti, J., & Arya, A. K. (2020). EMI shielding and dynamic mechanical analysis of graphene oxide-carbon nanotube-acrylonitrile butadiene styrene hybrid composites. *Polymer Testing*, 91, 106839.
- Kahraman, H. T., Yar, A., Avcı, A., & Pehlivan, E. (2018). Preparation of nanoclay incorporated PAN fibers by electrospinning technique and its application for oil and organic solvent absorption. *Separation Science and Technology*, 53(2), 303-311.
- Kamyab, A., Ghasemi-Ghalebahman, A., Fereidoon, A., & Khonakdar, H. A. (2021). Shape memory and mechanical properties of polycaprolactone/polypropylene carbonate nanocomposite blends in the presence of G-POSS nanoparticles. *Express Polymer Letters*, 15(5), 473-489.
- Katz, J. D. (1992). Microwave sintering of ceramics. *Annual Review of Materials Science*, 22(1), 153-170.
- Keskin, M. A. (2019). Naylon 6.6 nanoelyaf ile takviye edilmiş epoksi nano kompozitlerin üretimi ve dinamik mekanik analizi (DMA) (Yüksek Lisans Tezi, Konya Teknik Üniversitesi).
- Khan, T., Aydın, O. A., Acar, V., Aydın, M. R., Hülagü, B., Bayrakçeken, H., ... & Akbulut, H. (2020). Experimental investigation of mechanical and modal properties of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticle reinforced polyurethane core sandwich structures. *Materials Today Communications*, 24, 101233.
- Khonakdar, H. A. (2015). Dynamic mechanical analysis and thermal properties of LLDPE/EVA/modified silica nanocomposites. *Composites Part B: Engineering*, 76, 343-353.
- Koerner, H., Price, G., Pearce, N. A., Alexander, M., & Vaia, R. A. (2004). Remotely actuated polymer nanocomposites—stress-recovery of carbon-nanotube-filled thermoplastic elastomers. *Nature materials*, 3(2), 115-120.
- Lai, C. L., Zhong, G. J., Yue, Z. R., Chen, G., Zhang, L. F., Vakili, A., Wang, Y., Zhu, L., Liu, J. ve Fong, H., 2011, Investigation of post-spinning stretching process on morphological, structural, and mechanical properties of electrospun polyacrylonitrile copolymer nanofibers, *Polymer*, 52 (2), 519-528.
- Lee, A. P., Northrup, M. A., Ciarlo, D. R., Krulevitch, P. A., & Benett, W. J. (2000). U.S. Patent No. 6,102,933. Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office.
- Lendlein, A. and Kelch, S., 2002, Shape-memory polymers, *Angewandte Chemie International Edition*, 41(12), 2034-2057.

- Lendlein, A., & Langer, R. (2002). Biodegradable, elastic shape-memory polymers for potential biomedical applications. *Science*, 296(5573), 1673-1676.
- Lendlein, A., Jiang, H., Jünger, O., and Langer, R., 2005, Light-induced shape-memory polymers. *Nature*, 434(7035), 879-882.
- Lendlein, A. and Gould, O. E., 2019, Reprogrammable recovery and actuation behaviour of shape-memory polymers, *Nature Reviews Materials*, 4(2), 116-133.
- Leonés, A., Sonseca, A., López, D., Fiori, S., & Peponi, L. (2019). Shape memory effect on electrospun PLA-based fibers tailoring their thermal response. *European Polymer Journal*, 117, 217-226.
- Li, M. H., Keller, P., Li, B., Wang, X., & Brunet, M. (2003). Light-driven side-on nematic elastomer actuators. *Advanced Materials*, 15(7-8), 569-572.
- Lin, S., Cai, Q., Ji, J. Y., Sui, G., Yu, Y. H., Yang, X. P., Ma, Q., Wei, Y. ve Deng, X. L., 2008, Electrospun nanofiber reinforced and toughened composites through in situ nano-interface formation, *Composites Science and Technology*, 68 (15-16), 3322-3329.
