

**KARBON ELYAF DOLGULU POLİETERİMİD  
KOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU**

**PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF CARBON  
FIBER REINFORCED POLYETHERIMIDE  
COMPOSITES**

**ANIL TATLIDİLLİ**

**PROF. DR. MENEMŞE GÜMÜŞDERELİOĞLU**

**Tez Danışmanı**

Hacettepe Üniversitesi

Lisansüstü Eğitim-Öğretim ve Sınav Yönetmeliğinin

Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı için Öngördüğü

YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak hazırlanmıştır.

2020

## ÖZET

# KARBON ELYAF DOLGULU POLİETERİMİD KOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

**Anıl TATLIDİLLİ**

**Yüksek Lisans, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı**

**Tez Danışmanı: Prof. Dr. Menemşe GÜMÜŞDERELİOĞLU**

**Eş Danışman: Dr. Damla ÇETİN ALTINDAL**

**Temmuz 2020, 84 sayfa**

Sunulan bu çalışma, ‘Karbon Elyaf Dolgulu Polieterimid (PEİ) Kompozitlerin Üretimi ve Karakterizasyonu’ başlıklı Lisansüstü Tez Projesi (FYL-2019-18024) kapsamında Hacettepe Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi tarafından desteklenmiştir.

Tez çalışmasında, yüksek termal ve mekanik özelliklere sahip, geri dönüşümü olan, uzay, havacılık ve savunma gibi endüstrilerde kullanılacak karbon elyaf dolgulu polieterimid (PEİ) kompozit malzemelerin üretimi ve karakterizasyonu amaçlanmıştır. PEİ reçinesi yüksek termal kararlılığı olan ve iyi mekanik özelliklere sahip termoplastik bir polimerdir. Bu nedenle, kompozit malzemelerin matris elemanı olarak PEİ reçinesi kullanılmıştır. PEİ reçinesi ile üretilen kompozit malzemelerin termal ve mekanik özelliklerine, elyaf/reçine oranının ve karbon elyaf örgü tipinin etkisi araştırılmıştır. Bu

amaçla, tek yönlü (UD) karbon elyaf ve Twill karbon elyaf kullanılarak, ağırlıkça reçine/elyaf oranı 60/40 ve 40/60 olan dört farklı kompozit malzeme el yatırması yöntemi ile üretilmiştir. Kompozit malzemeler, PEİ reçinesi ve karbon elyaflar termal ve mekanik analizlerle karakterize edilmiştir.

Termal analizler sonucunda, kompozit malzemelerin termal kararlılığının karbon elyaflardan bağımsız olduğu, sadece PEİ reçinesine bağlı olduğu tespit edilmiştir. Bu nedenle, PEİ reçinesine termal yaşlanma çalışması yapılmıştır ve reçinenin 25°C’de izotermal koşullar altında 10 yılda hiç kütle kaybetmediği, 100°C izotermal sıcaklıkta ise 10 yıl sonra  $2,965 \times 10^{-8}$  kütle kaybettiği belirlenmiştir. Elde edilen sonuçlar, PEİ reçinesi ve onunla üretilen kompozit malzemelerin termal servis ömrünün çok yüksek olduğunu göstermiştir. Termal analizler ile ayrıca, PEİ reçinesinin ve üretilen kompozit malzemelerin 500°C’ye kadar yapılarının bozulmadığı ve 200°C’ye kadar yumuşama göstermedikleri tespit edilmiştir. Malzemelerin mekanik özellikleri, dinamik mekanik analiz (DMA) cihazı ve çekme testi cihazı ile belirlenmiştir. Çekme testi ile kompozit malzemelerin çekme mukavemeti, Young modülü ve % uzama değerleri bulunmuştur. UD karbon elyaf dolgulu kompozit malzemelerin çekme mukavemeti ve Young modülü değerlerinin, Twill karbon elyaf dolgulu kompozit malzemelerin değerlerinden 3 kat fazla olduğu belirlenmiştir. DMA cihazı ile malzemelerin viskoelastik özellikleri belirlenmiştir. UD karbon elyaf dolgulu kompozit malzemelerin ve reçine oranı yüksek olan kompozit malzemelerin depolama ve kayıp modüllerinin daha yüksek olduğu görülmüştür. DMA cihazı ile ayrıca, malzemelerin 100°C’de 10 MPa yük altındaki mekanik servis ömürleri belirlenmiştir. Servis ömrünün belirlendiği koşullar çok zorlayıcı olmasına rağmen üretilen kompozit malzemelerin mekanik özelliklerinde sadece % 30-50 arasında kayıp olduğu görülmüştür.

Sonuç olarak, üretilen kompozit malzemelerin termal ve mekanik servis ömürlerinin çok yüksek olduğu belirlenmiştir. Kompozit malzemelerin termal özelliklerinin, PEİ reçinesine bağlı olduğu ve termal özelliklerin karbon elyaf örgü tipinden ve reçine oranından bağımsız olduğu tespit edilmiştir. Mekanik özelliklerin ise karbon elyaf örgü tipine ve ağırlıkça reçine oranına bağlı olduğu tayin edilmiştir. UD karbon elyaf ile üretilen kompozit malzemelerin mekanik özelliklerinin Twill karbon elyaf ile üretilen kompozit malzemelerin mekanik özelliklerinden daha iyi olduğu belirlenmiştir. Ağırlıkça

reçine oranının artması malzemelerin çekme mukavemeti değerlerinin azalmasına, viskoelastik özelliklerinin ise artmasına neden olmuştur.

**Anahtar Kelimeler:** Polieterimid, karbon elyaf, termoplastik, kompozit malzeme, mekanik özellikler, kinetik ve mekanik yaşlanma.

## **ABSTRACT**

# **PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF CARBON FIBER REINFORCED POLYETHERIMIDE COMPOSITES**

**Anıl TATLIDİLLİ**

**Master of Science, Department of Chemical Engineering**

**Supervisor: Prof. Dr. Menemşe GÜMÜŞDERELİOĞLU**

**Co- Supervisor: Dr. Damla ÇETİN ALTINDAL**

**July 2020, 84 pages**

This study was financially supported by Hacettepe University Scientific Research Projects Coordination Unit with a graduate project entitled “Production and Characterization of Carbon Fiber Reinforced Polyetherimide Composites” (FYL-2019-18024).

The aim of this study is to develop and characterize carbon fiber filled polyetherimide (PEI) composite materials with high thermal and mechanical properties, which can be recycled and used in industries such as aerospace and defence. PEI resin is a thermoplastic polymer which has high thermal stability and good mechanical properties. Therefore, PEI resin was used as the matrix element of the composite materials developed here. The effect of fiber/resin ratio and carbon fiber woven type on the thermal and mechanical properties of composite materials was investigated. For this purpose, four different composite materials with resin/fiber ratio by weight 60/40 and 40/60 and using

unidirectional (UD) carbon fiber and Twill carbon fiber were produced by hand lay-up method. Composite materials, PEI resin and carbon fibers are characterized by thermal and mechanical analyses.

As a result of thermal analysis, it has been determined that the thermal stability of composite materials is independent of carbon fibers and only depends on PEI resin. Therefore thermal aging study has been carried out with PEI resin and it has been obtained that the resin does not lose any mass in 10 years under isothermal conditions at 25°C, and loses  $2,965 \times 10^{-8}$  % mass after 10 years at 100°C isothermal temperature. The results showed that, the thermal service lifetimes of PEI resin and composite materials are very high. It was also determined that the structure of PEI resin and composite materials did not decompose up to 500°C and did not soften up to 200°C. The mechanical properties of the materials were characterized by dynamic mechanical analysis (DMA) and tensile test. Tensile strength, Young's modulus and % elongation values of composite materials were obtained by tensile test. It has been determined that the tensile strength and Young's modulus of UD carbon fiber filled composite materials are 3 times more than Twill carbon fiber filled composite materials. Viscoelastic properties of materials were determined with DMA. It has been observed that storage and loss modules of UD carbon fiber filled composite materials and composite materials with high resin ratio are higher than that of others. The mechanical service lifetime of the materials under 10 MPa load at 100°C was analyzed with DMA. Although the test conditions are very tough; it has been observed that only 30-50% of mechanical properties of composite materials are lost.

As a result, it was determined that the thermal and mechanical service lifetimes of the composite materials are very high. It has been detected that the thermal properties of composite materials depend on the PEI resin and the thermal properties are independent of the carbon fiber woven type and resin ratio. It was obtained that the mechanical properties depend on the carbon fiber woven type and the ratio of resin by weight. It was determined that the mechanical properties of composite materials produced with UD carbon fiber were better than the mechanical properties of composite materials produced with Twill carbon fiber. The increase in resin ratio in weight caused decrease in the tensile strength values of the materials and increase in their viscoelastic properties.

**Keywords:** Polyetherimide, carbon fiber, thermoplastic, composite material, mechanical properties, kinetic and mechanical aging

## TEŞEKKÜR

Lisans ve yüksek lisans dönemlerinde engin bilgi ve tecrübesini benden esirgemeyen, lisans döneminde mesleğimi sevmemi sağlayan, yüksek lisans döneminde çalışmamın yönlendirilmesi, yürütülmesi ve sonuçlandırılmasında her türlü desteği sağlayan, öğretici ve yol gösterici olan, başarılarını, çalışma azmini, disiplinini hayatım boyunca örnek alacağım, çok saygıdeğer hocam Prof. Dr. Menemşe Gümüşderelioğlu'na sonsuz saygı ve teşekkürlerimi sunarım.

Tez çalışmamda bana her türlü desteği sağlayan, bilgi ve tecrübesini benden esirgemeyen, başarılarını örnek aldığım Dr. Damla Çetin Altındal'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Tez çalışmama, FYL-2019-18024 numaralı Yüksek Lisans Tez Projesi kapsamında maddi destek sağlayan Hacettepe Üniversitesi Bilimsel Araştırmalar Birimi'ne teşekkürlerimi sunarım.

Tez çalışmamda her türlü desteği sağlayan, değerli bilgilerini benden esirgemeyen Dr. Serhat Varış'a, kompozit malzemelerin üretimi sırasında yardımlarını esirgemeyen Setenay Ünçe'ye ve TÜBİTAK SAGE Polimer ve Kompozit birimi çalışanlarına, çekme testlerinin gerçekleştirilmesine yardımcı olan Gökçe Özlü'ye ve Tuğçe Sabir'e ve deneylerimi yapmamda bana yardımcı olan değerli çalışma arkadaşlarım Metin Başbuğ ve Mehmet Arslan'a,

İyi ve kötü her anımda yanımda olan, bana arkadaşlıktan daha öte duyguları yaşatan kardeşlerim Aylın Kangallı, Sanem Kılınç ve Yağmur Güngör'e,

SAGE'nin bana kazandırdığı ve iyi ki tanımışım dediğim Kübra Bayram'a,

Beni kızları gibi seven, dünyalar tatlısı Yüksel Annem'e ve Yaşar Babam'a,

Hayatımda olmalarına her zaman şükrettiğim, tüm zorlukları beraber göğüslediğimiz, tüm güzellikleri en güzel şekilde paylaştığımız, kendimden daha çok sevdiğim canım ablalarım Eda, Seda ve Hatem'e; canım abim Talat'a; eniştelерim Aydın ve Özcan'a ve biricik yeğenlerim Doğa, Doruk ve Alya Deniz'e,

Kızları olmaktan her zaman gurur duyduğum, her zaman yanımda olduklarını bildiğim ve şimdi beraber olduklarına inandığım benim melek annem ve babam'a,

Bana en güzel duyguları yaşatan, her anımda koşulsuz şartsız yanımda olan, bana kendimi dünyanın en şanslı insanı olarak hissettiren, bu hayattaki en büyük şansım, yol arkadaşım Mehmet Tatlıdilli'ye,

En içten sevgi ve teşekkürlerimi sunarım.

# İÇİNDEKİLER

ÖZET .....	i
ABSTRACT.....	iv
TEŞEKKÜR.....	vi
İÇİNDEKİLER .....	vii
ŞEKİLLER DİZİNİ .....	x
ÇİZELGELER DİZİNİ .....	xiv
SİMGELER VE KISALTMALAR .....	xv
1. GİRİŞ .....	1
2. GENEL BİLGİLER .....	4
2.1. Kompozitler .....	4
2.2. Karbon Elyaf (CF) Dolgulu Polimerik Kompozitler .....	5
2.3. Polimer Matrisler .....	6
2.3.1. Termoset Polimerler .....	6
2.3.2. Termoplastik Polimerler .....	7
2.4. Takviye Elemanları.....	10
2.4.1. Cam Elyaf lar .....	11
2.4.2. Aramid Elyaf lar .....	11
2.4.3. Karbon Elyaf lar.....	12
2.5. Kompozit Üretim Yöntemleri.....	15
2.5.1. El Yatırması (Emdirme) Yöntemi.....	15
2.5.2. Sprey Püskürtme Yöntemi .....	16
2.5.3. İplik Sarma Yöntemi.....	17
2.5.4. Reçine Transfer Kalıplama (RTM) Yöntemi.....	18
2.5.6. Pultrüzyon Yöntemi.....	19
2.6. Kompozitlerin Karakterizasyon Yöntemleri.....	20
2.6.1. Termogravimetrik Analiz (TGA).....	20



2.6.2. Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC).....	21
2.6.3. Termomekanik Analiz (TMA) .....	22
2.6.4. Isıl İletkenlik Analizi.....	22
2.6.5. Dinamik Mekanik Analiz (DMA) .....	23
2.6.6. Çekme Testi.....	24
2.6.7. Sertlik Testi .....	25
2.6.8. Yoğunluk Testi .....	25
3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR .....	28
3.1. Kullanılan Kimyasal Malzemeler.....	28
3.2. Polieterimid Plastiğinden Plaka Üretimi .....	28
3.3. Karbon Elyaf Dolgulu Polieterimid Kompozitlerin Üretimi.....	29
3.4. Karakterizasyon Çalışmaları .....	31
3.4.1. Yoğunluk Analizi .....	31
3.4.2. Isıl İletkenlik Analizi.....	32
3.4.3. Termogravimetri / Diferansiyel Termal Analiz (TG / DTA) .....	32
3.4.4. Termogravimetrik Analiz (TGA) .....	32
3.4.5. Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC) Analizi.....	32
3.4.6. Dinamik Mekanik Analiz (DMA) .....	33
3.4.7. Çekme Testi.....	33
3.4.8. İstatistiksel Analiz .....	33
4. SONUÇLAR VE TARTIŞMA.....	34
4.1. Kompozit Malzemeyi Oluşturan Bileşenlerin Seçimi.....	34
4.2. Polieterimid Reçinesinin ve Karbon Elyafının Karakterizasyonu .....	35
4.2.1. Yoğunluk Analizi Sonuçları.....	35
4.2.2. Isıl İletkenlik Analizi Sonuçları .....	36
4.2.3. DSC Analizi Sonuçları .....	36
4.2.4. DMA Analizi Sonuçları .....	37
4.2.5. TGA Analizi Sonuçları.....	39
4.3. Dört Farklı Kompozit Malzemenin Üretimi ve Karakterizasyonu.....	45
4.3.1. TG/DTA Analizi Sonuçları .....	45
4.3.2. Yoğunluk Ölçümü Sonuçları.....	47
4.3.3. Çekme Testi Sonuçları .....	48

4.3.4. DMA Testi Sonuçları.....	55
4.3.5. DSC Analizi Sonuçları.....	71
4.3.6. Isıl İletkenlik Testi Sonuçları.....	71
5. GENEL SONUÇLAR.....	73
6. KAYNAKLAR .....	77
ÖZGEÇMİŞ .....	84

## ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1. Kompozit malzemeyi oluşturan takviye elemanı ve matris yapısı [8].	4
Şekil 2.2. PEİ polimerinin imidizasyon reaksiyonu ile sentezi [20].	8
Şekil 2.3. Karbon elyaflar (a) iplik, (b) dokuma kumaşlar, (c) dokuma olmayan kumaşlar [34].	12
Şekil 2.4. Elyaf dokuma tipleri (a) Plain (b) Twill (c) Satin (d) UD [38].	14
Şekil 2.5. El yatırması yöntemi [43]'ten değiştirilerek.	16
Şekil 2.6. Sprey püskürtme yöntemi [38]'den değiştirilerek.	17
Şekil 2.7. İplik sarma yöntemi [44]'ten değiştirilerek.	18
Şekil 2.8. Reçine transfer kalıplama yöntemi [45]'ten değiştirilerek.	19
Şekil 2.9. Pultrüzyon yöntemi [47]'den değiştirilerek.	20
Şekil 2.10. TGA cihazından elde edilen termogram örneği [51]'den değiştirilerek.	21
Şekil 2.11. DSC cihazından elde edilen diferansiyel termogram örneği [53]'ten değiştirilerek.	21
Şekil 2.12. TMA cihazından elde edilen grafik.	22
Şekil 2.13. DMA cihazından elde edilen grafik.	24
Şekil 2.14. Çekme testinden elde edilen gerilim-gerinim grafikleri (a) maksimum çekme dayanımından sonra omuz veren numunenin grafiği, (b) ve (c) omuz vermeden kırılan numunelerin grafiği [60]'tan değiştirilerek.	25
Şekil 3.1. Kompozit malzemelerin üretim adımları: (1) (a) Granül formundaki PEİ reçinesi, (b) İstenilen miktarda tartılıp balon jojeye alınan PEİ reçinesi ve (c) Diklorometan içerisinde çözdürülen PEİ reçinesi; (2) (a) Diklorometan içerisinde çözdürülen PEİ reçinesi ve (b) 30x30 cm boyutlarında kesilmiş karbon elyaf; (3) El yatırma yöntemi ile PEİ reçinesi ile kaplanan karbon elyaflar; (4) su jeti ile kesilen test numuneleri (a) çekme testi numuneleri ve (b) DMA testi numuneleri.	31
Şekil 4.1. PEİ plakalarının DSC cihazından elde edilen termogramları (n=3).	37
Şekil 4.2. PEİ plakalarının DMA cihazından elde edilen termogramları (n=3).	38
Şekil 4.3. PEİ reçinesine, Twill ve UD karbon elyaflara ait TGA grafiği (10°C/dk tarama hızı ile).	39
Şekil 4.4. PEİ reçinesine ait 2°C/dk, 5°C/dk, 10°C/dk ve 20°C/dk tarama hızları ile elde edilen TGA grafikleri.	41

Şekil 4.5. 1/T değerinin %3; %5 ve %8 dönüşüm değerleri için $\ln\beta$ 'ya bağlı değişimi.	42
Şekil 4.6. PEİ reçinesinin termal yaşlanma sonuçları: (a) PEİ reçinesinin 25°C–50°C arasındaki servis ömrü, (b) PEİ reçinesinin 100°C–160°C arasındaki servis ömrü, (c) PEİ reçinesinin 25°C izotermal sıcaklıkta 10 yıl için yüzde dönüşüm grafiği, (d) PEİ reçinesinin 100°C izotermal sıcaklıkta 10 yıl için yüzde dönüşüm grafiği. ....	44
Şekil 4.7. Kompozit malzemelerin TG / DTA grafikleri (10°C/dk tarama hızı ile). ....	47
Şekil 4.8. Kompozit malzemelerin, reçinenin ve karbon elyafların yoğunluk değerleri (n=3).....	48
Şekil 4.9. (a) 250 mm uzunluğunda, 25 mm genişliğinde, 2-3 mm kalınlığındaki çekme testi numuneleri; (b) UD CF dolgulu kompozit malzemelerin yandan görünüşü; (c) Twill CF dolgulu kompozit malzemelerin yandan görünüşü; (d) Çekme testi sonrasında kopan numune; (e) Malzemelerin çekme testi yönü. ....	49
Şekil 4.10. Tez kapsamında üretilen 4 kompozit malzemenin çekme testi sonuçları (n=6). ....	50
Şekil 4.11. Üretilen kompozit malzemelerin çekme mukavemeti değerleri (n=6). (İstatistiksel olarak anlamlı farklar: * $p<0.05$ , ** $p<0.01$ , *** $p<0.001$ ).....	51
Şekil 4.12. Üretilen kompozit malzemelerin Young modülü değerleri (n=6). (İstatistiksel olarak anlamlı farklar: * $p<0.05$ , ** $p<0.01$ , *** $p<0.001$ ).....	52
Şekil 4.13. Üretilen kompozit malzemelerin yüzde uzama değerleri (n=6). (İstatistiksel olarak anlamlı farklar: * $p<0.05$ , ** $p<0.01$ , *** $p<0.001$ ).....	53
Şekil 4.14. (a) 20 mm uzunluğunda, 5-6 mm genişliğinde, 2-3 mm kalınlığında test numuneleri, (b) DMA cihazı bükme (cantilever) başlığı, (c) Malzemelerin DMA testi yönü (cantilever başlık).....	55
Şekil 4.15. (a) TWİLL%40CF%60PEİ kompozit malzemesinin DMA testinden elde edilen termogramı (n=3), (b) TWİLL%60CF%40PEİ kompozit malzemesinin DMA testinden elde edilen termogramı (n=3). (Mavi: E', Yeşil: E'', Kırmızı: Tan( $\delta$ )). ...	56
Şekil 4.16. (a) UD%40CF%60PEİ kompozit malzemesinin DMA testinden elde edilen termogramı (n=3), (b) UD%60CF%40PEİ kompozit malzemesinin DMA testinden elde edilen termogramı (n=3). (Mavi: E', Yeşil: E'', Kırmızı: Tan( $\delta$ )). ....	56
Şekil 4.17. Malzemelerin ortam koşullarındaki depolama modüllerinin karşılaştırılması. ....	57
Şekil 4.18. Tez kapsamındaki kompozit malzemelerin ortam koşullarındaki kayıp modüllerinin karşılaştırılması. ....	59