- Leonés, A., Sonseca, A., López, D., Fiori, S., & Peponi, L. (2019). Shape memory effect on electrospun PLA-based fibers tailoring their thermal response. *European Polymer Journal*, 117, 217-226.
- Liu, C., & Mather, P. T. (2002). Thermomechanical characterization of a tailored series of shape memory polymers. *Journal of Applied Medical Polymers*, 6(2), 47-52.
- Liu, Y., Gall, K., Dunn, M. L., & McCluskey, P. (2003). Thermomechanical recovery couplings of shape memory polymers in flexure. *Smart Materials and Structures*, 12(6), 947.
- Liu, Y., Zhao, J., Zhao, L., Li, W., Zhang, H., Yu, X., & Zhang, Z. 2016,. High performance shape memory epoxy/carbon nanotube nanocomposites. *ACS applied materials & interfaces*, 8(1), 311-320.
- Mahapatra, A., Garg, N., Nayak, B. P., Mishra, B. G., & Hota, G. (2012). Studies on the synthesis of electrospun PAN-Ag composite nanofibers for antibacterial application. *Journal of applied polymer science*, 124(2), 1178-1185.
- Maitland, D. J., Metzger, M. F., Schumann, D., Lee, A., & Wilson, T. S. (2002). Photothermal properties of shape memory polymer micro-actuators for treating stroke. *Lasers in Surgery and Medicine: The Official Journal of the American Society for Laser Medicine and Surgery*, 30(1), 1-11.
- Metcalfe, A., Desfaits, A. C., Salazkin, I., Sokolowski, W. M., & Raymond, J. (2003). Cold hibernated elastic memory foams for endovascular interventions. *Biomaterials*, 24(3), 491-497.
- Metzger, M. F., Wilson, T. S., Schumann, D., Matthews, D. L., & Maitland, D. J. (2002). Mechanical properties of mechanical actuator for treating ischemic stroke. *Biomedical Microdevices*, 4, 89-96.
- Muthuraj, R., Grohens, Y., & Seantier, B. (2017), Mechanical and thermal insulation properties of elium acrylic resin/cellulose nanofiber based composite aerogels, *Nano-Structures & Nano-Objects*, 12, 68-76.
- Murray, R. E., Roadman, J., & Beach, R. (2019). Fusion joining of thermoplastic composite wind turbine blades: Lap-shear bond characterization. *Renewable Energy*, 140, 501-512.
- Naebe, M., Lin, T., Tian, W., Dai, L. M. and Wang, X. G., 2007, Effects of MWNT nanofillers on structures and properties of PVA electrospun nanofibres, *Nanotechnology*, 18, 22.
- Nahavandizadeh, N., & Rezaei, M. (2020). Preparation of Shape Memory Polyurethane/Hydroxyapatite Nanocomposite Scaffolds by Electrospinning Method and Investigation of Their Microstructure and Physical-Mechanical Properties. *Polymer-Plastics Technology and Materials*, 59(14), 1562-1573.

- Niiyama, E., Tanabe, K., Uto, K., Kikuchi, A., & Ebara, M. (2019). Shape-memory nanofiber meshes with programmable cell orientation. *Fibers*, 7(3), 20.
- Navarro-Baena, I., Sessini, V., Dominici, F., Torre, L., Kenny, J. M., & Peponi, L. (2016). Design of biodegradable blends based on PLA and PCL: From morphological, thermal and mechanical studies to shape memory behavior. *Polymer degradation and stability*, 132, 97-108.
- Obande, W., Mamalis, D., Ray, D., Yang, L., & Brádaigh, C. M. Ó. (2019). Mechanical and thermomechanical characterisation of vacuum-infused thermoplastic-and thermoset-based composites. *Materials & Design*, 175, 107828.
- Ohki, T., Ni, Q. Q., Ohsako, N., & Iwamoto, M. (2004). Mechanical and shape memory behavior of composites with shape memory polymer. *Composites Part A: applied science and manufacturing*, 35(9), 1065-1073.
- Osada, Y., & Matsuda, A. (1995). Shape memory in hydrogels. *Nature*, 376(6537), 219-219.
- Ota, S. (1981). Current status of irradiated heat-shrinkable tubing in Japan. *Radiation Physics and Chemistry* (1977), 18(1-2), 81-87.
- Otsuka, K., & Wayman, C. M. (Eds.). (1999). *Shape memory materials*. Cambridge university press.
- Peng, Q., Cheng, J., Lu, S., & Li, Y. (2020). Electrospun hyperbranched polylactic acid-modified cellulose nanocrystals/polylactic acid for shape memory membranes with high mechanical properties. *Polymers for Advanced Technologies*, 31(1), 15-24.
- Phong, N. T., Gabr, M. H., Okubo, K., Chuong, B. and Fujii, T., 2013, Improvement in the mechanical performances of carbon fiber/epoxy composite with addition of nano-(Polyvinyl alcohol) fibers, *Compos Struct*, 99, 380-7.
- Ponyrko, S., Donato, R. K., & Matějka, L. (2016). Tailored high performance shape memory epoxy-silica nanocomposites. *Structure design. Polymer Chemistry*, 7(3), 560-572.
- Poppinga, S., Nestle, N., Šandor, A., Reible, B., Masselter, T., Bruchmann, B., & Speck, T. (2017). Hygroscopic motions of fossil conifer cones. *Scientific reports*, 7(1), 40302.
- Poppinga, S., Zollfrank, C., Prucker, O., Rühle, J., Menges, A., Cheng, T., & Speck, T. (2018). Toward a new generation of smart biomimetic actuators for architecture. *Advanced Materials*, 30(19), 1703653.
- Qiao, Y., & Salviato, M. (2019). Study of the fracturing behavior of thermoset polymer nanocomposites via cohesive zone modeling. *Composite Structures*, 220, 127-147.
- Qiu, Y., & Park, K. (2001). Environment-sensitive hydrogels for drug delivery. *Advanced drug delivery reviews*, 53(3), 321-339.
- Rajendran, S., Sivakumar, M., & Subadevi, R. (2003). Effect of salt concentration in poly (vinyl alcohol)-based solid polymer electrolytes. *Journal of Power Sources*, 124(1), 225-230.
- Ramesh, S., Leen, K. H., Kumutha, K., & Arof, A. K. (2007). FTIR studies of PVC/PMMA blend based polymer electrolytes. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 66(4-5), 1237-1242.
- Rathi, A., & Kundalwal, S. I. (2020). Mechanical and fracture behavior of MWCNT/ZrO<sub>2</sub>/epoxy nanocomposite systems: Experimental and numerical study. *Polymer Composites*, 41(6), 2491-2507.
- Reneker, D. H., Yarin, A. L., Fong, H. and Koombhongse, S., 2000, Bending instability of electrically charged liquid jets of polymer solutions in electrospinning, *J Appl Phys*, 87, 9, 4531-47.
- Rousseau, I. A., & Mather, P. T. (2003). Shape memory effect exhibited by smectic-C liquid crystalline elastomers. *Journal of the American Chemical Society*, 125(50), 15300-15301.
- Roy, S., Sohail, T., & Bodiuzzaman, J. (2020). Effect of nanoparticle size on fracture behavior in polymer nanocomposites. In *AIAA Scitech 2020 Forum* (p. 2257).

- Saba, N., Jawaid, M., Allothman, O. Y., & Paridah, M. T. (2016). A review on dynamic mechanical properties of natural fibre reinforced polymer composites. *Construction and Building Materials*, 106, 149-159.
- Saba, N., Safwan, A., Sanyang, M. L., Mohammad, F., Pervaiz, M., Jawaid, M., ... & Sain, M. (2017). Thermal and dynamic mechanical properties of cellulose nanofibers reinforced epoxy composites. *International journal of biological macromolecules*, 102, 822-828.
- Sabzi, M., Ranjbar-Mohammadi, M., Zhang, Q., Kargozar, S., Leng, J., Akhtari, T., & Abbasi, R. (2019). Designing triple-shape memory polymers from a miscible polymer pair through dual-electrospinning technique. *Journal of Applied Polymer Science*, 136(19), 47471.