Şekil 4.19. Tez kapsamındaki kompozit malzemelerin maksimum tan(delta) değerlerinin karşılaştırılması. ....	60
Şekil 4.20. Farklı sıcaklıklarda UD%40CF%60PEİ kompozit malzemesinin gerilim-gevşeme grafikleri. ....	61
Şekil 4.21. Farklı sıcaklıklarda UD%60CF%40PEİ kompozit malzemesinin gerilim-gevşeme grafikleri. ....	62
Şekil 4.22. Farklı sıcaklıklarda TWİLL%40CF%60PEİ kompozit malzemesinin gerilim-gevşeme grafikleri. ....	62
Şekil 4.23. Farklı sıcaklıklarda TWİLL%60CF%40PEİ kompozit malzemesinin gerilim-gevşeme grafikleri. ....	63
Şekil 4.24. Farklı sıcaklıklarda UD%40CF%60PEİ kompozit malzemesinin sünme uyumu verileri. ....	64
Şekil 4.25. Farklı sıcaklıklarda UD%60CF%40PEİ kompozit malzemesinin sünme uyumu verileri. ....	64
Şekil 4.26. Farklı sıcaklıklarda TWİLL%40CF%60PEİ kompozit malzemesinin sünme uyumu verileri. ....	65
Şekil 4.27. Farklı sıcaklıklarda TWİLL%60CF%40PEİ kompozit malzemesinin sünme uyumu verileri. ....	65
Şekil 4.28. UD%40CF%60PEİ kompozit malzemesinin sünme uyumu ana eğrisi. ....	66
Şekil 4.29. UD%60CF%40PEİ kompozit malzemesinin sünme uyumu ana eğrisi. ....	66
Şekil 4.30. TWİLL%40CF%60PEİ kompozit malzemesinin sünme uyumu ana eğrisi. ....	67
Şekil 4.31. TWİLL%60CF%40PEİ kompozit malzemesinin sünme uyumu ana eğrisi. ....	67
Şekil 4.32. UD%40CF%60PEİ kompozit malzemesinin modül ana eğrisi. ....	68
Şekil 4.33. UD%60CF%40PEİ kompozit malzemesinin modül ana eğrisi. ....	68
Şekil 4.34. TWİLL%40CF%60PEİ kompozit malzemesinin modül ana eğrisi. ....	69
Şekil 4.35. TWİLL%60CF%40PEİ kompozit malzemesinin modül ana eğrisi. ....	69
Şekil 4.36. Tez kapsamında üretilen kompozit malzemelerin yıllara göre Young Modülü değerleri. ....	70
Şekil 4.37. Tez kapsamında üretilen kompozit malzemelerin 1 yılda ve 10 yılda Young Modüllerindeki % kayıpları. ....	70
Şekil 4.38. Tez kapsamında üretilen kompozit malzemelerin ve PEİ plakasının DSC cihazından elde edilen Tg değerleri (n=3). ....	71

Şekil 4.39. Tez kapsamında üretilen kompozit malzemelerin ve PEİ plakasının ısı iletkenlik katsayısı değerleri (n=3). ..... 72

## ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 2.1. PEİ reçinesinin diğer ticari reçineler ile karşılaştırılması [24].....	10
Çizelge 2.2. Karbon elyafın diğer takviye elemanları ile karşılaştırılması [24].....	13
Çizelge 2.3. Kompozit malzemelerin karakterizasyon yöntemleri. ....	26
Çizelge 2.3. Kompozit malzemelerin karakterizasyon yöntemleri (Devamı) .....	27
Çizelge 3.1. Üretilen kompozit malzemelerin bileşimleri.....	30
Çizelge 4.1. Kompozit malzemeyi oluşturan matris ve takviye malzemelerinin yoğunluk değerleri (n=3).....	35
Çizelge 4.2. PEİ reçinesinin ısı iletkenlik test sonuçları (n=3) ve analiz sertifika değeri. ....	36
Çizelge 4.3. PEİ reçinesinin DMA cihazı ile elde edilen viskoelastik özellikleri (n=3). 39	
Çizelge 4.4. PEİ reçinesinin TGA cihazı ile elde edilen kinetik parametreleri.....	43
Çizelge 4.5. Kompozit malzemelerin elyaf/reçine oranları (n=3).....	46
Çizelge 4.6. UD%60CF%40PEİ kompozit malzemesinin çekme testi sonuçlarının literatür verileri ile karşılaştırılması. ....	54
Çizelge 4.7. Üretilen kompozit malzemelerin ve PEİ plakasının DMA cihazı ile tespit edilen camlı geçiş noktaları. ....	57

## SİMGELER VE KISALTMALAR

### Simgeler

%	: Yüzde
°C	: Santigrat Derece
A	: Pre-Eksponansiyel Faktör
aT	: Kaydırma Faktörü
CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub>	: Diklorometan
C <sub>p</sub>	: Özgül Isı Kapasitesi
E'	: Depolama Modülü
E''	: Kayıp Modülü
E*	: Kompleks Modül
E <sub>a</sub>	: Aktivasyon Enerjisi
GPa	: Giga Pascal
k	: Termal İletkenlik Sabiti Değeri
K	: Kelvin
kJ	: Kilo Joule
kN	: Kilo Newton
MPa	: Mega Pascal
N <sub>2</sub>	: Azot
R	: İdeal Gaz Sabiti
T	: Sıcaklık
T <sub>0</sub>	: Referans Sıcaklık
tan(δ)	: Tan Delta
T <sub>g</sub>	: Camsı Geçiş Sıcaklığı
T <sub>m</sub>	: Erime Sıcaklığı
T <sub>p</sub>	: İşleme Sıcaklığı
W	: Watt
α	: Dönüşümün Derecesi
β	: Isıtma Hızı



## Kısaltmalar

ABS	: Akrilonitril Bütadien Stiren
ASTM	: Uluslararası Amerikan Test ve Materyalleri Topluluğu
CF	: Karbon Elyaf
cm	: Santimetre
CTE	: Termal Genleşme Katsayısı
dk	: Dakika
DMA	: Dinamik Mekanik Analiz
DSC	: Diferansiyel Taramalı Kalorimetri
g	: Gram
L	: Litre
mm	: Milimetre
PA	: Poliamid
PAI	: Poliamid-İmid
PAN	: Poliakrilonitril
PAS	: Poliaril-Sülfon
PBI	: Polibenzimidazol
PC	: Polikarbonat
PE	: Polietilen
PEEK	: Polietereterketon
PEI	: Polieterimid
PEKK	: Polieter-Keton-Keton
PES	: Polietersülfon
PP	: Polipropilen
PPE	: Polifenilen Eter
PPS	: Polifenilen Sülfid
PS	: Polistiren
PVC	: Polivinil Klorür
s	: Saniye
SAGE	: Savunma Sanayii Araştırma ve Geliştirme Enstitüsü
TGA	: Termogravimetrik Analiz
TMA	: Termomekanik Analiz
TTS	: Zaman-Sıcaklık Ana Eğrisi
TÜBİTAK	: Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu
UD	: Tek Yönlü

# 1. GİRİŞ

Savunma, havacılık ve uzay gibi aeroyapı endüstrilerinde artan rekabet ve teknolojik gelişmeler ile birlikte yüksek mukavemete sahip hafif malzemelere ihtiyaç duyulmuştur. Bu nedenle, bu alanlarda kullanılmak üzere kompozit malzemeler geliştirilmiştir.

Kompozit malzemeler, en az iki yapının fiziksel olarak birleştirilmesi ile elde edilir. Bunun bir örneği, elyaflar ile güçlendirilmiş polimer matrisli kompozitlerdir. Günümüzde aeroyapı endüstrilerinde en yaygın kullanılan polimerler termosetler ve termoplastiklerdir. Her polimerin kendine özgü avantaj ve dezavantajları bulunmaktadır.

Şimdiye kadar, aeroyapı endüstrilerinde kullanılan kompozitler, genellikle epoksi başta olmak üzere termoset polimerlerden üretilmiştir. Termoset polimerler, birim ağırlık başına düşen mukavemetlerinin fazla olması ve yüksek sertlikleri nedeniyle uzun bir süredir çelik gibi diğer yapısal parçaların yerini almaktadır. Ancak üretim süreçlerindeki zorluklar ve yüksek maliyetlerden dolayı, günümüzde termoplastik kompozitler ile yer değiştirmeye başlamıştır [1].

Termosetlerin yerini son zamanlarda özel mühendislik termoplastiklerinin alması, termoplastik malzemelerin bazı avantajlarından kaynaklanmaktadır. Bu avantajlar aşağıda listelenmiştir.

- Yüksek tokluk,
- Yüksek çalışma sıcaklığı,
- Yüksek termal ve mekanik kararlılık,
- Kısa üretim döngüleri,
- Yeniden işlenebilme sayesinde yerel hataların düzeltilebilmesi,
- Reçinelerin geri dönüşümünün mümkün olması,
- Yorulma ve çatlamaya karşı direnç,
- Kürleşme gibi kimyasal prosesler olmadığı için soğutmalı depolara ihtiyaç olmaması, malzemelerin özel depolama alanı istememesi ve hammaddelerin çok uzun süreli kullanım ömürlerinin olması [2].

Özel mühendislik termoplastikleri; polieterimid (PEİ), polieter-eter-keton (PEEK), polifenilen sülfid (PPS) ve polieter-keton-keton (PEKK) olarak sıralanabilir [3].

Kompozit malzemelerin yapısına katılan takviye elemanları cam, aramid veya karbon elyaf olabilir. Takviye elemanı olarak karbon elyafların, askeri ve sivil uçaklarda, insansız hava araçlarında, uzay fırlatıcılar ve uydularda kullanımları oldukça fazladır. Karbon elyaflar, kompozit malzemelere yüksek mukavemet, yüksek modül, üstün aşınma direnci ve sertlik sağlamalarının yanı sıra aerodinamik parçalara şekil de verir [4]. Karbon elyaflar, elyafın uzunluğuna bağlı olarak sürekli karbon elyaflar, uzun karbon elyaflar ve kısa karbon elyaflar olarak sınıflandırılabilir. Karbon elyaf takviyeli polimerler olağanüstü mekanik özelliklerinden ve düşük yoğunluklu yapılarından dolayı havacılık, otomotiv, nakliye ve spor malzemeleri alanlarında yaygın olarak kullanılmaktadır.

Kompozit malzemelerin mekanik özellikleri, yapıyı oluşturan takviye elemanının (elyaf) ve matris malzemesinin özelliklerine, elyaf-matris ara yüzeyindeki yapışma kabiliyetine, elyaf/matris oranına, takviye elemanının geometrisine ve matris içindeki yönelmesine bağlı olarak değişebilir.

Sunulan tez çalışması kapsamında, termoset kompozit malzemelerin yerine geçebilecek, geri dönüşümü olan, çevre dostu ve yüksek termal ve mekanik özelliklere sahip karbon elyaf dolgulu PEİ kompozit malzemeler üretilmiştir. Kompozit malzemeler el yatırması yöntemi ile elde edilmiştir.

Bu çalışmada, takviye elemanı (elyaf) olarak karbon elyaf kullanılmasının nedenleri; karbon elyafların çekme dayanımlarının çok iyi olması, yoğunluklarının düşük olması, oksidasyon ajanlarının bulunmadığı ortamlarda yüksek termal ve kimyasal kararlılığa sahip olmaları ve sünmeye karşı dayanımlarının iyi olması olarak sıralanabilir.

Matris yapısı olarak ise süper mühendislik termoplastiklerinden PEİ kullanılmasının nedenleri aşağıda sıralanmıştır.

- Ultraviyole (UV) ve gama radyasyonuna dayanıklıdır.
- Mükemmel mekanik dayanımına sahiptir.
- İşlenmesi kolaydır.
- Termal ve mekanik kararlılığı çok yüksektir.
- Çevre koşullarına karşı olağanüstü dirence sahiptir.

- Düşük duman ile doğal alev geciktiricidir.
- Yüksek dielektrik dayanımına sahiptir.
- Yüksek sıcaklıklara kadar geniş kimyasal dirence sahiptir.

Literatürde karbon elyaf dolgulu PEİ kompozitlerin çoğunlukla aşınma performansları ve tribolojik özellikleri incelenmiştir. İlgili literatür bilgisi değerlendirildiğinde, karbon elyaf dolgulu PEİ kompozit malzemeler için dinamik mekanik analiz cihazı ile ömür belirleme çalışması ve termogravimetrik analiz cihazı ile kinetik yaşlanma çalışmasının ortak olarak yapılmadığı ve sonuçların değerlendirilmediği görülmüştür. Bu çalışmanın literatüre katkı sağlayacak yaygın etkisi, elyaf örgü tipinin ve reçine oranının, karbon elyaf dolgulu PEİ kompozitlerin hem mekanik ve termal özelliklerine etkisinin hem de mekanik ve termal servis ömrüne etkisinin beraber değerlendirilmesi olmuştur.

Bu tez çalışmasında, karbon elyaf örgü tiplerinin ve karbon elyaf/reçine oranlarının üretilen kompozit malzemelerin termal ve mekanik özelliklerine etkisi araştırılmıştır. Bu kapsamda, tek yönlü (UD) karbon elyaf ve Twill karbon elyaf kullanılarak, ağırlıkça reçine/elyaf oranı 60/40 ve 40/60 olan dört farklı kompozit malzeme üretilmiştir. Üretilen kompozit malzemelerin termal ve mekanik özellikleri analiz edilmiştir. Ayrıca, malzemelerin termal ve mekanik yaşlanma çalışmaları yapılarak servis ömürleri belirlenmiştir. Elde edilen sonuçlar tez kapsamında sunulurken tartışılmıştır.

## 2. GENEL BİLGİLER

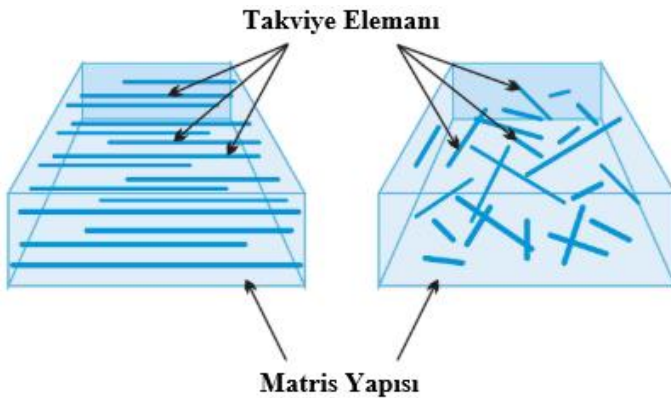
Karbon elyaflar (CF) yüksek modül, iyi çekme dayanımı ve üstün aşınma direnci gibi özellikleri sayesinde kompozit malzemelerin takviye elemanı olarak yaygın olarak kullanılmaktadır. Son zamanlarda, CF ile güçlendirilmiş termoplastik kompozitler, geri dönüşüm ve işlenme kolaylıklarından dolayı termoset kompozitlere göre daha çok dikkat çekmektedirler [5]. Termoplastik matrisler yorgunluk ve çatlama karşı dirençlerinin iyi olması, yüksek mukavemete, termal kararlılığa ve sınırsız raf ömrüne sahip olmalarından dolayı özellikle uçak endüstrilerinin ihtiyacı olan kompozit yapılarda tercih edilmektedir [6].

Tez çalışması kapsamında, CF dolgulu polieterimid kompozitlerin üretimi ve karakterizasyon çalışmaları yapılmıştır. Tezin bu bölümünde, kompozitler, kompozit malzemeyi oluşturan matris ve takviye elemanları, kompozit malzeme üretim yöntemleri ve karakterizasyon çalışmaları hakkında genel bilgiler verilmiştir.

### 2.1. Kompozitler

Kompozit malzemeler, faydalı bir üçüncü malzeme oluşturmak için iki veya daha çok malzemenin makroskopik bir ölçekte birleştirilmesiyle elde edilir. Bu malzemeler kendini oluşturan malzemelerin en iyi özelliklerini gösterecek şekilde tasarlanır [7]. Kompozit malzeme tasarlanırken seçilen matris ve takviye malzemesinin özelliğine göre hafiflik, daha yüksek mukavemet, daha iyi rijitlik, aşınma direnci, ısıya dayanıklılık ve yüksek yorulma ömrü gibi özellikler dikkate alınır. Kompozit malzemenin son kullanım alanına göre istenilen özelliği arttırılabilir [7].

Kompozitler temel olarak matris ve takviye malzemesi (elyaf) olarak adlandırılan iki ana bileşenden oluşur. Takviye malzemeleri matris yapısının içine gömülür (Şekil 2.1).



Şekil 2.1. Kompozit malzemeyi oluşturan takviye elemanı ve matris yapısı [8].

Takviye elemanları, kompozit malzemeye sertlik ve sağlamlık gibi yapısal özellikleri katan malzemelerdir. Matris kısmı ise, takviye malzemesinin yapısal bütünlüğünü sağlaması için bağlayıcı görevi gören, termal kararlılığı sağlayan, dışarıdan gelen yükün takviye elemanı üzerine eşit bir şekilde iletilmesini sağlayan ve malzemeyi kimyasal ve fiziksel çevreden koruyan yapılardır [9].

Matris yapısı polimerik, metalik veya seramik olabilir. Kompozit malzemeler genelde takviye elemanından ziyade matris yapısı temelinde sınıflandırılır. Yani, modern kompozitler polimer-matris, metal-matris veya seramik-matris kompozit malzemeler olarak üç ana tipte sınıflandırılabilir [10]. Sunulan tez çalışması kapsamında polimer-matris kompozit yapılar incelenmiştir.

## **2.2. Karbon Elyaf (CF) Dolgulu Polimerik Kompozitler**

Karbon elyaf (CF) dolgulu polimerik kompozitler, polimer matris içerisine sürekli veya kesikli CF yapılarının gömülmesi ile elde edilir. Bu malzemeler savunma, havacılık, otomotiv ve inşaat gibi sektörlerde, geniş bir yelpazede uygulama alanı olan güçlü ve hafif malzemelerdir [11]. Karbon kompozitler çelik yapılardan 5 kat daha hafif olmalarının yanı sıra 5 kat daha dayanıklı malzemelerdir. Aynı şekilde alüminyum yapılardan 2 kat daha rijit, 1,5 kat daha hafif ve 7 kat daha dayanıklıdır [12].

Kompozit malzemelerin özelliklerini etkileyen pek çok parametre vardır. Bunlar kompozit malzemeyi oluşturan matris yapısı, takviye elemanı yapısı, takviye elemanının geometrisi, matris içerisindeki açısı, takviye elemanı/matris oranı ve üretim yöntemleri olarak sınıflandırılabilir [13]. Bu parametreler değiştirilerek kullanım alanlarına göre kompozit malzemedan beklenen özellikleri elde etmek mümkündür. Bu da kompozit malzemeler için büyük bir avantaj oluşturur. İstenilen özellikte kompozit malzemenin elde edilmesi bu malzemelerin kullanım alanlarını arttırır. Karbon elyaf dolgulu kompozit malzemeler askeri ve sivil uçaklar, insansız hava araçları, uydular ve uzay fırlatıcıları gibi birçok farklı alanda kullanılır. Karbon elyaf, yüksek sıcaklıklarda bile fiziksel ve kimyasal bütünlüğünü bozmadığı için bu malzemeler ile takviye edilmiş kompozitler uçak frenlerinde, roket, uçak ve helikopterlerin gövde bütünü, kanat ve kanatçıklarında yaygın bir şekilde kullanılmaktadırlar. Her ne kadar karbon elyaf dolgulu polimerik kompozitler onlarca yıldır araştırma konusu olmuş ve yaygın şekilde kullanılıyor olsalar da çok fonksiyonlu yapı malzemeleri ve akıllı yapıların önem kazanması nedeniyle bu malzemelerin fonksiyonel davranışlarının (elektrik, elektromanyetik, dielektrik, termal,

termoelektrik, titreşim sönümlenme, mekanik vb.) araştırılması noktasında yeni çalışmaların yapılmasına ihtiyaç vardır. Bu fonksiyonel davranışların hangi parametreler tarafından etkilendiği birçok çalışma ile gösterilmeye çalışılmıştır. Chung bu çalışmaları ‘Sürekli karbon elyaf polimer matris kompozitlerin imalat, yapı ve özellik ilişkileri’ adlı derleme makalesinde gözden geçirmiştir [14]. Bu derleme makalede elyaf tipinin, elyaf hacminin, elyaf dizilişinin, üretim yöntemleri ve koşullarının ve matris yapısının, kompozit malzemenin mekanik (statik, dinamik, yorgunluk, aşınma), viskoelastik, termal genleşme, termal iletkenlik, elektrik, dielektrik, elektromanyetik, termoelektrik ve çevresel kararlılık davranışları (sıcaklık, nem ve gerinim etkileri) üzerindeki etkileri özetlenmiştir. Bu tür ilişkiler malzeme tasarımı, geliştirilmesi ve işlenmesi için yol gösterici ilkeleri oluşturmaktadır [14]. Kompozitin gösterebileceği en iyi mekanik özelliğe, sürekli ve hizalanmış takviyenin konfigürasyonu ile ulaşılabilmektedir. Sharma ve arkadaşları elyaf yönelimlerinin CF dolgulu polieterimid kompozitlerde mekanik ve tribolojik özellikleri nasıl etkilediğini araştırmışlar ve 0° yönlenmede en iyi mekanik özellikleri elde etmişlerdir [15]. Sunulan tez çalışması kapsamında 0° yönlenmeli CF dolgulu kompozitler kullanılmıştır.

### **2.3. Polimer Matrisler**

Polimerler, kompozit malzemelerin yapısına matris elemanı olarak katılır. Bu matris elemanları, çok sayıda tekrarlayan aynı yapıya sahip birimlerden oluşan uzun zincirli molekül yapısına sahiptir [16]. Polimerler ısı işlem davranışlarına göre termoset ve termoplastik olmak üzere iki ana gruba ayrılırlar. Bu gruplar arasındaki ayırım yüksek ısı altındaki davranışları ile tanımlanır [10].

#### **2.3.1. Termoset Polimerler**

Termoset polimerler, basınç ve ısı altında bir defa şekillendikten sonra tekrar şekillenemeyen polimerlerdir. Bunun sebebi basınç ve ısı altında polimer yapısındaki uzun molekül zincirlerinin kovalent çapraz bağlar ile birbirine bağlanmasıdır. Geri dönüşümü olmayan çapraz bağların oluşum sürecine “polimerin kürlenmesi” adı verilir. Başta çözünebilen ve eriyebilen polimer reçinesi kürlenme işleminden sonra eriyemeyen ve çözünemeyen polimer haline gelir [17]. Çapraz bağlanma sonucunda molekül zincirleri yerlerine yerleştiği için termoset polimerler yeniden eritilemez, bunun yerine camsı geçiş sıcaklığının (Tg) üstündeki bir sıcaklığa ısıtıldıklarında parçalanır. Moleküller çapraz bağlandığı için polimer kristal yapısını kaybeder, bu yüzden bütün

termoset polimerler amorf yapıdadır [ 18 ]. Termoset reçineler arasında epoksiler, vinilesterler, poliamidler, poliesterler ve fenolik reçineler bulunmaktadır [19].

### **2.3.2. Termoplastik Polimerler**

Termoplastik polimerler ısıtılarak eritilir ya da yumuşatılır, uygun kalıp içerisinde şekillendirilir ve soğutularak tekrar katı hale getirilebilir. Çok kez ısıtma ve soğutma çevrimi ile ciddi hasarlar almaz, bu da onlara yeniden işleme ve geri dönüşüm için büyük avantaj sağlar [20].

Termoplastiklerin avantaj ve dezavantajları aşağıdaki gibi sınıflandırılabilir.

Avantajları;

- Termoplastiklerin ısıtma ile yumuşamaları veya erimeleri, kaynak ve termoform yapılmasına olanak sağlar. Bu özellikleri sayesinde termoplastik kompozitlerde meydana gelen yerel hataları düzeltmek mümkündür.
- İşlem döngüleri, çapraz bağlanma kimyasal reaksiyonunun olmaması nedeniyle çok kısadır.
- İşlem sırasında yalnızca fiziksel bir dönüşüm söz konusu olduğu için işlemin takibi daha kolaydır.
- Kürleşme gibi kimyasal bir işlem olmadığından, hammaddeler özel saklama koşullarına ihtiyaç duymazlar ve kullanım ömürleri yoktur.
- Termoplastikler işlemden önce doğru şekilde kurutulurlarsa işlem sırasında gaz veya su buharı salmaz.
- Termoplastik atıkları, fiziksel yumuşama veya erimenin tersinirliği nedeniyle hammadde olarak tekrar kullanılabilir.
- Yüksek sıcaklıklarda bile termal kararlılık sağlar.
- Yüksek tokluğa sahiptir.



Dezavantajları;

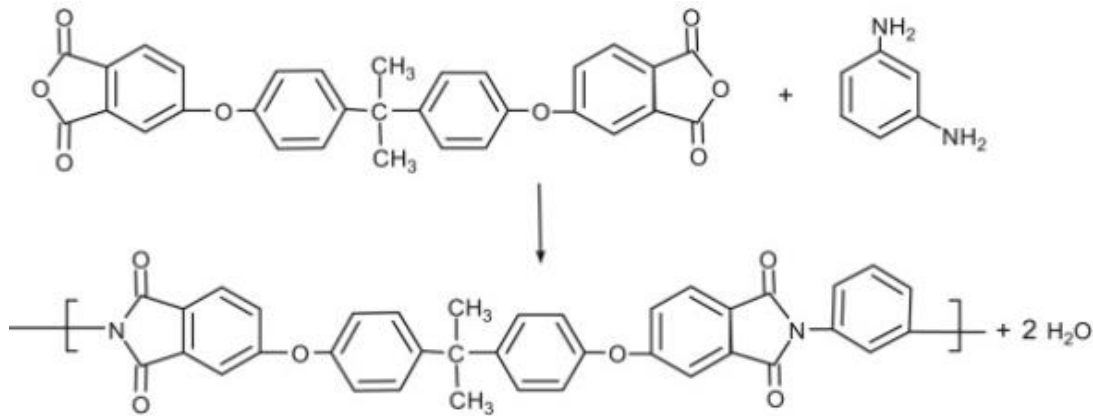
- Makromoleküller arasındaki kimyasal bağların olmaması nedeniyle sıcaklığın artması ile sünme ve gevşeme davranışları, termosetlerde olduğu kadar iyi değildir.
- Sıvı halde işlenebilir çok az sayıda termoplastik vardır [20].

Termoplastik bir polimerin molekül yapısı yarı kristal veya amorf olabilir. Hiçbir termoplastik tamamen kristal yapıda değildir. Çoğu yarı kristal termoplastik hacimce %10-50 arası amorf yapıya sahiptir [7]. Yarı kristal termoplastiklerin yapısında bulunan amorf bölgeler malzemeye elastikiyet sağlarken, kristal bölgeler mukavemet ve bükülmezlik sağlar. Ayrıca yarı kristal termoplastiklerin yapısında bulunan kristal bölgeler yüksek sıcaklıkta erirken, amorf bölgeler sadece yumuşar.

Yarı kristal termoplastiklerin kısmi listesi, polietilen (PE), polipropilen (PP), poliamid (PA), polifenilen sülfid (PPS), polietereterketon (PEEK), polieter-keton-keton (PEKK) poliamid-imid (PAI), polibenzimidazol (PBI) plastiklerini içerir. Amorf termoplastiklerin kısmi listesi ise poliimid (PI), polietersülfon (PES), polieterimid (PEİ), polikarbonat (PC), polifenilen eter (PPE), polistiren (PS), polivinil klorür (PVC), poliaril-sülfon (PAS) ve akrilonitril bütadien stiren (ABS) plastiklerini içerir [21].

### 2.3.2.1. Polieterimit (PEİ)

PEİ ilk olarak 1982 yılında 'General Electric Company' (şimdi SABIC olarak bilinir) tarafından ULTEM reçinesi adı altında geliştirilmiştir. PEİ, diasit anhidritin m-fenilen diamin ile imidizasyonu sonucu elde edilir. Reaksiyon Şekil 2.2'de gösterilmiştir [19].



Şekil 2.2. PEİ polimerinin imidizasyon reaksiyonu ile sentezi [20].

PEİ, yüksek T<sub>g</sub> sıcaklığına (yaklaşık 217°C) sahip olmasından dolayı yüksek sıcaklıklarda bile mükemmel mekanik özelliklere sahip, yüksek performanslı amorf bir termoplastiktir [22].

PEİ reçinelerinin temel performans özellikleri aşağıdaki gibidir [23].

- Yük altında yüksek sıcaklıklarda mükemmel boyutsal kararlılık gösterir.
- Kalıplanmış yüzeyleri pürüzsüzdür.
- İyi optik özelliklere sahiptir.
- Çok yüksek mukavemet ve modül değerine sahiptir.
- Yüksek sıcaklıklarda bile sürekli kullanılabilir.
- Katkı maddesi kullanmadan alev geciktirici özelliğine sahiptir.
- Düşük duman oluşumuna sahiptir.
- Sertlik değerleri yüksektir.
- Darbe dayanımları ve mekanik dayanımları iyidir.
- Düşük iyon içeriği ile iyi elektriksel özelliklere sahiptir.
- Geniş bir madde aralığında kimyasal dirençleri vardır.

Bu özelliklerine ek olarak, PEİ geleneksel mühendislik termoplastiklerinin işlenebilirliklerini sergiler, ancak PEİ'in işlenebilmesi için daha yüksek erime sıcaklıkları gereklidir. Çoklu yeniden şekillendirme işlemlerinden sonra kararlı erime viskozitesini koruyabilmesi, PEİ'in mükemmel termal kararlılıkta olduğunu göstermektedir. Yüksek termal kararlılığın kritik olduğu tribolojik uygulamalar için PEİ reçinesi iyi bir adaydır. Ancak PEİ reçinesinin aşınma direnci kötüdür ve bu uygulamalar için geliştirilmesi gerekir. Zhong Zhang ve arkadaşları yaptıkları çalışma ile PEİ reçinesinin aşınma direncinin kısa CF dolgulu kompozitlerinde 5 kat iyileştiğini göstermişlerdir [22]. Günümüzde, PEİ en çok kullanılan yüksek performanslı plastiklerden biri olduğu için sunulan tez çalışmasında matris malzemesi olarak seçilmiştir. PEİ'in özellikleri PEEK ile benzerdir, ancak yarı kristal yapı yerine amorf yapıya sahiptir. Amorf yapısından dolayı PEİ'in çekme dayanımı PEEK'ten %20 daha iyidir. PEİ yukarıda bahsedilen özelliklerine ek olarak hafif yapısından dolayı havacılık uygulamalarında tercih edilir [21]. Jet motoru bileşenlerinde, uçak kaplamalarında, mühimmat gövde bütününde, kanat ve

kanatçıklarında kullanılır. PEİ ayrıca, mikrodalga fırın, elektrikli ve elektronik ürünler, otomotiv ve ulaştırma ekipmanlarının iç bileşenlerinde kullanım için de uygundur. Çizelge 2.1’de PEİ reçinesinin özellikleri diğer ticari reçineler ile karşılaştırılmıştır.

Çizelge 2.1. PEİ reçinesinin diğer ticari reçineler ile karşılaştırılması [24].

Polimer	Tg (°C)	Tm (°C)	Tp (°C)	Çekme Dayanımı (MPa)	Yoğunluk (kg/m <sup>3</sup> )	Basma Dayanımı (MPa)
PEİ	215	Yok	315	105	1270	824
PEEK	143	343	360-400	86	1300	1290
PEKK	156	338	370	102	1300	1390
PP	(-20) – (-5)	165-175	>185	31-42	900	-
PAS	215	Yok	330	-	1400	897
PA 6	50-70	225	225-290	70-84	1100	-
PC	153	Yok	>121	60-70	1200	446
PPS	85	285	300-355	84	1360	635
ABS	105	Yok	246	27-48	1000-1400	13-55

Burada Tg: Camsı geçiş sıcaklığı, Tm: Erime sıcaklığı, Tp: İşleme sıcaklığıdır.

#### 2.4. Takviye Elemanları

Takviye elemanları, kompozit malzemenin önemli bileşenlerindedir ve kompozit malzemeye gerekli olan sertlik ve mukavemeti verir. Kompozit malzeme üzerine gelen yükü taşır ve ayrıca kullanılan takviye elemanına bağlı olarak elektriksel yalıtkanlık ve iletkenlik sağlar. Fiber (elyaf) ya da parçacık şeklinde olabilir. Elyaf olanlar çubuk benzeri yapılardır. En bilinen takviye elemanları cam, aramid ve karbon elyaflardır. Genel olarak, takviye elemanlarının çapı 5 µm ve 20 µm arasındadır. Cam elyafların çapı 5 µm - 20 µm, aramid elyafların çapı 12,5 µm, karbon elyafların çapı 5 µm - 8 µm aralığındadır. Takviye elemanların çaplarının küçük olması onları daha esnek yapar. Bu durum onların daha kolay şekillendirilmesine yardımcı olur [25]. Elyaf çapı ayrıca gerilme transferini

maksimuma çıkarmada önemli bir rol oynar. Küçük çaplar, belirli bir donatı bağlamında gerilme aktarımına yardımcı olmak için birim ağırlık başına daha büyük bir yüzey alanı sağlar [26]. Takviye elemanları şekillerine ve boyutlarına göre farklılık gösterir. Farklı özellikleri ve/veya işleme yöntemlerini karşılamak için sürekli, farklı uzunluklarda doğranmış veya süreksiz (bıyık, pul, küre vb.) formlarda bulunur [7].

#### **2.4.1. Cam Elyafı**

Cam elyafı, polimer matrisin daha iyi mekanik ve termal özelliklere sahip olması için kullanılan düşük maliyetli takviye elemanlarıdır [27]. Cam elyafın sertliği, diğer takviye elemanlarından daha düşüktür, ancak düşük yoğunluğu ile çok yüksek mukavemet sağlaması ve maliyetinin az olması çok büyük avantaj sağlar [28]. Cam elyafının mukavemet/ağırlık oranı yüksektir, ancak elastik modülü düşük olma eğilimindedir, bu nedenle bu elyafı plastik kompozitin sertliğini artırır ve uzamasını azaltır.

En yaygın cam bileşimleri E ve S camlarıdır. “E” elektrik ve “S” yüksek mukavemet anlamına gelir. E tipi cam elyafı mükemmel dayanıklılık ve üstün mekanik özelliklere sahiptir. Ayrıca en yaygın olarak kullanılan cam elyafı tipidir. S tipi cam elyafının mekanik mukavemeti E tipi cam elyafına göre daha iyidir, ancak fiyatları daha pahalıdır [29].

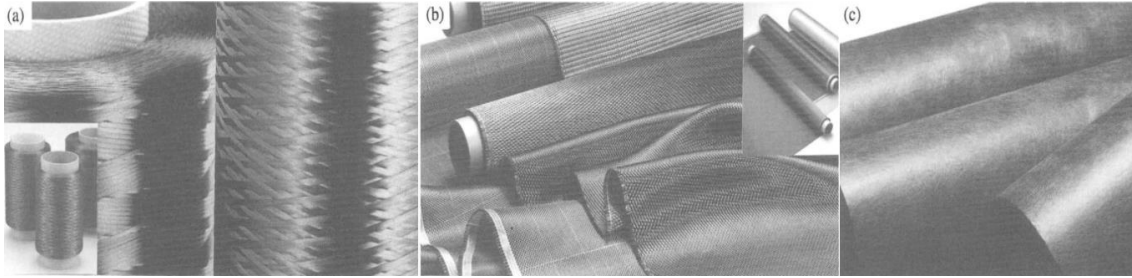
#### **2.4.2. Aramid Elyafı**

Aramid elyafı, en az %85 amid bağının (CONH) doğrudan iki aromatik halkaya bağlı olduğu aromatik poliamid tipi elyafıdır. Aramid elyafı, kimyasal bağların lif eksenine boyunca hizalanarak oluşturduğu molekül yapıları sayesinde, üstün güç, esneklik ve aşınma toleransına sahiptir. Bu elyafı, mukavemetini nispeten kısa moleküller arasındaki güçlü bağlanmalardan alır [29]. Yaklaşık 500°C’de bozulmaya başlarlar [30]. Bu nedenle, yüksek sıcaklıklarda bile mükemmel fiziksel ve kimyasal özellikler sunar [31]. Aramid elyafı, yeterince yüksek gerilme modülü ve mukavemetine sahip, ileri kompozitlerde takviye elemanı olarak kullanılan ilk organik elyafıdır. Eşit ağırlık bazında çelik ve cam elyafından çok daha iyi mekanik özelliklere sahiptir [29]. Ancak aramid elyafı, ultraviyole ışığa karşı doğal olarak zayıf bir dirence sahiptir, asitlere ve bazı tuzlara karşı hassastır. Bu yüzden, aramid elyafından yapılan kumaşlar, ultraviyole ışığa maruz kaldıklarında renk değiştirir ve mukavemetlerini kaybeder. Uzay, savunma, denizcilik, spor ürünleri, otomotiv ve eğlence endüstrilerinde sıkça kullanılmaktadır.

Endüstrilerde yaygın olarak kullanıldığı malzemeler, vücut zırhları, araç zırhları, askeri kasklar, koruyucu eldivenler ve itfaiyeciler için yanmaz giysiler olarak sıralanabilir [32].

### 2.4.3. Karbon Elyafı

Karbon elyafı, organik (polimerik) liflerin ya da hidrokarbon gazlarının yüksek basınç ve sıcaklık altında termal ayrıştırılmasıyla üretilir. Organik liflerin karbonize edilmesiyle üretilen karbon elyafı kullanılan polimerin tipine göre kategorize edilebilir [33]. Karbon elyafının yapımında kullanılan en yaygın üç polimer poliakrilonitril (PAN), zift ve rayondur. PAN,  $[C_3H_3N]_n$  tekrar ünitesine sahip sentetik bir polimerdir. Rayon,  $[C_6H_{10}O_5]_n$  tekrar birimine sahip doğal bir polimer olan selüloz kullanılarak üretilen yarı sentetik bir lifdir. Zift ise bir dizi yüksek viskoziteli katı polimer için genel bir isimdir. Zift petrol ürünlerinden veya bitkilerden elde edilebilir [9]. PAN bazlı, zift bazlı, rayon bazlı karbon elyafı, sürekli elyafı ve farklı morfolojiler (monofilament, 1000-12000 filamentli iplik, farklı örgü tipleri ile dokuma kumaşlar, doğranmış elyafı ve dokuma olmayan kumaşlar) halinde elde edilebilir (Şekil 2.3). Hidrokarbon gazlarından üretilen karbon elyafı sadece kısa olarak elde edilir, ancak çok farklı çapta olabilir [34].