- Sai, M., Sethy, D., Francis, S., Kumar, M. Y., Varghese, F. V., & Balasubramaniam, K. (2021). Optical properties of multilayer graphene nanoplatelet (mGNP)/poly (methyl methacrylate)(PMMA) composite flexible thin films prepared by solvent casting. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 32, 26750-26757.
- Sayin, S., Ozcan, F., Yilmaz, M., Tor, A., Memon, S., & Cengeloglu, Y. (2010). Synthesis of Calix [4] arene-grafted Magnetite Nanoparticles and Evaluation of Their Arsenate as Well as Dichromate Removal Efficiency. *CLEAN–Soil, Air, Water*, 38(7), 639-648.
- Shin, Y. M., Hohman, M. M., Brenner, M. P., & Rutledge, G. C. 2001, Electrospinning: A whipping fluid jet generates submicron polymer fibers, *Applied physics letters*, 78(8), 1149-1151.
- Shirodkar, N., Cheng, S., & Seidel, G. D. (2021). Enhancement of Mode I fracture toughness properties of epoxy reinforced with graphene nanoplatelets and carbon nanotubes. *Composites Part B: Engineering*, 224, 109177.
- Shirole, A., Sapkota, J., Foster, E. J., & Weder, C. (2016). Shape memory composites based on electrospun poly (vinyl alcohol) fibers and a thermoplastic polyether block amide elastomer. *ACS applied materials & interfaces*, 8(10), 6701-6708.
- Srinivasan, G. and Reneker, D. H., 1995, Structure and Morphology of Small-Diameter Electrospun Aramid Fibers, *Polym Int*, 36, 2, 195-201.
- Stachewicz, U., Modaresifar, F., Bailey, R. J., Peijs, T. and Barber, A. H., 2012, Manufacture of void-free electrospun polymer nanofiber composites with optimized mechanical properties, *ACS applied materials & interfaces*, 4, 5, 2577-82.
- Stuart, B. H. (2004). *Infrared spectroscopy: fundamentals and applications*. John Wiley & Sons.
- Sugumaran, D., & Karim, K. J. A. (2017). Removal of copper (II) ion using chitosan-graft-poly (methyl methacrylate) as adsorbent. *Eproc. Chem*, 2, 1-11.
- Sun, Y., Zhang, Z., Moon, K. ve Wong, C., 2004, *J. of Polymer Sci., Part B, Polymer Physics*, 42 (21), 38493858.
- Suresha, B., Ravishankar, B. L., & Sukanya, L. (2013). Dynamic mechanical analysis and three-body abrasive wear behavior of epoxy nanocomposites. *Journal of reinforced plastics and composites*, 32(1), 61-71.
- Suzuki, A., & Tanaka, T. (1990). Phase transition in polymer gels induced by visible light. *Nature*, 346(6282), 345-347.
- Şenyurt, M. A., Ekrem, M., Düzcükoğlu, H., & Avcı, A. (2021). Effect of composite to aluminum single lap joints reinforced with graphene doped nylon 6.6 nanofibers. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part E: Journal of Process Mechanical Engineering*, 235(5), 1269-1278.
- Tan, L., Gan, L., Hu, J., Zhu, Y., & Han, J. (2015). Functional shape memory composite nanofibers with graphene oxide filler. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 76, 115-123.

- Teo, W. E. and Ramakrishna, S., 2009, Electrospun nanofibers as a platform for multifunctional, hierarchically organized nanocomposite, *Compos Sci Technol*, 69, 11-12, 1804-17.
- Ulus, H., Kaybal, H. B., Berber, N. E., Tatar, A. C., Ekrem, M., Ataberk, N., & Avci, A. (2022). An experimental evaluation on the dynamic response of water aged composite/aluminium adhesive joints: Influence of electrospun nanofibers interleaving. *Composite Structures*, 280, 114852.
- Underwood, J. H., Burch, I., & Bandyopadhyay, S. (1990). Effects of notch geometry and moisture on fracture strength of carbon/epoxy and carbon/bismaleimide laminates (Final Report).
- Underwood, J. H., & Kortschot, M. T. (1994). Notch-tip damage and translaminar fracture toughness measurements from carbon/epoxy laminates. US Army armament research, development and engineering centre, technical report ARCCB-TR-94010.