Şekil 2.3. Karbon elyafı (a) iplik, (b) dokuma kumaşlar, (c) dokuma olmayan kumaşlar [34].

Karbon elyafı, mekanik performanslarına, gerilme dirençlerine ve modüllerine göre aşağıdaki gibi sınıflandırılabilir.

- Ultra yüksek modül, UHM (modül > 450 GPa)
- Yüksek modül, HM (350–450 GPa arasındaki modül)
- Orta modül, IM (200–350 GPa arasındaki modül)
- Düşük modül ve yüksek gerilme, HT (<100 GPa, gerilme şiddeti > 3.0 GPa)
- Süper yüksek gerilme, SHT (çekme dayanımı > 4.5 GPa)

Nihai ısıtma işlem sıcaklığına göre karbon elyaflar Tip I, Tip II ve Tip III olarak sınıflandırılır. Tip I, yüksek ısıtma işlem görmüş karbon elyaflardır (HTT). Burada son ısıtma işlem sıcaklığı 2000°C'nin üzerinde olmalıdır. Tip I sınıfı karbon elyaflar, yüksek modüllü elyaflarla ilişkilendirilebilir. Tip II, orta ısıtma işlem görmüş karbon elyaflardır (IHT). Burada son ısıtma işlem sıcaklığı 1500°C civarında veya üzerinde olmalıdır. Tip II sınıfı karbon elyaflar, yüksek mukavemetli elyaflarla ilişkilendirilebilir. Tip III, düşük ısıtma işlem görmüş karbon elyaflardır. Burada son ısıtma işlem sıcaklığı 1000°C'den yüksek değildir. Tip III sınıfı karbon elyaflar, düşük modül ve düşük mukavemetli elyaflarla ilişkilendirilebilir [35].

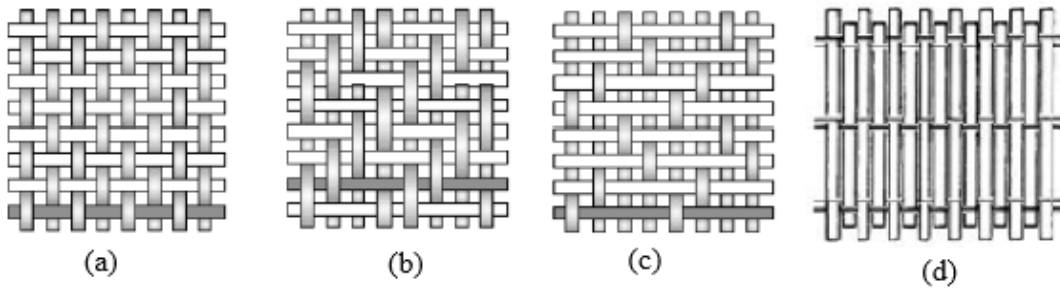
Karbon elyafların diğer elyaflara göre en büyük avantajları yüksek çekme dayanımı, yüksek sertlik, düşük yoğunluk ve yüksek kimyasal dayanımdır (Çizelge 2.2). Tüm bu avantajların uygun bir matris yapıyla birleştirilmesi ile oluşan mükemmel özellikteki kompozit yapılar alüminyum gibi metallerden yapılmış parçalara veya diğer elyaf dolgulu kompozitlere kıyasla çok yüksek mekanik özelliklere sahiptir ve çok daha hafiftir. Karbon elyaf takviyeli polimerlerin ana uygulamaları havacılık ve savunma, otomotiv, rüzgar türbinleri, spor ve eğlence ve inşaat mühendisliğidir [36].

Çizelge 2.2. Karbon elyafların diğer takviye elemanları ile karşılaştırılması [24].

Elyaf Tipi	Yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> )	Çekme Dayanımı (MPa)	Özgül Çekme Dayanımı (MPa)	Çekme Modülü (GPa)	Özgül Çekme Modülü (GPa)
Karbon Elyaf	1,6	2100	1315	145	91
E-cam Elyaf	2,1	1650	785	43	20
S-cam Elyaf	2,1	2200	1050	52	25
Aramid Elyaf	1,4	2200	1570	75	54

### 2.4.3.1. Karbon Elyaf Kumaş Çeşitleri

Karbon elyafların en yaygın olarak bulunduğu ticari formu dokumadır (woven). Dokuma karbon elyaflar iplikten veya fitilden hazırlanmasına bağlı olarak ikiye ayrılabilir. İplikten veya fitilden hazırlanan elyaflar farklı dokuma biçimlerinde bulunur. Dokuma örgüler  $0^\circ$  ve  $90^\circ$  yönündeki fitillerin veya ipliklerin birbirleri üzerinden geçirilerek, üçüncü bir bileşen olmadan birbirlerine tutunması ile üretilen örgülerdir. Bu ipliklerin  $0^\circ$  yönünde olanına atkı (weft),  $90^\circ$  yönünde olanına çözü (warp) adı verilmektedir [37]. En yaygın elyaf dokuma tipleri düz (Plain), Twill, Satin ve tek yönlü (unidirectional UD) örgülerdir (Şekil 2.4) [38].



Şekil 2.4. Elyaf dokuma tipleri (a) Plain (b) Twill (c) Satin (d) UD [38].

Düz (Plain) Dokuma: Her bir atkı ipliğinin her bir çözü ipliğinin bir adet altından bir adet üstünden geçmesi ile elde edilen dokuma türüdür. Bu örgü tipi iyi bozulma direnci ve tekrar üretilebilir laminant kalınlığı sağlar. Atkı ve çözü yönünde aynı miktarda iplik kullanılır. En yaygın ve en eski olan dokuma tekniğidir [38].

Twill Dokuma: Çapraz dokuma olarak bilinen dokuma çeşididir. Twill dokumada, genel olarak her bir atkı ipliği iki çözü ipliğinin altından ve iki çözü ipliğinin üstünden geçirilir. Ancak bu dokuma çeşidinde çözü ve atkılar birbirleri üzerinden çok farklı şekilde geçebilir. Örneğin 3x1 Twill dokuma, bir adet atkının bir adet çözü üzerinden ve iki adet çözü altından geçirilmesi ile elde edilen dokuma çeşididir. Twill dokuma kumaşların yönlenmesi iyi olduğundan iyi kaplanabilirliğe sahiptir [39].

Satin Dokuma: Bu dokuma tipinde, en küçük yapısal tekrar en az beş çözü ile bitmelidir. Bu yapıda atkı iplikleri kumaşın yüzeyinde yaygındır, atkı ipliklerini bağlayan çözü iplikleri ise homojen bir şekilde yüzeyde yayılmıştır ve az sayıdadır. Satin dokumanın yüzeyi bu sebepten dolayı pürüzsüz ve parlaktır. Satin dokumalar diğer dokuma türlerinden daha az açıklığa sahiptir ve bu da her iki yönde yüksek mukavemet sağlar. Satin dokumalar mükemmel kaplanabilirliğe sahiptir [40].

Tek Yönlü (UD) Dokuma: UD dokuma ile ince atkı iplikleri, çözgü iplerini bir arada tutar, böylece kumaş yapı olarak çoğunlukla tek yönlü olur. Bu kumaşlarla çözgü yönünde maksimum gerilme özellikleri elde edilir [38].

## **2.5. Kompozit Üretim Yöntemleri**

Kompozit malzemelerin üretim yöntemleri üretilen malzemenin kalitesini etkileyen parametrelerden biridir. Malzemeye, kompozitin tasarımına ve uygulamasına bağlı olarak, kompozit bileşenlerin imal edilmesi için birkaç yöntem vardır. Bu yöntemlerin çoğunda reçine ve elyafın biçimlendirilmesi kalıp kullanılarak yapılmaktadır. Kalıplama yöntemleri açık veya kapalı olabilir. Açık kalıpla üretim yöntemlerine el yatırması (emdirme) ve sprey püskürtme yöntemleri örnek verilebilir. Kapalı kalıpla üretim yöntemlerine ise iplik sarma (filament winding), pultrüzyon ve reçine transfer kalıplama yöntemleri örnek gösterilebilir [41].

### **2.5.1. El Yatırması (Emdirme) Yöntemi**

El yatırması yönteminde kompozit yapının kalıptan kolay ayrılmasını sağlamak için ilk önce kalıba kalıp ayırıcı uygulanır ve yüzeyin kuruması beklenir. Daha sonra takviye elemanı (elyaf) kalıp içerisine yerleştirilerek sıvı haldeki reçinenin rulo veya fırça yardımıyla takviye elemanına emdirilmesi sağlanır. Takviye elemanları sıvı reçine ile emdirildikten sonra genellikle atmosferik basınç altında ve oda sıcaklığında kurumaya bırakılırlar. Reçineler kumaşlara kat kat emdirilebildiği gibi kumaşın özelliklerine bağlı olarak çok katmana aynı anda da reçine sürülebilir (Şekil 2.5). Bu yöntem istenilen kalınlıkta ve katta kompozit malzeme üretimine olanak sağlar. Takviye elemanlarının el ile yerleştirilmesinden dolayı yönteme el yatırması yöntemi denilmektedir [42].

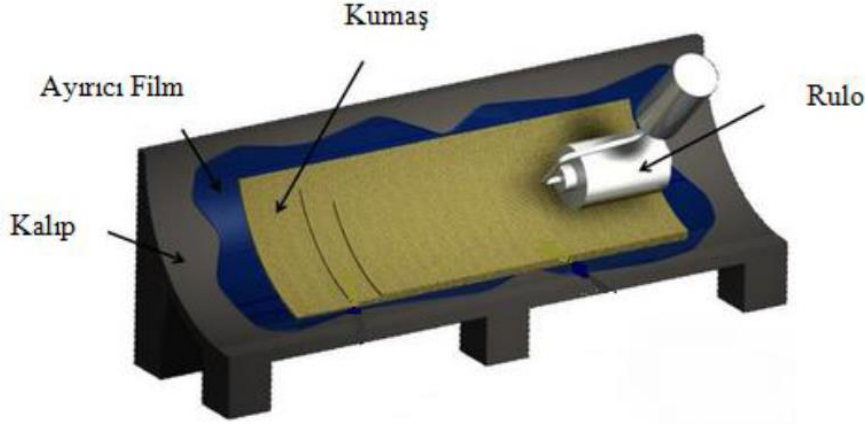
Bu yöntemin avantajları;

- Hızlı ve ucuz üretim imkânı sunar.
- Çok farklı şekillerde ve boyutlarda üretim yapılabilir.
- Uygulaması basit bir yöntemdir.

Bu yöntemin dezavantajları;

- Üretilen malzemenin kalitesi uygulayıcısına bağlıdır.
- Reçine miktarının az tutulmasına bağlı olarak kompozit yapılarda ıslanmayan bölgeler ve hava kabarcıkları meydana gelebilir [41].





Şekil 2.5. El yatırması yöntemi [43]'ten değiştirilerek.

### 2.5.2. Sprey Püskürtme Yöntemi

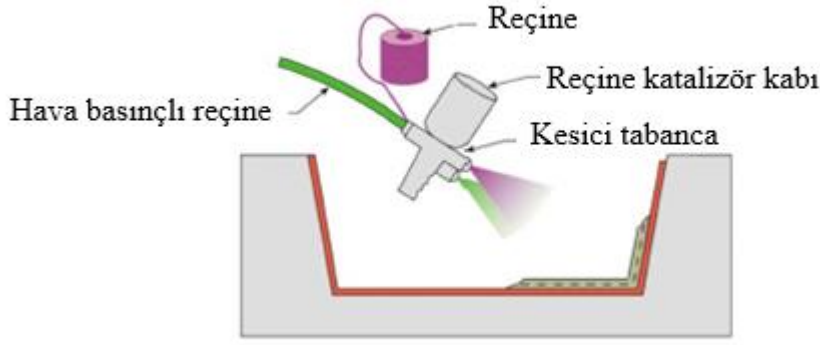
Sprey püskürtme yöntemi; reçine, sertleştirici, kesikli elyaf ve katalizör bileşenlerinin bir kalıba püskürtülmesi işlemidir. Kalıba püskürtülen malzeme belirli bir sıcaklık altında şekillendirilir (Şekil 2.6). Sıcaklıkla şekil kazanma işleminden sonra kompozit malzeme oda sıcaklığına kadar soğutulur ve kalıptan çıkarılır [9].

Bu yöntemin avantajları;

- Düşük maliyetli ve basit bir yöntemdir.
- El yatırması yöntemine göre daha karmaşık parçalar üretilebilir ve boyut sınırlaması yoktur.
- Makine ağırlıklı bir yöntem olduğundan dolayı el yatırmasına göre daha az işçilik gerektirmektedir, daha kontrollü ve hızlı bir yöntemdir.

Bu yöntemin dezavantajları;

- Sürekli elyaf dolgululu kompozit malzeme üretimi için uygun değildir.
- Kullanılabilecek elyaf miktarı en çok %35 olabilir. Daha fazla oranda elyaf kullanılması durumunda reçine elyafı sürükleyemeyecek ve yeterince ıslatma sağlamayacaktır.



Şekil 2.6. Sprey püskürtme yöntemi [38]'den değiştirilerek.

### 2.5.3. İplik Sarma Yöntemi

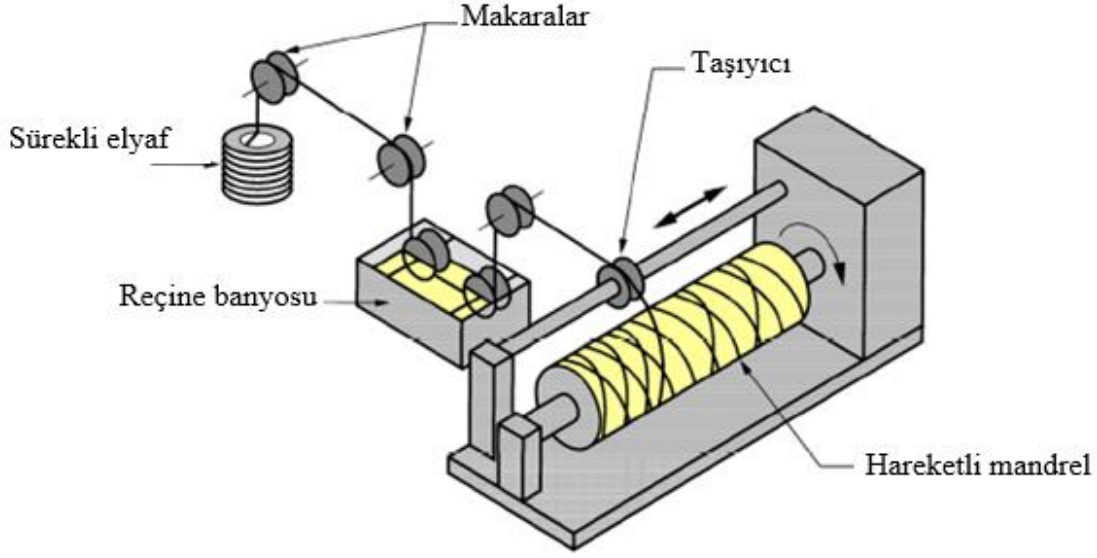
Reçine ile dolu bir banyo içerisinde sürekli elyafın geçirilerek dönen bir bobin üzerine sarılması işlemidir (Şekil 2.7). Bobin tasarlanan kalınlıkta ve oryantasyonda sürekli elyaf ile sarıldıktan sonra kür sıcaklığında polimerin kürleşmesi sağlanır. Kür işleminden sonra, kompozit malzeme oda sıcaklığına soğutulur ve bobinden ayrılır. Korozyona dirençli tanklar ve borular bu yöntem ile üretilmektedir [9].

Bu yöntemin avantajları;

- Karmaşık yapıda kompozit malzemelerin imalatı için uygundur.
- Elyaf sarımı farklı oryantasyonlarda yapılabileceği için üretilen kompozit malzemenin yük taşıma kapasitesi ayarlanabilir.
- Elyaf üzerine kaplanan reçine miktarı el yatırması yöntemine göre daha iyi kontrol edilebilir.

Bu yöntemin dezavantajları;

- Uygulama alanı dönen yüzeyler ile sınırlıdır.
- Ekipman yatırımı yapılması gereken bir yöntemdir. Diğer yöntemlere göre daha maliyetlidir.



Şekil 2.7. İplik sarma yöntemi [44]'ten değiştirilerek.

#### 2.5.4. Reçine Transfer Kalıplama (RTM) Yöntemi

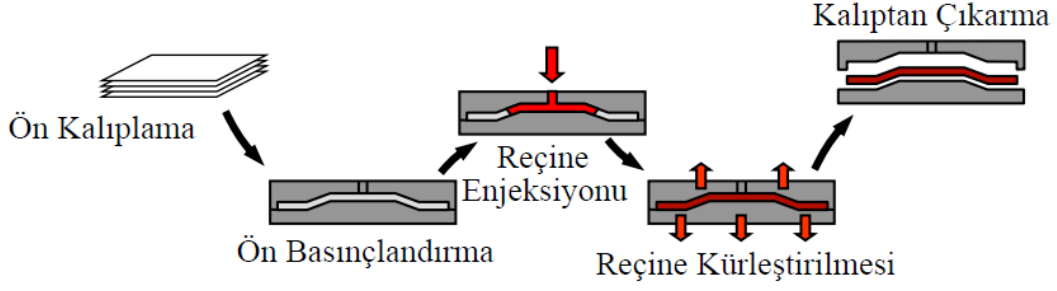
Bu yöntemde, dişi ve erkek kalıp vardır. Bu kalıplar arasına takviye elemanı yerleştirilerek kalıp kapatılır. Sıvı haldeki reçine basınçlandırılarak kalıp içerisine gönderilir (Şekil 2.8). Reçinenin kalıp içerisinde kolay ilerlemesi için vakum kullanılır [45]. Reçine ve takviye elemanı kalıp içerisinde istenilen oranda birleştirildikten sonra kalıp ısıtılır ve otoklav kullanılmadan parçalar üretilir [24].

Bu yöntemin avantajları;

- Hızlı ve sürekli üretimle tüm parçalar aynı kalitede üretilebilir.
- Kompozit malzemenin her iki yüzeyi de aynı pürüzsüzlükte çıkar.
- Reçine/elyaf oranı çok iyi kontrol edilir.
- Karmaşık şekilli parçaların üretimine olanak sağlar ve bu parçaların boyut/tolerans ayarı çok iyi kontrol edilir.

Bu yöntemin dezavantajları;

- Basınca dayanıklı çift başlık kullanılması üretim maliyetini artırır.
- Kalıp tasarımı zor olduğu için büyük parçaların üretimi yapılmaz. Küçük parçaların üretimi için uygundur.



Şekil 2.8. Reçine transfer kalıplama yöntemi [45]'ten deęiřtirilerek.

### 2.5.6. Pultrüzyon Yöntemi

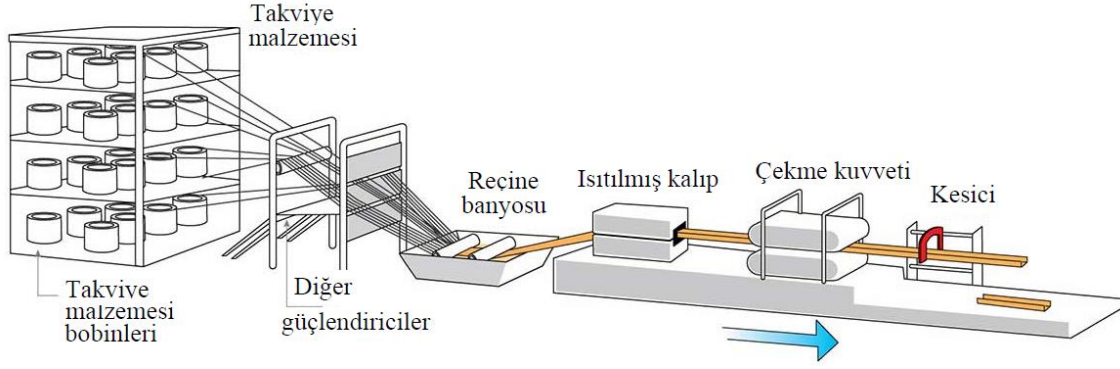
Reçine emdirilmiş takviye malzemesinin sıcak kalıptan çekilmesi işlemidir (Şekil 2.9). Kalıbın sıcak olması sürekli üretime olanak sağlar. Pultrüzyon, iyi kalite ve düşük maliyetli ticari ve askeri malzemelerin üretiminde kullanılan bir yöntemdir [46].

Bu yöntemin avantajları;

- Büyük ölçekli kompozit malzeme üretmek için maliyeti en uygun yöntemlerden biridir.
- Otomatik bir prosestir ve sürekli üretime olanak sağlar.
- Reçine/elyaf oranı doğru şekilde kontrol edilebilir.
- Bu üretim yöntemiyle takviye oranı yüksek kompozit malzemeler üretildięi için çok mukavemetli ve kaliteli ürünler elde etmek mümkündür.

Bu yöntemin dezavantajları;

- Sürekli ısıtılmış kalıp kullanıldığı için maliyeti fazladır.
- Sabit kesitli kompozit üretimi ile sınırlıdır.



Şekil 2.9. Pultrüzyon yöntemi [47]'den değiştirilerek.

## 2.6. Kompozitlerin Karakterizasyon Yöntemleri

Kompozit malzemeler termal ve mekanik olarak karakterize edilebilir.

Termal analiz, bir malzemenin ısıtıldığı, soğutulduğu ya da sabit sıcaklıkta tutulduğu haliyle fiziksel veya kimyasal özelliklerini belirlemek için kullanılan yöntemleri içerir. Termal analiz yöntemleri; termogravimetrik analiz (TGA), diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC), termomekanik analiz (TMA) ve ısıl iletkenlik analizi olarak sınıflandırılabilir [48].

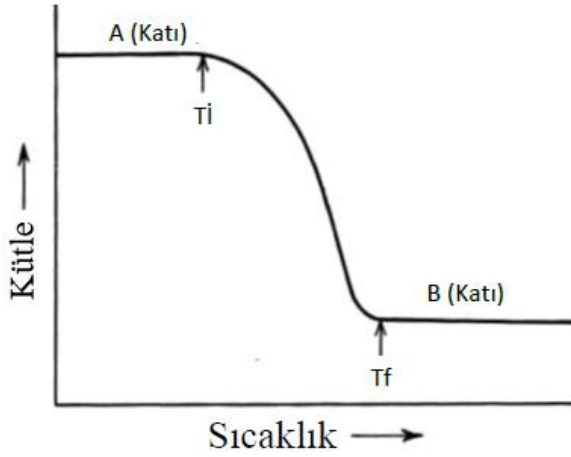
Mekanik analiz, basma ve çekme gibi dış kuvvetler altında malzemelerin göstermiş olduğu tüm davranışları belirlemek için kullanılan yöntemleri içerir. Mekanik analiz yöntemleri; dinamik mekanik analiz (DMA), çekme testi, basma testi, sertlik testi ve yoğunluk testi olarak sınıflandırılabilir [49].

### 2.6.1. Termogravimetrik Analiz (TGA)

Termogravimetri (TG), belirli bir sıcaklıkta (yani izotermal modda) veya önceden belirlenmiş bir ısıtma hızı kullanılarak bir sıcaklık aralığında zamanın fonksiyonu olarak bir malzemenin kütlesindeki değişimi ölçer. Termogravimetrik analiz kontrollü atmosfer koşullarında yapılır. TGA ile bir maddenin bozunma mekanizmaları belirlenir. Bozunma mekanizmaları ile malzemenin bileşen sayısı, bozunmaya başlama sıcaklığı, termal ve oksidatif kararlılığı bulunur. TGA cihazı ile ayrıca malzemelerin tahmini servis ömrü belirleme (kinetik yaşlanma) çalışmaları da yapılabilir [50].

Şekil 2.10'da TGA cihazından elde edilen bir termogram örneği verilmiştir. Bu termograma göre A (katı) maddesi bozularak B (katı) maddesine dönüşmektedir. İlgili termogramdan A maddesinin bozulmaya başlama sıcaklık değeri ve bozulan madde

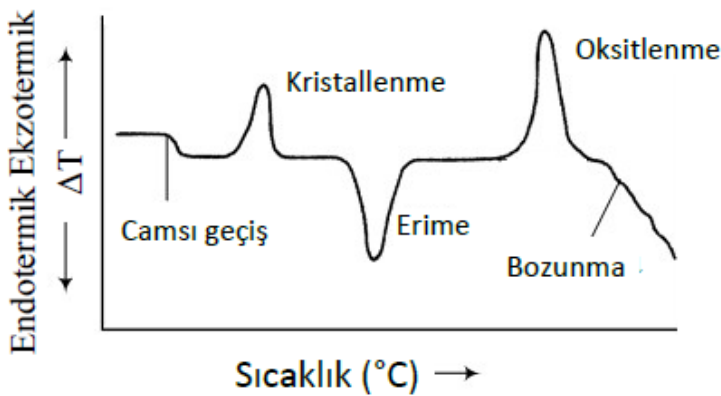
miktarı elde edilebilir. Ayrıca kütlenin sabit olduğu sıcaklık aralığı da belirlendiği için malzemenin kararlı olduğu sıcaklık aralığı bulunabilir.



Şekil 2.10. TGA cihazından elde edilen termogram örneği [51]'den değiştirilerek.

### 2.6.2. Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC)

DSC cihazı, numune ve referans numune kontrollü bir sıcaklık programına tabi tutulurken numuneye ve referans numuneye olan ısı akış hızındaki farkın ölçülmesini sağlar. Oluşan ısı akış farkı sıcaklığa veya zamana bağlı olarak gösterilir. DSC cihazı ile faz geçişlerinin ve durum değişimlerinin tanımlanması, özgül ısı kapasitesi ( $C_p$ ) tayini, kristal ve amorf malzemelerin tanımlanması, füzyon ve reaksiyon ısıları tayini ve reaksiyon kinetiği çalışmaları yapılabilmektedir [52]. Kristal malzemelerin erime noktası vardır ve erime piki endotermik piktir. Amorf malzemeler erimez sadece yumuşar (Şekil 2.11). Bundan dolayı amorf malzemelerin  $T_g$  değeri vardır. Amorf malzemelerdeki bu yumuşama geçişi  $\Delta C_p$ 'ye neden olur.

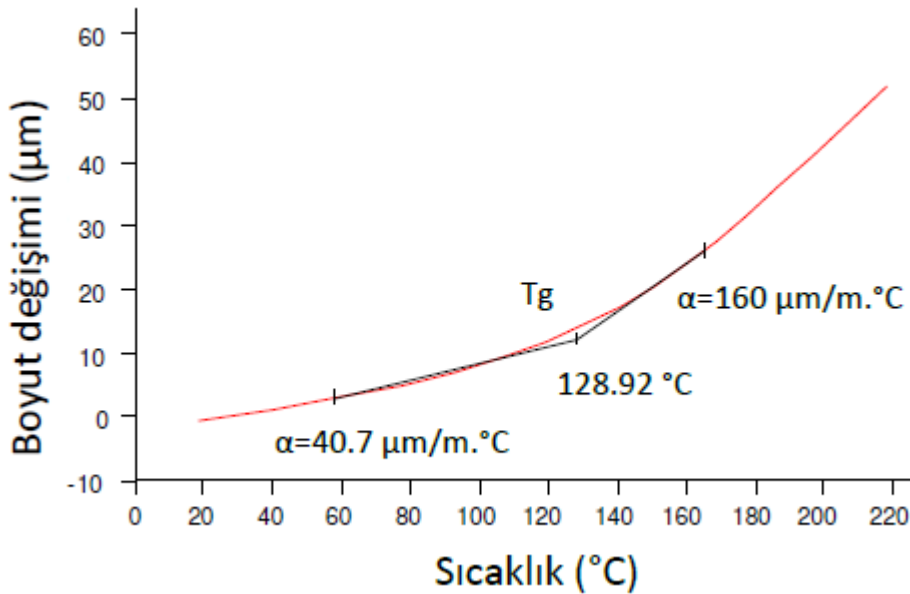


Şekil 2.11. DSC cihazından elde edilen diferansiyel termogram örneği [53]'ten değiştirilerek.

### 2.6.3. Termomekanik Analiz (TMA)

Termomekanik analiz, sıcaklık, yük ve zamanın bir fonksiyonu olarak malzeme boyutlarının doğrusal veya hacimsel değişimlerinin değerlendirildiği bir yöntemdir [54]. TMA cihazı ile malzemenin Tg değeri, yumuşama, akış ve termal genleşme katsayısı (CTE) değeri ölçülebilmektedir. TMA, atmosfer ve sıcaklık kontrollü ortamda, malzemeye kontrollü yük uygulanarak gerçekleştirilir. Uygulanan yük çok azdır, bu nedenle malzemenin genleşmesi kısıtlama olmadan gerçekleşir [55].

Şekil 2.12'deki TMA grafiği malzemeye ait Tg ve CTE değerlerini vermektedir. Alfa ( $\alpha$ ) ile gösterilen değer CTE değeridir.



Şekil 2.12. TMA cihazından elde edilen grafik.

### 2.6.4. Isıl İletkenlik Analizi

Isı, elektrikli taşıyıcılar (elektronlar), kafes dalgaları, spin dalgaları yoluyla katı maddeler boyunca aktarılır. Isıl iletkenlik analiz cihazı ile malzemelerin ısı taşıma özelliklerinden termal iletkenlik sabiti değeri (k) "W/m.K" cinsinden belirlenebilmektedir. Malzemenin yüzeyi cihazın sensörü ile temas ettirilir. Temasın iyi sağlanması için cihaz ile malzeme arasında termal ajan konulur ve malzeme ile sensör arasındaki sıcaklık etkileşiminden malzemenin "k" değeri bulunur [56].

### 2.6.5. Dinamik Mekanik Analiz (DMA)

DMA cihazı, basitçe bir malzemenin üzerine kuvvet uygulandığı zaman malzemenin bu kuvvete verdiği tepkiyi analiz eden cihaz olarak tanımlanabilir. Malzemenin akma eğilimi (viskoz) faz gecikmesi ile, sertliği (modül) ise numune geri kazanımı ile hesaplanır. Viskoz malzeme, üzerine kuvvet uygulandığında kuvvetin etkisi ile şekil değiştirir ve tekrar eski haline dönmez yani enerji kaybeder. Elastik malzeme ise kuvvetin etkisi ile şekil değiştirir, ancak kuvvet kaldırıldığında eski haline döner. Polimerler gibi hem elastik hem de viskoz davranış gösteren malzemelere viskoelastik malzeme denir [57]. DMA cihazı ile malzemelerin camsı geçiş sıcaklıkları ve viskoelastik özellikleri belirlenir. Malzemelerin viskoelastik özellikleri, depolama modülü (storage modulus, E'), kayıp modülü (loss modulus, E''), kompleks modül (E\*) ve tan delta (tanjant delta) olarak sınıflandırılabilir. Bu özelliklerin tanımları ve eşitlikleri aşağıdaki gibidir.

- E', malzemenin esnekliğinin ölçütüdür ve malzemenin enerji depolayabilme kabiliyetini gösterir. Elastik gerilimin gerinime oranı şeklinde ifade edilir.

$$E' = (\text{gerilim} / \text{gerinim}) \cos \delta \quad (\text{Eşitlik 2.1})$$

- E'', malzemenin enerjiyi dağıtma yeteneğini gösterir. Enerji ısı olarak kaybolur. Viskoz gerilimin gerinime oranı şeklinde ifade edilir.

$$E'' = (\text{gerilim} / \text{gerinim}) \sin \delta \quad (\text{Eşitlik 2.2})$$

- E\*, malzemenin deformasyona karşı toplam dayanıklılığını gösterir.

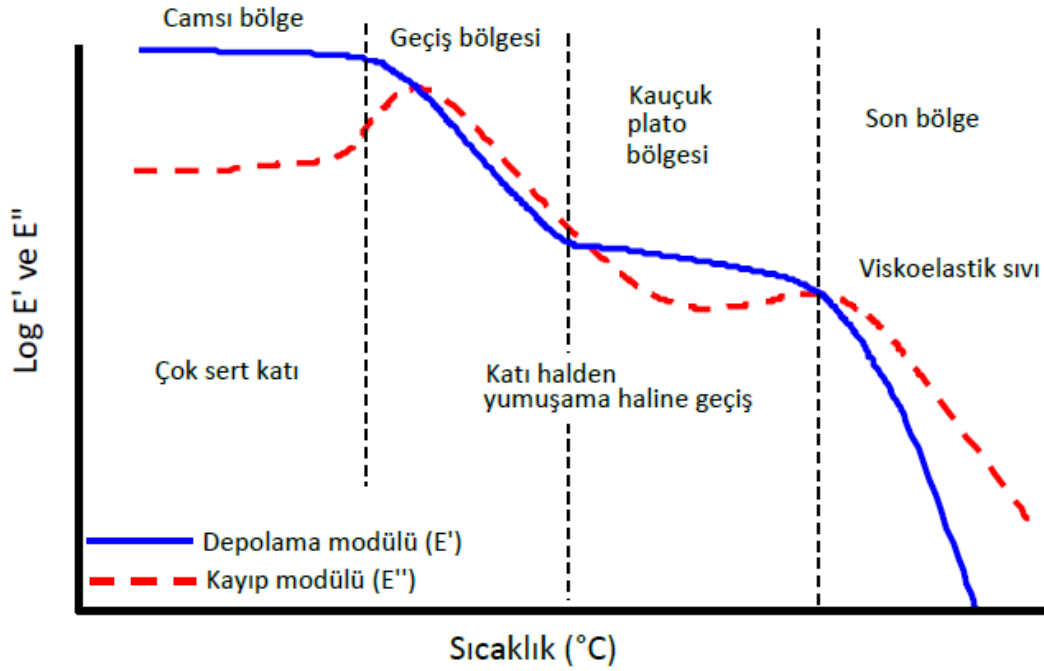
$$E^* = \text{gerilim} / \text{gerinim} \quad (\text{Eşitlik 2.3})$$

- Tan delta, malzemenin titreşim veya ses sönümü gibi sönümünün ölçülmesidir.

$$\tan \delta = E'' / E' \quad (\text{Eşitlik 2.4}) [58]$$

Şekil 2.13'te örnek bir DMA grafiği gösterilmiştir. Verilen grafikte, malzemenin sıcaklıkla geçiş bölgeleri tanımlanmıştır.





Şekil 2.13. DMA cihazından elde edilen grafik.

### 2.6.6. Çekme Testi

Çekme testi, malzemeye uygulanan kuvvet ve bu kuvvete karşı malzemenin nasıl şekil değiştireceği arasındaki bağıntıyı belirleyen ölçüm yöntemidir. Çekme testi, malzemelerin belirli yük altındaki plastik ve elastik davranışlarının tespit edilmesine ve kullanım alanının belirlenmesine olanak sağlar. Çekme testi ile malzemelerin elastik sınır, akma dayanımı, çekme dayanımı, kopma noktası ve kopma noktasındaki yüzde uzama değerleri bulunabilmektedir. Bu terimler aşağıdaki gibi tanımlanabilir.

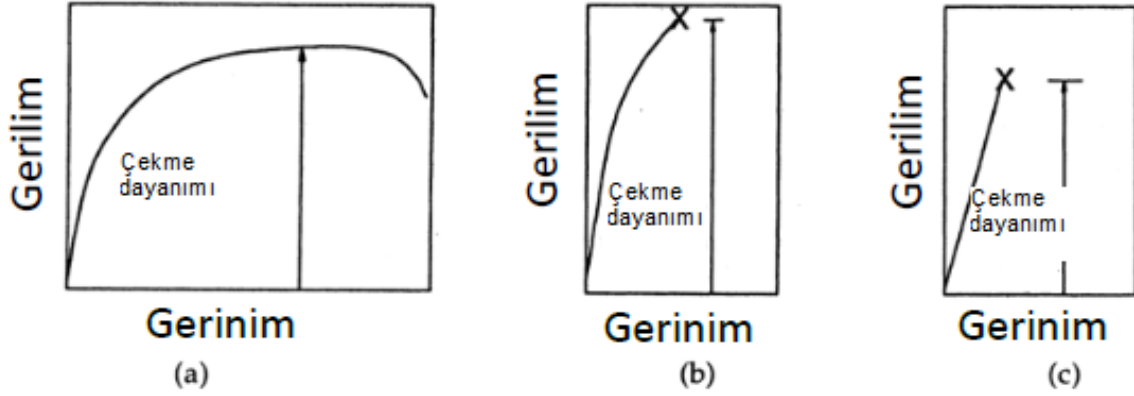
**Elastik sınır;** malzemelerin elastik gibi davrandıkları bölgedir. Bu bölgede malzeme üzerine etkiyen kuvvet kaldırıldığı zaman malzeme eski haline geri döner.

**Akma noktası;** çekme testi sırasında malzemede plastik deformasyonun başladığı noktadır.

**Çekme dayanımı;** bir malzemenin kırılmadan önce birim kesit alanı başına dayanabileceği maksimum kuvvettir.

**Kopma noktası;** malzeme, çekme dayanımından biraz büyük kuvvet değerinde kopma davranışı gösterir. Malzemenin kopma noktasındaki gerilim değerine kopma gerilimi denir.

**Kopma noktasında yüzde uzama;** kopma noktasındaki malzemenin boyu ile ilk malzeme boyu arasındaki fark kopma noktasındaki uzama miktarını verir. Bu değerin malzemenin ilk boyuna oranı uzama olarak tanımlanır [59].



Şekil 2.14. Çekme testinden elde edilen gerilim-gerinim grafikleri (a) maksimum çekme dayanımından sonra omuz veren numunenin grafiği, (b) ve (c) omuz vermeden kırılan numunelerin grafiği [60]'tan değiştirilerek.

Şekil 2.14'te verilen grafikler standart çekme grafikleridir. Gerilim-gerinim eğrisi altında kalan alan malzemenin tokluğunu gösterir. **Tokluk**, bir malzemenin dışarıdan gelen darbe ve dirençlere dayanımını gösterir. **Rezilyans** ise malzemenin elastik bölgede birim hacim başına enerji sönmleme kapasitesi olarak tanımlanır ve gerilim-gerinim eğrisinin elastik kısmı altında kalan alan malzemenin rezilyansını gösterir [60].

### 2.6.7. Sertlik Testi

Sertlik testi, "kazıma, penetrasyon, bozma" gibi farklı deformasyonlara karşı malzemenin gösterdiği direnci belirleyen ölçüm yöntemidir. Sertlik testlerinin çoğunda batıcı uç mevcuttur. Bu test batıcı ucun malzeme üzerine bastırılması esasına dayanır. Statik ve dinamik sertlik ölçme yöntemleri mevcuttur. Statik sertlik ölçme yöntemleri Rockwell ve Vickers yöntemleridir. Dinamik sertlik ölçme yöntemi ise Shore sertlik ölçme yöntemidir [61].

### 2.6.8. Yoğunluk Testi

Yoğunluk testi, birim hacimdeki madde miktarını belirleyen ölçüm yöntemidir. Gerçek, mutlak, iskeletsel ve görünür hacim ve yoğunluk elde etmek için en güvenilir tekniklerden biri gaz piknometrisidir. Bu teknikte hacmi ölçmek için gaz yer değiştirme yöntemi kullanıldığından numunede tahribata neden olmaz. Yer değiştirme ortamı olarak helyum veya azot gibi inert gazlar kullanılır. Gaz yer değiştirme yöntemini kullanarak

yoğunluk hesaplamaları, geleneksel Arşimet su yer değiştirme yönteminden çok daha doğru ve tekrarlanabilir [62].

Çizelge 2.3'te kompozit malzemelere uygulanan karakterizasyon yöntemleri topluca sunulmuştur.

Çizelge 2.3. Kompozit malzemelerin karakterizasyon yöntemleri.