- Underwood, J. H., Kortschot, M. T., Lloyd, W. R., Eidinoff, H. L., Wilson, D. A., & Ashbaugh, N. (1995). Translaminar fracture toughness test methods and results from interlaboratory tests of carbon/epoxy laminates. ASTM special technical publication, 1256, 486-508.
- Venkategowda, T., Manjunatha, L. H., & Anilkumar, P. R. (2022). Dynamic mechanical behavior of natural fibers reinforced polymer matrix composites—A review. *Materials Today: Proceedings*, 54, 395-401.
- Villegas, I. F., & Bersee, H. E. (2010). Ultrasonic welding of advanced thermoplastic composites: An investigation on energy-directing surfaces. *Advances in Polymer Technology*, 29(2), 112-121.
- Villegas, I. F., & van Moorlegghem, R. (2018). Ultrasonic welding of carbon/epoxy and carbon/PEEK composites through a PEI thermoplastic coupling layer. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 109, 75-83.
- Vineyard, G. H. (1957). Frequency factors and isotope effects in solid state rate processes. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 3(1-2), 121-127.
- Vijayakumari, G., Selvakumar, N., Jeyasubramanian, K., & Mala, R. (2013). Investigation on the electrical properties of polymer metal nanocomposites for physiological sensing applications. *Physics Procedia*, 49, 67-78.
- Vollath, D., & KGaA, W. V. V. G. C. (2008), An introduction to synthesis, properties and application, *Management*, 7(6), 865-870.
- Wang, Q., Li, Y., Zhang, B., Ding, X., & Zheng, A. (2022). Shape memory performances of homogeneous poly (L-lactide-co- $\epsilon$ -caprolactone)/polytrimethylene carbonate-grafted functionalized graphene oxide nanocomposites. *European Polymer Journal*, 173, 111291.
- Wei, Z. G., Sandström, R., & Miyazaki, S. (1998). Shape-memory materials and hybrid composites for smart systems: Part I Shape-memory materials. *Journal of materials science*, 33, 3743-3762.
- Xia, Y., Yang, P., Sun, Y., Wu, Y., Mayers, B., Gates, B., ... & Yan, H. (2003), One-dimensional nanostructures: synthesis, characterization, and applications, *Advanced materials*, 15(5), 353-389.
- Xu, L. R., 2004, Mechanical Property Characterization of a Polymeric Nanocomposite Reinforced by Graphitic Nanofibers with Reactive Linkers, *Journal of Composite Materials*, 38 (18), 1563-1582.
- Yan, B., Gu, S., & Zhang, Y. (2013). Polylactide-based thermoplastic shape memory polymer nanocomposites. *European polymer journal*, 49(2), 366-378.
- Yang, H., Wang, Z., Guo, Y., & Shi, X. (2016). A molecular dynamics investigation of the deformation mechanism and shape memory effect of epoxy shape memory polymers. *Science China Physics, Mechanics & Astronomy*, 59, 1-7.

- Yang, D., Xu, H., Yu, W., Wang, J., & Gong, X. (2017). Dielectric properties and thermal conductivity of graphene nanoplatelet filled poly (vinylidene fluoride)(PVDF)/poly (methyl methacrylate)(PMMA) blend. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 28, 13006-13012.
- Yao, Y., Wang, J., Lu, H., Xu, B., Fu, Y., Liu, Y., & Leng, J. (2015). Thermosetting epoxy resin/thermoplastic system with combined shape memory and self-healing properties. *Smart Materials and Structures*, 25(1), 015021.
- Yar, A. (2017). Elektrosprin yöntemiyle üretilmiş nano-mat katmanın karbon kumaş/epoksi kompozitlerde kırılma davranışına ve mekanik özelliklerine etkilerinin incelenmesi.
- Yıldırım, F., Ataberk, N., & Ekrem, M. (2021). Mechanical and thermal properties of a nanocomposite material which epoxy based and reinforced with polyvinyl alcohol nano fibers contained multiwalled carbon nanotube. *Journal of Composite Materials*, 55(10), 1339-1347.