Kompozitlerin Karakterizasyon Yöntemleri	Yöntemin Tanımı	Yöntem ile Elde Edilen Veriler
Termogravimetrik Analiz (TGA)	Kontrollü atmosfer koşulları altında, sıcaklık ile malzemede meydana gelen kütle artışının ve/veya kaybının belirlendiği yöntemdir.	<ul style="list-style-type: none"> <li>* Uçucu madde tayini</li> <li>* Termal kararlılık</li> <li>* Oksidatif kararlılık</li> <li>* Çoklu bileşen sistemlerin bileşimleri</li> <li>* Bozulmaya başlama sıcaklığı</li> <li>* Kinetik yaşlanma (tahmini termal yaşlanma süresi)</li> </ul>
Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC)	Numune soğutulurken, ısıtılırken veya sabit sıcaklıkta tutulurken salıverilen veya soğurulan enerji miktarının ölçüldüğü yöntemdir.	<ul style="list-style-type: none"> <li>* Amorf ve kristal malzemelerin tanımlanması</li> <li>* Özgül ısı kapasitesi (<math>C_p</math>)</li> <li>* Füzyon ve reaksiyon ısıları</li> <li>* Faz geçişlerinin tanımlanması <ul style="list-style-type: none"> <li>→ Erime Sıcaklığı</li> <li>→ Camı geçiş sıcaklığı (<math>T_g</math>)</li> <li>→ Kristallenme sıcaklığı</li> <li>→ Oksitlenme sıcaklığı</li> <li>→ Kürleşme sıcaklığı</li> </ul> </li> <li>* Reaksiyon kinetiği</li> </ul>

Çizelge 2.3. Kompozit malzemelerin karakterizasyon yöntemleri (Devamı).

Termomekanik Analiz (TMA)	Sıcaklık, yük ve zamanın bir fonksiyonu olarak malzeme büyüklüğündeki değişikliklerin ölçüldüğü yöntemdir.	* Termal genleşme katsayısı (CTE) * Camsı geçiş sıcaklığı (T <sub>g</sub> )
Isıl İletkenlik Analizi	Malzemelerin termofiziksel özelliklerinden ısı taşıma özelliklerinin tanımlandığı ölçüm yöntemidir.	* Termal iletkenlik sabiti değeri (k)
Dinamik Mekanik Analiz (DMA)	Malzemelerin dinamik mekanik özelliklerini sıcaklık, zaman ve frekansın fonksiyonu olarak belirleyen ölçüm yöntemidir. Malzeme mekanik olarak deformasyona uğrattır ve malzemenin verdiği yanıtlar ölçülür.	* Viskoelastik özellikler; → Depolama modülü (E') → Kayıp modülü (E'') → Kompleks modül (E*) → Tan delta *Camsı geçiş sıcaklığı
Çekme Testi	Malzemeye uygulanan kuvvet ve bu kuvvete karşı malzemenin nasıl şekil değiştireceği arasındaki bağıntıyı belirleyen ölçüm yöntemidir.	* Elastik modül, * Akma dayanımı, * Çekme dayanımı, * Kopma noktası, * Kopma noktasındaki yüzde uzama * Tokluk * Rezilyans
Sertlik Testi	"Kazıma, penetrasyon, bozma" gibi farklı deformasyonlara karşı malzemenin gösterdiği direnci belirleyen ölçüm yöntemidir.	* Sertlik
Yoğunluk Testi	Birim hacimdeki madde miktarını belirleyen ölçüm yöntemidir.	* Gerçek yoğunluk

### 3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Bu bölümde tez kapsamında yapılan deneysel çalışmalar hakkında detaylı bilgi verilmiştir. İlk olarak PEİ plastiğinin karakterizasyon çalışmaları anlatılmıştır. Daha sonra karbon elyaf dolgulu PEİ kompozitlerin üretim yöntemi açıklanmıştır. Son olarak ise üretilen kompozitlerin mekanik ve termal karakterizasyon çalışmalarına yer verilmiştir.

#### 3.1. Kullanılan Kimyasal Malzemeler

Bu tez çalışması kapsamında kullanılan kimyasal malzemeler ve bu kimyasal malzemelerin temin edildiği firmalar aşağıdaki gibidir.

- Kompozit yapıda matris elemanı olarak kullanılan PEİ plastiği ULTEM 1000 Sabic (Suudi Arabistan),
- Kompozit yapıda takviye elemanı olarak kullanılan tek yönlü karbon kumaş UD A49 DOWAKSA (Türkiye),
- Kompozit yapıda takviye elemanı olarak kullanılan Twill karbon kumaş (2x2 Twill, Warp 3K, Weft 3K, 240 g/m<sup>2</sup>) DOWAKSA (Türkiye),
- Matris elemanını çözmek için kullanılan diklorometan (CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>) Merck (Almanya),
- Kalıp ayırıcı olarak kullanılan Frekote NC770 Loctite (Almanya),
- Kalıpta sızdırmazlığı sağlamak için kullanılan florosilikon conta TOMBAK KAUCUK (Türkiye).

#### 3.2. Polieterimid Plastiğinden Plaka Üretimi

Polieterimid reçinesi granül formundadır ve klorlu çözücülerde çözünür. Bu yüzden diklorometan, PEİ plastiğinin çözücüsü olarak kullanılmıştır. İlk olarak, 120 g/L derişimli PEİ/diklorometan çözeltisi hazırlanmıştır. Bunun için 2 litrelik balon joje içerisine 120 g PEİ tartılmış ve üzerine 1 L diklorometan eklenmiştir. Bu karışım oda sıcaklığında 18 saat boyunca karıştırılmıştır. Elde edilen homojen ve viskoz yapılı PEİ çözeltisi, önceden kalıp ayırıcı uygulanmış 30x30 cm boyutlarındaki kalıp içerisine aktarılmıştır. İçerisinde PEİ çözeltisi bulunan kalıp, çeker ocak içerisine konulmuş ve PEİ'in uçması için 18 saat boyunca beklenmiştir. Kalıp içerisinde katılaştıran PEİ 100°C'lik fırın içerisinde 2 saat boyunca kurutulmuştur. Bu sürenin sonunda fırından çıkarılan kalıp, oda sıcaklığına

kadar soğutulmuş ve kalıbın ağırlığı PEİ üzerine konulmuştur. Ardından kalıbın üst kapağı kapatılmış ve vidalar sıkılmıştır. Kalıp kapatıldıktan sonra 300°C'lik fırın içerisine konulmuş ve 4 saat bekletilmiştir. Bu süre sonunda kalıp fırından çıkarılmış ve sıcak olarak pres altına konulmuştur. Pres altına alınan kalıp üzerine 10 ton ağırlık basılmıştır. Bu esnada gevşeyen vidalar tekrar sıkılmış ve kalıp tekrardan 300°C fırın içerisinde 3 saat bekletilmiştir. Süre sonunda kalıp oda sıcaklığına kadar soğutulmuş ve PEİ plakası kalıptan çıkarılmıştır.

### **3.3. Karbon Elyaf Dolgulu Polieterimid Kompozitlerin Üretimi**

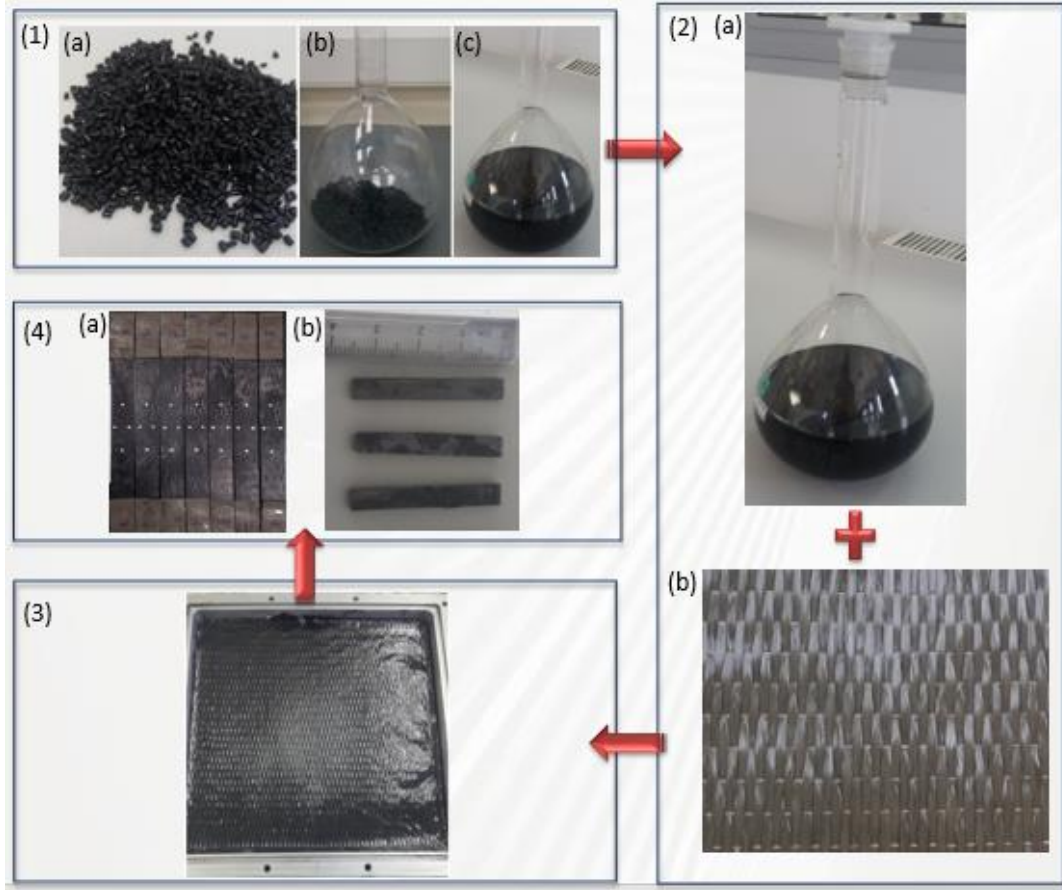
Bu tez çalışması kapsamında, 2 farklı takviye elemanının 2 farklı reçine oranı ile birleştirilmesiyle, toplamda 4 farklı kompozit malzeme elde edilmiştir. Kullanılan takviye elemanları UD dokuma CF ve Twill dokuma CF'dir. Reçine oranları ise sırasıyla, ağırlıkça %60 ve %40'tır. Bu oranların seçilmesinin nedeni, literatürde en iyi özellikleri sergileyen kompozit malzemenin bileşen oranlarının, %60 elyaf %40 reçine olarak verilmesidir. Reçine oranının azalması, elyaf reçine arayüzeyindeki yapışmayı azaltır ve boşluklu malzemelerin elde edilemesine neden olur. Reçine oranının artması ise kompozit malzemelerin mukavemetlerinde azalmaya neden olur. Bu nedenle reçine elyaf oranı %50'nin üzerinde ve altında olacak şekilde belirlenmiştir.

Kompozit malzemeler el yatırması yöntemi ile üretilmiştir. İlk olarak CF'ler 30x30 cm boyutlarında kesilmiştir. UD dokuma CF ile üretilen kompozitler için 5 kat CF, Twill dokuma CF ile üretilen kompozitler için 6 kat CF kullanılmıştır. Kompozitler için hazırlanan CF'lerin ağırlıkları tartılmıştır. Üretilen kompozit malzemelerin sırasıyla, ağırlıkça %60 ve %40'ı reçine olacağı için, tartılan CF ağırlıklarına göre her kompozit için kullanılacak PEİ reçinesi miktarı hesaplanmıştır. Üretilen kompozitlerin bileşimleri Çizelge 3.1'de özetlenmiştir.

Çizelge 3.1. Üretilen kompozit malzemelerin bileşimleri.

CF TİPİ	1. GRUP KOMPOZİT		2. GRUP KOMPOZİT	
	%60 CF	%40 PEİ	%40 CF	%60 PEİ
UD dokuma CF	143 g	95 g	145 g	218 g
Twill dokuma CF	141 g	94 g	136 g	185 g

Çizelge 3.1’de belirtilen PEİ reçineleri 120 g/L derişime sahip olacak şekilde diklorometan içerisinde çözülmüştür. Derinliğı olan tepsiler içerisinde CF’ler viskoz PEİ çözeltilisi ile ıslatılmıştır. Tepsilerin üzeri alüminyum folyo ile kapatılarak CF’lerin 12 saat boyunca PEİ çözeltilisini emmesi sağlanmış, bu sırada CF’lerin kıvrılmasını önlemek için 4 köşesine ağırlık konulmuştur. Yeterince ıslanan CF’ler, diklorometan kimyasalını malzemedan tamamen uzaklaştırmak için 100°C fırın içerisinde 2 saat boyunca bekletilmiştir. Kuruma işleminden sonra PEİ ile kaplı CF prepregler elde edilmiştir. Prepregler kalıp içerisine yerleştirilip, kalıbın üst kapağı kapatıldıktan sonra vidaları sıkıştırılmıştır. Kalıp 300°C fırında 3 saat bekletildikten sonra pres altına alınarak üzerine 10 ton ağırlık basılmıştır. Bu esnada gevşeyen vidalar tekrar sıkılmış ve kalıp tekrardan 300°C fırın içerisinde 3 saat bekletilmiştir. Bu sürenin sonunda kalıp oda sıcaklığına kadar soğutulmuş ve kompozit malzeme kalıptan çıkarılmıştır. Kalıptan çıkarılan malzemenin kenarları temizlendikten sonra ağırlıkları tartılmıştır. İlgili standartlara göre test numuneleri hazırlanmış ve test edilmiştir. Kompozit malzeme çok sert yapıda olduğu için test numuneleri su jeti ile kesilerek hazırlanmıştır. Kompozit malzemelerin üretim basamakları Şekil 3.1’de gösterilmiştir.



Şekil 3.1. Kompozit malzemelerin üretim adımları: (1) (a) Granül formundaki PEİ reçinesi, (b) İstenilen miktarda tartılıp balon jofeye alınan PEİ reçinesi ve (c) Diklorometan içerisinde çözdürülen PEİ reçinesi; (2) (a) Diklorometan içerisinde çözdürülen PEİ reçinesi ve (b) 30x30 cm boyutlarında kesilmiş karbon elyaf; (3) El yatırma yöntemi ile PEİ reçinesi ile kaplanan karbon elyaflar; (4) su jeti ile kesilen test numuneleri (a) çekme testi numuneleri ve (b) DMA testi numuneleri.

### 3.4. Karakterizasyon Çalışmaları

Bu çalışmada kullanılan hammaddelerin ve üretilen kompozit malzemelerin karakterizasyonu için yapılan testler ve analizler aşağıda anlatılmıştır. Tüm analizler TÜBİTAK SAGE’de (Ankara) bulunan cihazlar kullanılarak yapılmıştır.

#### 3.4.1. Yoğunluk Analizi

PEİ reçinesinin, karbon elyafların ve üretilen kompozit parçaların gerçek yoğunluk değerleri gaz piknometresi ile ölçülmüştür. Gaz piknometresinde (Micromeritics, AccuPyc II 1345) Twill ve UD karbon elyaftan, PEİ reçinesinden ve üretilen dört



kompozitten alınan numunelerin yoğunlukları oda sıcaklığında, helyum gazı (20 psi) kullanılarak analiz edilmiştir.

### **3.4.2. Isıl İletkenlik Analizi**

PEİ reçinesinin, karbon elyafların ve üretilen kompozit parçaların ısı iletkenlik katsayısı (k) değeri ısı iletkenlik test cihazı (C-therm, TCi) ile ölçülmüştür. Analizler oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. Yüzey ajanı olarak saf su kullanılmıştır.

### **3.4.3. Termogravimetri / Diferansiyel Termal Analiz (TG / DTA)**

PEİ reçinesinin, karbon elyafların ve üretilen kompozit parçaların bozunmaya başlama sıcaklıkları ve kütle kayıpları TG/DTA cihazı ile belirlenmiştir. TG/DTA cihazında (SII Nanotechnology – SII6000 Exstar TG/DTA 6300) Twill ve UD karbon elyaftan, PEİ reçinesinden ve üretilen dört kompozitten alınan numuneler N<sub>2</sub> atmosferi altında, 10°C/dk tarama hızı ile 50-1000°C sıcaklık aralığında test edilmiştir. Analizlerden elde edilen termogramlardan 1000°C'deki kütle kayıpları belirlenerek, kompozit malzemelerin ağırlıkça % elyaf/reçine oranları hesaplanmıştır.

### **3.4.4. Termogravimetrik Analiz (TGA)**

Polieterimid reçinesinin TGA cihazı (Perkin Elmer Pyris 1) ile ASTM E-1641 standardına göre bozunma kinetiği incelenmiştir. Bozunma kinetiği çalışmasının sadece PEİ reçinesine yapılmasının nedeni karbon elyafların bozunma sıcaklığının PEİ reçinesinin bozunma sıcaklığından çok yüksek olmasıdır. Bu yüzden üretilen kompozit malzemelerin kinetik olarak yaşlanmasını PEİ reçinesinin bozunması belirlemektedir. PEİ reçinesinden alınan numuneler N<sub>2</sub> atmosferi altında, 2, 5, 10 ve 20°C/dk tarama hızları ile 35-1000°C sıcaklık aralığında TGA cihazı ile test edilmiştir. Elde edilen termogramlardan aktivasyon enerjileri ve reçinenin kullanım sıcaklığındaki servis ömrü hesaplanmıştır.

### **3.4.5. Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC) Analizi**

Polieterimid reçinesinin ve üretilen kompozit malzemelerin camsı geçiş sıcaklıkları (T<sub>g</sub>) DSC cihazı ile belirlenmiştir. DSC cihazında (TA Instruments-DSC 2500) PEİ reçinesinden ve üretilen dört kompozitten alınan numuneler N<sub>2</sub> atmosferi altında, 10°C/dk tarama hızı ile 50-300°C sıcaklık aralığında test edilerek elde edilen termogramlar incelenmiştir.

### 3.4.6. Dinamik Mekanik Analiz (DMA)

DMA cihazı ile üretilen dört kompozit parçanın ve PEİ reçinesinin kısa dönem ve uzun dönem viskoelastik özellikleri belirlenmiştir. Kısa dönem viskoelastik özelliklerin belirlenmesi ASTM D-7028 standardına göre yapılmıştır. Üretilen dört farklı kompozit malzemedan ve PEİ plakasından 20 mm uzunluğunda, 5-6 mm genişliğinde, 2-3 mm kalınlığında test numuneleri hazırlanmıştır. DMA cihazında (TA Instruments-DMA850) '17,5 mm tekli bükme' modunda, 1 Hz frekans uygulanarak, 5°C/dk tarama hızı ile 25-280°C sıcaklık aralığında testler gerçekleştirilmiştir ve elde edilen DMA termogramları incelenmiştir. Uzun dönem viskoelastik özelliklerin belirlenmesi için dört adet kompozit malzemeye DMA cihazıyla (METRAVIB DMA+450) sünme testi yapılmıştır. Sünme testi için kompozit malzemelerden 40 mm uzunluğunda, 5-6 mm genişliğinde, 2-3 mm kalınlığında test numuneleri hazırlanmıştır. Sünme testi atmosfer ortamında, 5°C/dk tarama hızı ile 35-175°C sıcaklık aralığında, her sıcaklıkta malzemenin üzerine 15 dk boyunca 10 MPa kuvvet uygulanarak gerçekleştirilmiştir. Sünme testi çiftli bükme modunda yapılmıştır. Elde edilen sünme eğrileri ile Arrhenius denkleminde elde edilen kaydırma faktörleri kullanılarak zaman-sıcaklık ana eğrisi oluşturulmuş (time temperature superposition, TTS, master curve) ve oluşturulan ana eğriden uzun dönem viskoelastik özellikler bulunmuştur.

### 3.4.7. Çekme Testi

Dört farklı kompozit malzemenin mekanik özellikleri çekme testi ile belirlenmiştir. Çekme testleri 100 kN yük kapasiteli Universal Instron 5982 (ABD) test makinesi ile ASTM D-3039 standardına göre gerçekleştirilmiştir. Çekme testi için her bir kompozit malzemedan 6 adet 250 mm uzunluğunda, 25 mm genişliğinde, 2-3 mm kalınlığında test numuneleri hazırlanmıştır. Numuneler 1.0 MPa ön yük uygulanarak, 2 mm/dk çekme hızı ile çekilmiştir. Çekme testi sonucunda elde edilen mekanik özellikler değerlendirilmiştir.