- Yoo, H. J., Mahapatra, S. S., & Cho, J. W. (2014). High-speed actuation and mechanical properties of graphene-incorporated shape memory polyurethane nanofibers. *The Journal of Physical Chemistry C*, 118(19), 10408-10415.
- Yu, Y., Nakano, M., & Ikeda, T. (2003). Directed bending of a polymer film by light. *Nature*, 425(6954), 145-145.
- Zamani, N. R., Jumahat, A., & Bahsan, R. (2015). Dynamic Mechanical Analysis of Nanosilica Filled Epoxy Nanocomposites. *Applied Mechanics and Materials*, 699, 239-244.
- Zare, M., Parvin, N., Prabhakaran, M. P., Mohandesi, J. A., & Ramakrishna, S. (2019). Highly porous 3D sponge-like shape memory polymer for tissue engineering application with remote actuation potential. *Composites Science and Technology*, 184, 107874.
- Zare, M., Davoodi, P., & Ramakrishna, S. 2021, Electrospun shape memory polymer micro-/nanofibers and tailoring their roles for biomedical applications, *Nanomaterials*, 11(4), 933.
- Zhang, S., Fu, X., & Gong, Y. (2007). Spectroscopic and electrochemical studies on block-polymer/PMMA blend based composite polymer electrolytes. *Journal of applied polymer science*, 106(6), 4091-4097.
- Zhang, J., Lin, T. and Wang, X. G., 2010, Electrospun nanofibre toughened carbon/epoxy composites: Effects of polyetherketone cardo (PEK-C) nanofibre diameter and interlayer thickness, *Compos Sci Technol*, 70, 11, 1660-6.
- Zhang, J., Yang, T., Lin, T. ve Wang, C. H., 2012, Phase morphology of nanofibre interlayers: Critical factor for toughening carbon/epoxy composites, *Composites Science and Technology*, 72 (2), 256-262.
- Zhang, X., Alloul, O., He, Q., Zhu, J., Verde, M. J., Li, Y., ... & Guo, Z. (2013). Strengthened magnetic epoxy nanocomposites with protruding nanoparticles on the graphene nanosheets. *Polymer*, 54(14), 3594-3604.
- Zhang, F., Zhang, Z., Liu, Y., & Leng, J. (2014). Electrospun nanofiber membranes for electrically activated shape memory nanocomposites. *Smart materials and structures*, 23(6), 065020.
- Zhang, F., Zhang, Z., Liu, Y., Cheng, W., Huang, Y., & Leng, J. (2015). Thermosetting epoxy reinforced shape memory composite microfiber membranes: Fabrication, structure and properties. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 76, 54-61.
- Zhang, F., Xia, Y., Wang, L., Liu, L., Liu, Y., & Leng, J. (2018). Conductive shape memory microfiber membranes with core-shell structures and electroactive performance. *ACS applied materials & interfaces*, 10(41), 35526-35532.
- Zhang, Z., Wang, P., & Wu, J. (2012). Dynamic mechanical properties of EVA polymer-modified cement paste at early age. *Physics Procedia*, 25, 305-310.

- Zhao, W., Liu, L., Leng, J. and Liu, Y., 2019, Thermo-mechanical behavior prediction of particulate reinforced shape memory polymer composite. *Composites Part B: Engineering*, 179, 107455.
- Zhu, Z., Chen, H., Chen, Q., Liu, C., Noh, K., Yao, H., ... & Sue, H. J. (2022). Fracture behavior of hybrid epoxy nanocomposites based on multi-walled carbon nanotube and core-shell rubber. *Nano Materials Science*, 4(3), 251-258.
- Zoller, A., Escalé, P., & Gérard, P. (2019). Pultrusion of bendable continuous fibers reinforced composites with reactive acrylic thermoplastic ELIUM® resin. *Frontiers in Materials*, 6, 290.
- Zucchelli, A., Focarete, M. L., Gualandi, C. and Ramakrishna, S., 2011, Electrospun nanofibers for enhancing structural performance of composite materials, *Polym Advan Technol*, 22, 3, 339-49.