### 3.4.8. İstatistiksel Analiz

Çalışma kapsamında elde edilen tüm veriler üç ve/veya dört deney seti için ortalama  $\pm$  standart sapma değerleri ile birlikte sunulmuştur. Çekme testinden elde edilen tüm veriler GraphPad Software InStat programı kullanılarak istatistiksel açıdan değerlendirilmiştir. Veriler dört grubun istatistiksel olarak karşılaştırılması için tek yönlü ANOVA yöntemi Tukey-Kramer post hoc testiyle birlikte kullanılmış ve  $p$  değerinin 0,05'ten az olduğu durumlar anlamlı kabul edilmiştir.

## 4. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Tezin bu bölümünde, PEİ reçinesine ve üretilen dört farklı kompozit malzemeye ait karakterizasyon çalışmalarından elde edilen veriler sunulmuştur. Elde edilen veriler literatür verileri ile karşılaştırılarak detaylı olarak tartışılmıştır. İlk olarak PEİ reçinesine ait analiz sonuçları değerlendirilmiştir. Sonrasında farklı reçine oranlarında ve farklı karbon elyaf örgü tiplerinde üretilen dört farklı kompozit malzemenin karakterizasyon çalışmalarının sonuçları incelenmiştir. Elde edilen tüm analiz sonuçları ile PEİ reçinesinin termal ve mekanik özelliklerinin karbon elyaflar ile ne oranda iyileştiği gösterilmiştir. Ayrıca, farklı reçine oranlarının ve farklı karbon elyaf tiplerinin kompozit malzemelerin özelliklerine etkisi tartışılmıştır.

### 4.1. Kompozit Malzemeyi Oluşturan Bileşenlerin Seçimi

Bu tez çalışmasında, termoset kompozit malzemelerin yerine geçebilecek, geri dönüşümü olan, yüksek termal ve mekanik özelliklere sahip, uzay, havacılık ve savunma gibi endüstrilerde kullanılacak kompozit malzemelerin üretimi ve karakterizasyonu amaçlanmıştır. Bu amaçla, kompozit malzemelerin matris elemanı olarak süper mühendislik termoplastiklerinden polieterimid (PEİ), takviye elemanı olarak ise karbon elyaf kullanılmıştır.

Matris olarak PEİ'nin seçilmesinin nedenleri, termal ve mekanik kararlılığının yüksek olması ( $T_g$ : 215°C), mükemmel mekanik dayanıma sahip olması, yüksek sıcaklıklara kadar geniş kimyasal dirence sahip olması ve düşük duman ile doğal alev geciktirici özelliğe sahip olması olarak sıralanabilir. Ayrıca, PEİ reçinesi tamamen amorf bir malzemedir. Bu yüzden sünmeye karşı dirençleri diğer süper mühendislik termoplastiklerinden (PEEK, PPS) %20 oranında daha iyidir. Tüm bu özellikler, kompozit malzemelerin matris elemanı olarak PEİ reçinesinin tercih edilmesini sağlamıştır.

Takviye elemanı olarak karbon elyaf kullanılmasının nedenleri, karbon elyafların çekme dayanımlarının çok iyi olması, yoğunluklarının düşük olması, oksidasyon ajanlarının bulunmadığı ortamlarda yüksek termal ve kimyasal kararlılığa sahip olmaları ve sünmeye karşı dayanımlarının iyi olması olarak sıralanabilir. Aramid elyafların çekme mukavemetleri karbon elyaflardan daha yüksektir, ancak fiyatlarının çok pahalı olması nedeniyle takviye elemanı olarak karbon elyaflar tercih edilmiştir.

## 4.2. Polieterimid Reçinesinin ve Karbon Elyafların Karakterizasyonu

PEİ reçinesine yoğunluk, ısıl iletkenlik, DSC, DMA ve TGA testleri uygulanmıştır. Kompozit malzemenin üretim yönteminde, PEİ reçinesi diklorometan içerisinde çözülerek kullanıldığı için tüm testler çözeltiden (120 g/L) üretilen PEİ plakası (30x30 cm) kullanılarak yapılmıştır. Twill ve UD karbon elyafına ise yoğunluk ve TGA testleri uygulanmıştır. Analizler sonucunda elde edilen veriler aşağıda tartışılmıştır.

### 4.2.1. Yoğunluk Analizi Sonuçları

Bir malzemenin kullanım alanlarının geniş olması o malzemenin mekanik özelliklerinin güçlü olmasının yanı sıra yoğunluğunun düşük olmasına da bağlıdır. Mekanik özellikleri iyi olan ancak ağır olan malzemelerin kullanım alanları sınırlıdır. Bu yüzden malzemelerin yoğunluğu hemen hemen tüm çalışmalarda belirlenmelidir.

Üretilen kompozit malzemelerin yoğunluğunu kompozit malzemeyi oluşturan yapıların yoğunluğu belirler. Bu nedenle sunulan tez çalışmasında, öncelikle kompozit malzemeyi oluşturan matris ve takviye elemanlarının yoğunluğu tayin edilmiştir. Çizelge 4.1’de PEİ reçinesinin ve karbon elyafının yoğunluk analiz sonuçları sunulmuştur.

Çizelge 4.1. Kompozit malzemeyi oluşturan matris ve takviye malzemelerinin yoğunluk değerleri (n=3).

Numune	Yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> )
PEİ reçinesi	1,280 ± 0,000
Twill CF	1,780 ± 0,002
UD CF	1,770 ± 0,002

PEİ reçinesinin ve karbon elyafının yoğunluk değerleri tedarikçilerinin sunduğu ürün sertifikalarında sırası ile 1,270 ve 1,790 g/cm<sup>3</sup> olarak verilmiştir. Analizler sonucunda elde edilen değerler ile ürün sertifikalarındaki değerlerin birbirlerine yakın olması yöntemin ve cihazın güvenilir olduğunu göstermektedir. PEİ reçinesi ve karbon elyafının yoğunluklarının alüminyum yoğunluğundan (2,71 g/cm<sup>3</sup>) ve demirin yoğunluğundan (7,87 g/cm<sup>3</sup>) düşük olması, bu malzemeler ile üretilen kompozit malzemelerin

yoğunluklarının da alüminyum ve demirin yoğunluğundan düşük olacağını göstermektedir.

#### 4.2.2. Isıl İletkenlik Analizi Sonuçları

PEİ reçinesine ait ısıl iletkenlik katsayısı değerleri (deneysel ve ürünün sertifika değeri) Çizelge 4.2’de verilmiştir. İki değer birbirine yakın olması tayin yönteminin doğruluğunu göstermektedir.

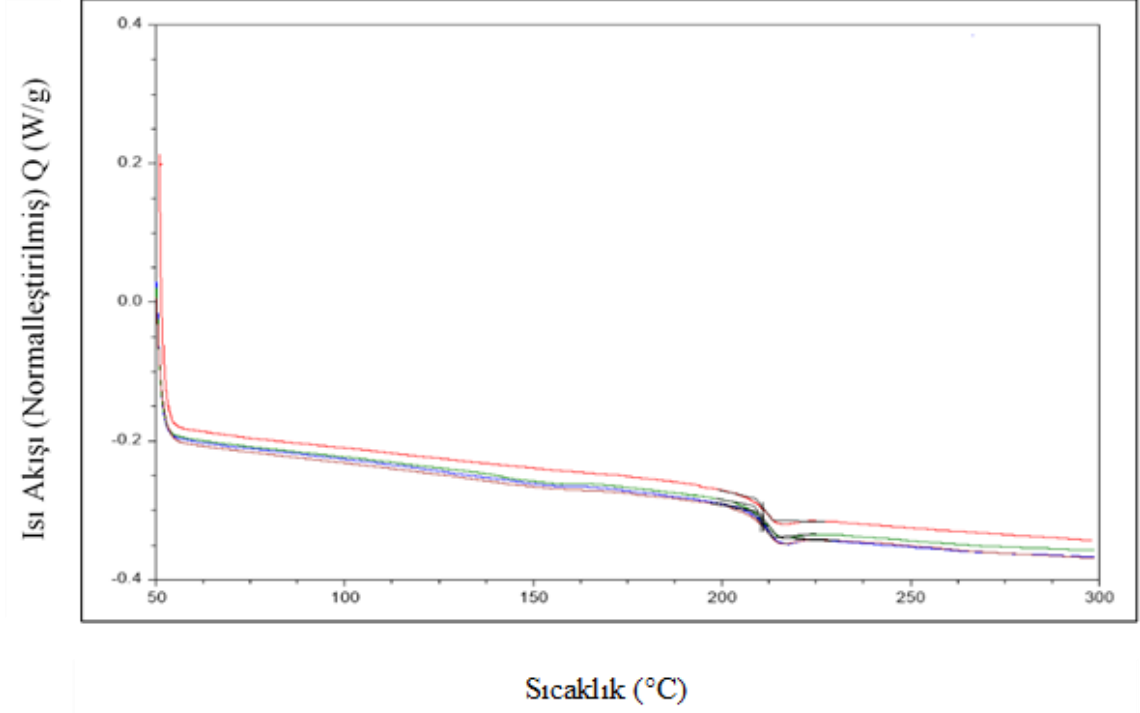
Çizelge 4.2. PEİ reçinesinin ısıl iletkenlik test sonuçları (n=3) ve analiz sertifika değeri.

PEİ reçinesi	Isıl İletkenlik Değeri (W/m.K)
Deneysel test sonuçları	0,23 ± 0,01
Analiz sertifika değeri	0,24

Karbon elyafların ısıl iletkenlik değerleri cihazın ölçüm yetersizliğinden dolayı belirlenememiştir. Kompozit malzemelerin ısıl iletkenlik değerlerinin reçine ve karbon elyaf miktarına göre nasıl değiştiği Bölüm 4.3.6’da tartışılmıştır.

#### 4.2.3. DSC Analizi Sonuçları

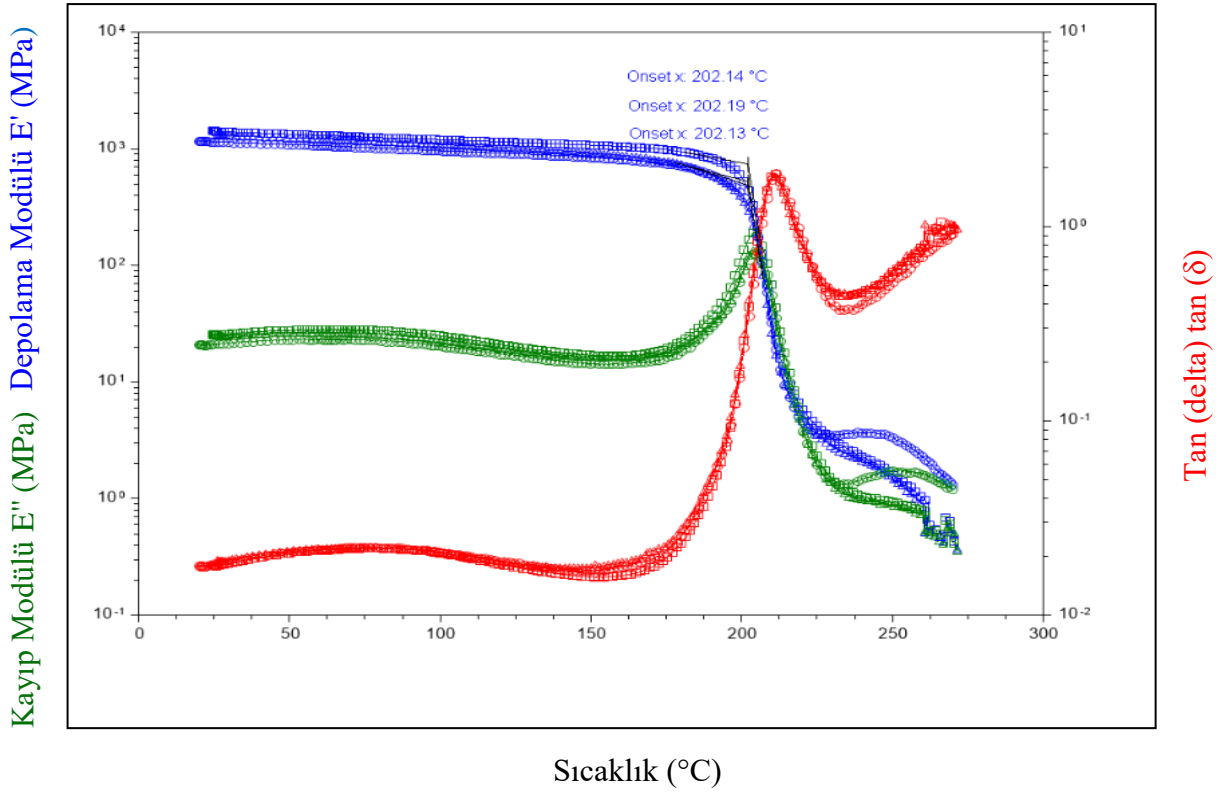
DSC cihazı ile PEİ reçinesinin camsı geçiş sıcaklığı belirlenmiştir. Dört ölçüm sonucuna göre PEİ reçinesinin Tg değeri  $210,76 \pm 0,31^{\circ}\text{C}$  olarak bulunmuştur. PEİ reçinesinin Tg değeri literatürde  $217^{\circ}\text{C}$  olarak verilmiştir [22]. Literatür ve test sonucu arasındaki yaklaşık  $6^{\circ}\text{C}$ ’lik sapmanın PEİ reçinesinin diklorometan içerisinde çözdürülerek plaka haline getirilmesinden kaynaklı olduğu düşünülmüştür. Bu nedenle PEİ reçinesinin granül haline de DSC analizi uygulanmıştır (n=2) ve granül PEİ reçinesinin Tg değeri  $215,10 \pm 0,45^{\circ}\text{C}$  olarak bulunmuştur. Granül PEİ reçinesinin Tg değeri ile literatürdeki PEİ reçinesinin Tg değerinin yakın olması yöntemin ve cihazın güvenilir olduğunu göstermektedir. PEİ plakalarına uygulanan DSC analizine ait termogramlar Şekil 4.1’de sunulmuştur.



Şekil 4.1. PEİ plakalarının DSC cihazından elde edilen termogramları (n=3).

#### 4.2.4. DMA Analizi Sonuçları

DMA cihazı ile PEİ reçinesinin viskoelastik özellikleri ve camsı geçiş sıcaklıkları bulunmuştur. Şekil 4.2’de DMA cihazından elde edilen termogramlar verilmiştir. Elde edilen bu termogramlar, PEİ reçinesinin mekanik tepkisinin sıcaklık arttıkça üç farklı faz gösterdiğini sergilemiştir. Birinci faz, depolama modülünün sabit kaldığı camsı bölge olarak adlandırılır. PEİ reçinesinin camsı bölgesinin 0-202°C aralığında olduğu belirlenmiştir. İkinci faz, depolama modülünün belirgin şekilde düşmeye başladığı camsı geçiş bölgesidir. Bu bölgede malzemenin ikincil bağlarının çoğu kırılır. PEİ reçinesi için bu bölgenin 202-220°C sıcaklık aralığında olduğu tespit edilmiştir. Üçüncü faz, depolama modülünün en düşük seviyeye ulaştığı ve bu seviyede sabit kaldığı kauçuk bölgesidir. PEİ reçinesi için bu bölgenin 220°C’nin üzerindeki sıcaklıklarda olduğu görülmüştür.



Şekil 4.2. PEİ plakalarının DMA cihazından elde edilen termogramları (n=3).

Şekil 4.2’de mavi eğri depolama modül değerlerini, yeşil eğri kayıp modül değerlerini ve kırmızı eğri Tan (delta) değerlerini göstermektedir.

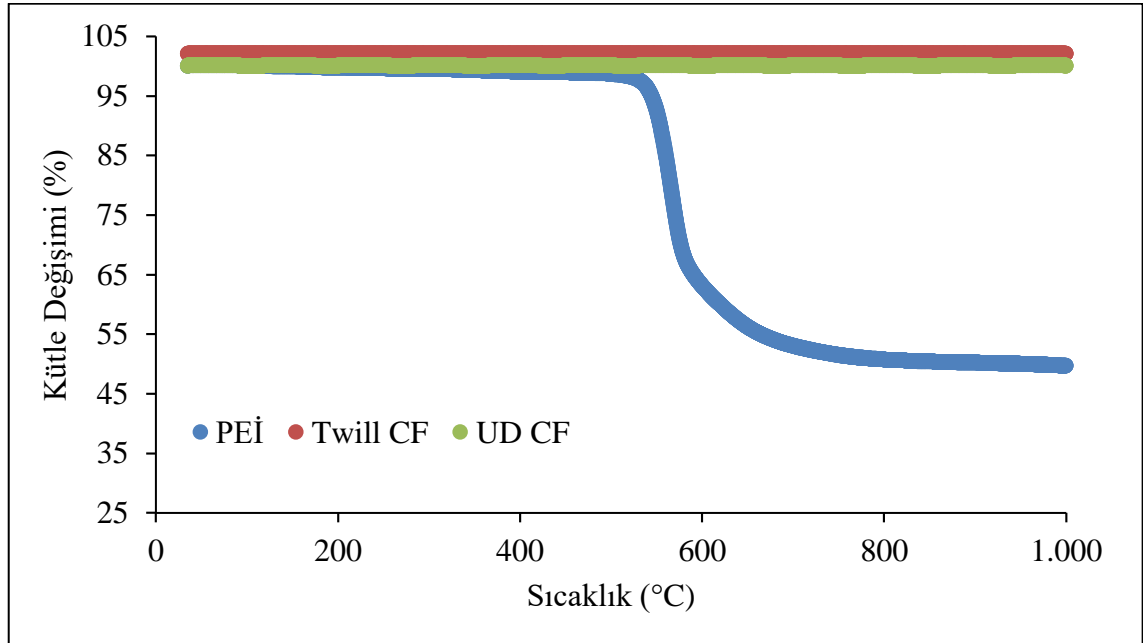
Camsı bölgeden kauçuğumsu bölgeye geçiş sıcaklığı malzemenin Tg değerini verir. Tg değerini DMA cihazında tanımlamak için iki yaygın yöntem vardır. Birinci yöntemde, depolama modülü eğrisinin iki teğet çizgisinin kesişim noktasındaki sıcaklık değeri, depolama modülünün bozulmaya başlama sıcaklığını yani malzemenin TgE' değerini verir. İkinci yöntemde ise kayıp modülü ve tan (δ)’nın tepe noktalarındaki sıcaklık değerleri malzemenin sırası ile TgE'' ve Tgtan(δ) değerlerini verirler. Şekil 4.2’deki termogramlara göre PEİ’in TgE' değeri  $202,15 \pm 0,03^{\circ}\text{C}$ , TgE'' değeri  $204,33 \pm 0,39^{\circ}\text{C}$  ve Tgtan(δ) değeri  $211,00 \pm 0,29^{\circ}\text{C}$  olarak hesaplanmıştır. Bu sıcaklık değerlerindeki viskoelastik özelliklere ait değerler Çizelge 4.3’te gösterilmiştir.

Çizelge 4.3. PEİ reçinesinin DMA cihazı ile elde edilen viskoelastik özellikleri (n=3).

Sıcaklık değerleri	Viskoelastik özellikler
TgE' (202,15 ± 0,03°C)	E'= 761,62 ± 131,06 MPa
25,00°C	E'=1295,11 ± 132,88 MPa
TgE'' (204,33 ± 0,39°C)	E''=152,26 ± 32,27 MPa
Tgtan(δ) (211,00 ± 0,29°C)	Tan(δ)=1,86 ± 0,02

#### 4.2.5. TGA Analizi Sonuçları

TGA cihazı ile PEİ reçinesi, Twill ve UD karbon elyaflar 1000°C'ye kadar azot atmosferi altında 10°C/dk tarama hızı ile ısıtılmıştır. Elde edilen TGA termogramlarına göre karbon elyaflar 1000°C'ye kadar kütle kaybetmemiştir (Şekil 4.3). Bu durum, karbon elyafların 1000°C'ye kadar yapılarının bozulmadığını, termal kararlılıklarının çok yüksek olduğunu göstermektedir. PEİ reçinesinin ise 1000°C'de toplam kütlelerinin yaklaşık %50'sini kaybettiği görülmüştür (Şekil 4.3).



Şekil 4.3. PEİ reçinesine, Twill ve UD karbon elyaflara ait TGA grafiği (10°C/dk tarama hızı ile).

TGA cihazından elde edilen kütle değişim eğrisinin iki teğet çizgisinin kesişim noktasındaki sıcaklık değeri, malzemenin bozulmaya başlama sıcaklığını verir. PEİ



reçinesi için bu değer azot atmosferi altında, 10°C/dk tarama hızında 541,71°C olarak bulunmuştur (Şekil 4.3). Perng PEİ reçinesinin termal bozulma davranışını incelemiş ve PEİ reçinesinin iki aşamada piroliz olduğunu göstermiştir [63]. Perng, bozulmanın ilk aşamasında (540°C civarları) CO<sub>2</sub> ve fenol, benzen ve anilin gibi diğer baskın pirolizatların oluştuğunu, ikinci aşamasında (560°C üzeri) ise kısmen karbonize olmuş yapı ve imid gruplarının pirolize uğrayarak benzen, benzonitril ve CO<sub>2</sub> oluşturduğunu söylemiştir [63]. Bu tez çalışmasında PEİ reçinesinin ilk bozulma kısmı (541,71°C) dikkate alınmıştır. Bu değer, PEİ reçinesinin termal kararlılığının çok yüksek olduğunu ve 500°C'ye kadar yapısı bozulmadan kullanılabileceğini göstermektedir. Yangın durumunda, malzemenin yüksek sıcaklığa kadar dayanabilmesi, PEİ reçinesinin havacılık sektöründe tercih edilmesinin sebeplerinden biridir.

Bu çalışmada, kompozit yapıyı oluşturan malzemelerden ilk olarak reçine bozulduğu için kompozit malzemenin termal ömrünü reçine belirlemektedir. Bu nedenle, PEİ reçinesi için termal yaşlanma çalışması yapılmıştır. PEİ reçinesi TGA cihazı ile azot ortamında, farklı tarama hızları ile 1000°C'ye kadar ısıtılmıştır. Aktivasyon enerjileri (E<sub>a</sub>) ve pre-eksponansiyel faktör değerleri Flynn–Wall–Ozawa (FWO) yöntemine göre hesaplanmıştır. Termal reaksiyon hızı, dönüşümün derecesine, sıcaklığa ve süreye bağlıdır [64].

$$\text{Dönüşümün derecesi } (\alpha) = (m_i - m) / (m_i - m_f) \quad (\text{Eşitlik 4.1})$$

Burada m gerçek kütle, m<sub>i</sub>; ilk kütle ve m<sub>f</sub>; son küttedir.

Reaksiyon hızı, dönüşümün bir fonksiyonudur ve deneysel veriler ile hesaplanır. Eşitlik 4.2, α'nın sıcaklığa bağımlılık denklemdir.

$$d\alpha/dt = k(T)f(\alpha) \quad (\text{Eşitlik 4.2})$$

Burada k(T); hız sabiti ve f(α); reaksiyon modelidir.

Reaksiyon mekanizmasına bağlı olarak, reaksiyon modeli çeşitli biçimlerde olabilir. Reaksiyon hız sabitinin sıcaklık ile ilişkisi Arrhenius modeline göre Eşitlik 4.3'teki gibi ifade edilmektedir.

$$k(T) = A \exp (-E_a/RT) \quad (\text{Eşitlik 4.3})$$

Burada T; sıcaklık, R; ideal gaz sabiti, A; pre-eksponansiyel faktör ve E<sub>a</sub>; aktivasyon enerjisidir.

Eşitlik 4.2 ve 4.3'ün ilişkilendirilmesi ile Eşitlik 4.4 elde edilir.

$$d\alpha/dt = A \exp(-E_a/RT)f(\alpha) \quad (\text{Eşitlik 4.4})$$

Numunelerin bir ısıtma hızına ( $\beta$ ) tabi tutulduğu izotermal olmayan koşullar altında,

$\beta = dT/dt$  ifadesi ile zamana bağımlılık Eşitlik 4.5'teki gibi ortadan kaldırılabilir.

$$d\alpha/dt = (A/\beta) \exp(-E_a/RT)f(\alpha) \quad (\text{Eşitlik 4.5})$$

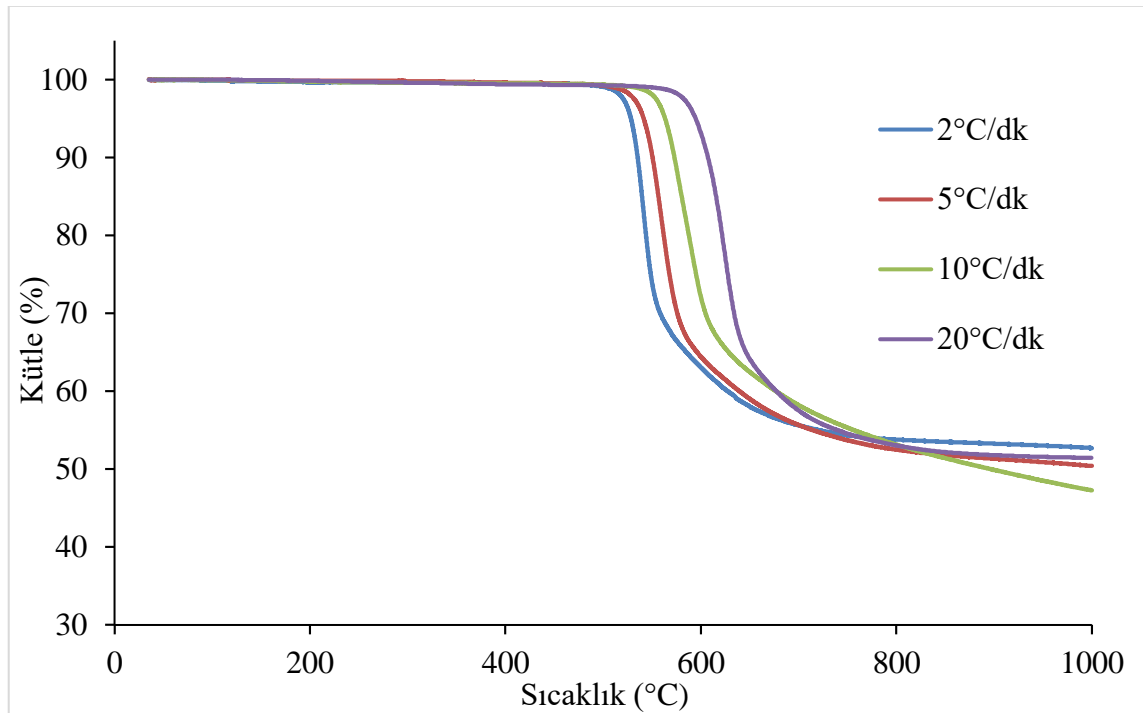
FWO yöntemine dayanan termal bozunma kinetiği, en az üç farklı ısıtma hızı gerektirir [65].  $\alpha = E_a/RT$  olarak düşünüldüğünde Eşitlik 4.5, Eşitlik 4.6 gibi yazılabilir.

$$\ln \beta = \frac{\ln(AE_a)}{f(\alpha)R} + \ln f(\alpha) \quad (\text{Eşitlik 4.6})$$

FWO yöntemi, Doyle'un sıcaklık integraline yaklaşımını kullanır. Bu nedenle, birkaç ısıtma hızında kaydedilen TGA eğrilerinden elde edilen  $\ln \beta$  ya karşılık  $(1/T)$  grafiğinin eğimi aktivasyon enerjisinin hesaplanmasına izin veren düz bir doğru oluşturur.

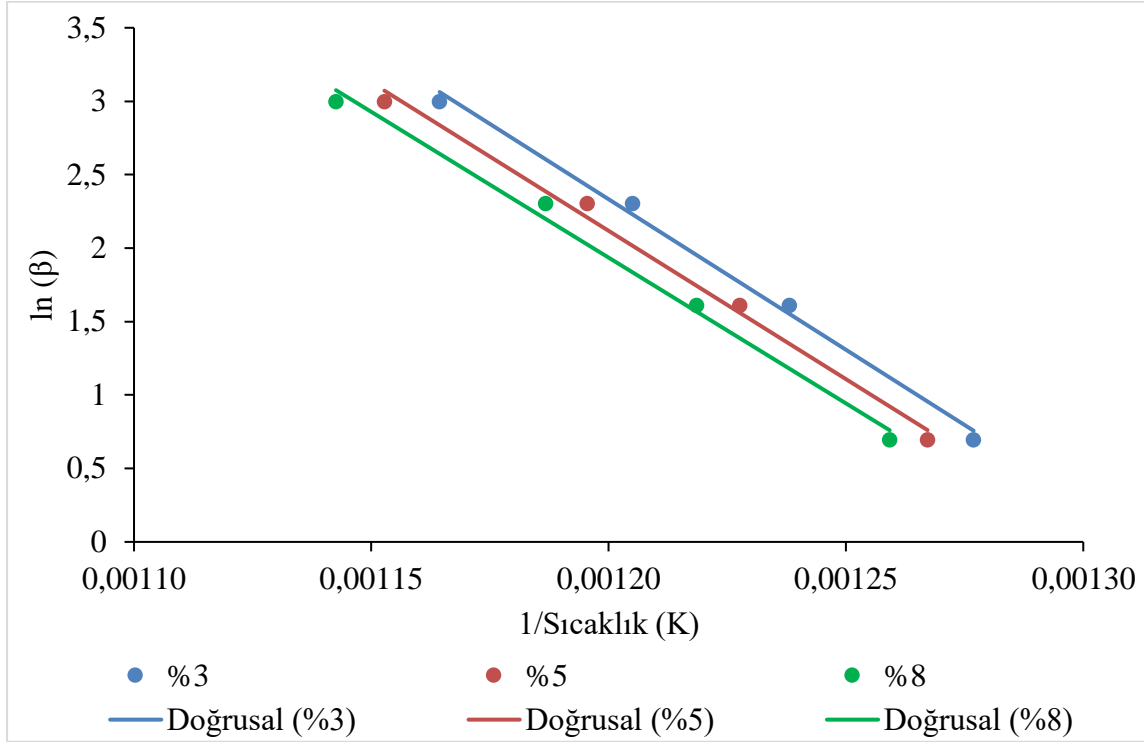
$$E_a = \frac{-R}{0,457} \times \frac{d \log(\beta)}{d \left(\frac{1}{T}\right)} \quad (\text{Eşitlik 4.7})$$

PEİ reçinesinden alınan numuneler  $N_2$  atmosferi altında, 2, 5, 10 ve  $20^\circ\text{C}/\text{dk}$  tarama hızları ( $\beta$ ) ile  $35\text{-}1000^\circ\text{C}$  sıcaklık aralığında TGA cihazı ile test edilmiştir. Elde edilen termogramlar Şekil 4.4'te gösterilmiştir.



Şekil 4.4. PEİ reçinesine ait  $2^\circ\text{C}/\text{dk}$ ,  $5^\circ\text{C}/\text{dk}$ ,  $10^\circ\text{C}/\text{dk}$  ve  $20^\circ\text{C}/\text{dk}$  tarama hızları ile elde edilen TGA grafikleri.

Her tarama hızında ( $\beta$ ) %3; %5 ve %8 dönüşümün olduğu sıcaklıklar belirlenerek  $\ln \beta$ 'ya karşılık ( $1/T$ ) grafikleri çizilmiştir (Şekil 4.5). Yüzde dönüşüm malzemenin yüzde kütle kaybını ifade etmektedir.



Şekil 4.5.  $1/T$  değerinin %3; %5 ve %8 dönüşüm değerleri için  $\ln \beta$ 'ya bağlı değişimi.

Şekil 4.5 incelendiğinde, farklı dönüşümler için  $\ln \beta$  ya karşılık ( $1/T$ ) grafiklerinin birbirine paralel ve doğrusal düz çizgiler şeklinde olduğu görülmektedir. Bu durum FWO modelini doğrulamaktadır.

Aktivasyon enerjisi ( $E_a$ ) farklı dönüşümlerde,  $(d \ln \beta) / [d(1/T)]$  grafiğinin eğiminden FWO metoduna göre (Eşitlik 4.7) hesaplanmıştır. İdeal gaz sabiti ( $R$ ) = 8.314 J/mol.K olarak alınmıştır. Hesaplama Perkin Elmer cihazının kinetik yazılımı ile yapılmıştır. Hesaplama sonucu elde edilen aktivasyon enerjisi ve pre-eksponansiyel faktör değerleri Çizelge 4.4'te gösterilmiştir. Aktivasyon enerjisi değerlerinin birbirine yakınlığı, yöntemin güvenilir olduğunu göstermektedir.

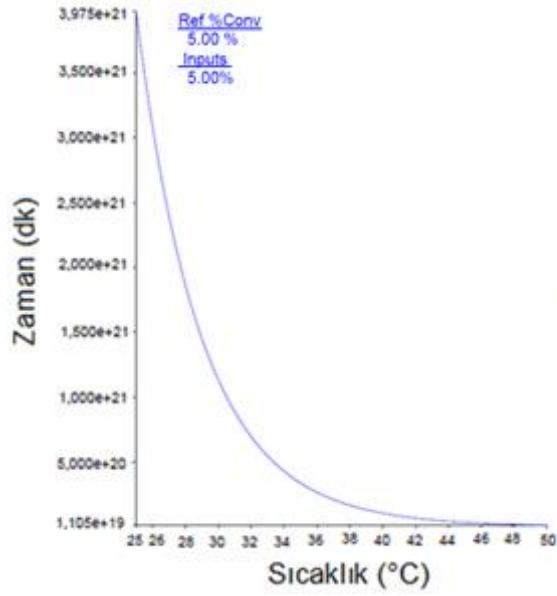
Çizelge 4.4. PEİ reçinesinin TGA cihazı ile elde edilen kinetik parametreleri.

Dönüşüm (%)	Aktivasyon Enerjisi (Ea) (kJ/mol)	lnA (1/s)
3	196,80	20,39
5	188,59	19,28
8	184,70	18,92

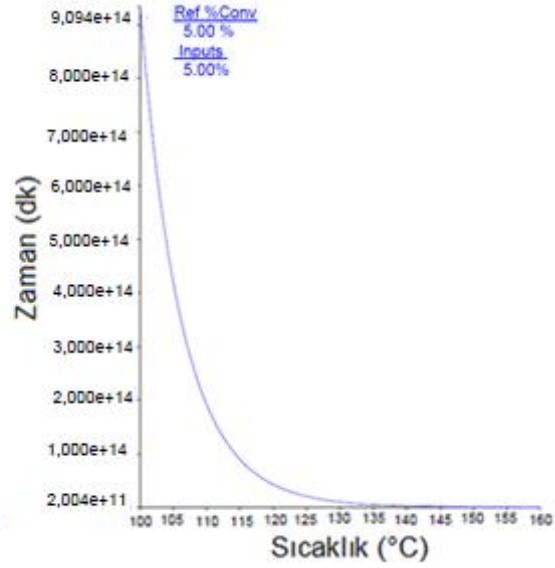
Çizelge 4.4'e bakıldığında, en yüksek aktivasyon enerjisi %3 dönüşümde görülmüştür. PEİ reçinesinin, polimer zincirinin birincil bağlarını kırmak için gereken enerji %3 dönüşümden sonra kademeli olarak azalmıştır. Bu durum PEİ reçinesinin bozunma bariyerinin %3 dönüşüm olduğunu göstermektedir.

Pre-eksponansiyel faktör, moleküller arasındaki çarpışma sıklığını ifade etmekte olup, termal bozulma için kimyasal grupların mevcut olduğunu göstermektedir [64]. A değeri de Ea değeri ile benzer bir davranış sergilemiştir ve en yüksek değeri %3 dönüşümde görülmüştür. Bu durum bozulmanın başlangıcında, polimer zincirinin ayrışması ve yayılması için daha çok kimyasal grubun olduğunu göstermektedir.

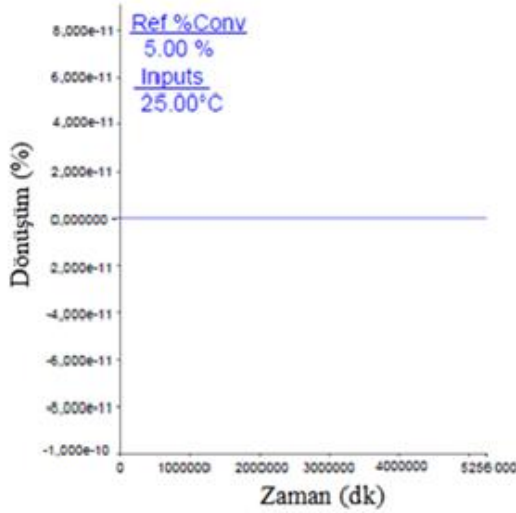
Hesaplanan kinetik değerler ile Perkin Elmer cihazının kinetik yazılımı kullanılarak servis ömrüne karşı sıcaklık grafiği çizdirilmiştir. Servis ömrü tahmini, hizmet altındaki malzemelerin erken arızalanmasını önlemek için değerli bir yaklaşımdır. Bu tez çalışmasında PEİ reçinesinin 25-50°C aralığında ve 100-160°C aralığında %5 dönüşümü için servis ömrü hesaplanmıştır (Şekil 4.6. (a) ve Şekil 4.6. (b)).



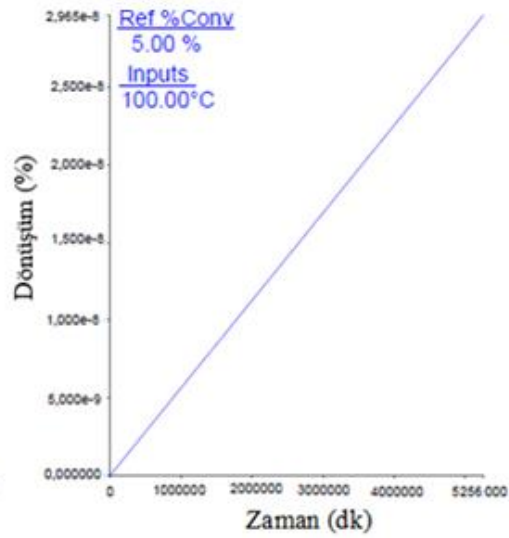
(a)



(b)



(c)



(d)

Şekil 4.6. PEİ reçinesinin termal yaşlanma sonuçları: (a) PEİ reçinesinin 25°C–50°C arasındaki servis ömrü, (b) PEİ reçinesinin 100°C–160°C arasındaki servis ömrü, (c) PEİ reçinesinin 25°C izotermal sıcaklıkta 10 yıl için yüzde dönüşüm grafiği, (d) PEİ reçinesinin 100°C izotermal sıcaklıkta 10 yıl için yüzde dönüşüm grafiği.

PEİ reçinesi yüksek sıcaklık termoplastiğidir. Bu yüzden yüksek sıcaklıklardaki servis ömrü de incelenmiştir. Şekil 4.6. (a)'ya göre, PEİ reçinesinin 25°C'deki izotermal koşulda bekletilerek %5 bozunması için gereken süre  $3,975 \times 10^{21}$  dakikadır ( $7,798 \times 10^{15}$  yıldır). PEİ reçinesinin 100°C'de ve 160°C'de sabit tutulduğunda %5 dönüşebilmesi için

gerekli süreler ise sırası ile,  $9,094 \times 10^{14}$  dakika ( $1,784 \times 10^9$  yıl) ve  $2,004 \times 10^{11}$  dakika ( $3,931 \times 10^5$  yıl) olarak belirlenmiştir (Şekil 4.6. (b)).

Yukarıda verilen bilgilere ek olarak PEİ reçinesinin  $25^\circ\text{C}$  izotermal sıcaklıkta 10 yıl sonra kütle kaybetmediği (Şekil 4.6. (c)),  $100^\circ\text{C}$  izotermal sıcaklıkta ise 10 yıl sonra  $\%2,965 \times 10^{-8}$  kütle kaybettiği belirlenmiştir (Şekil 4.6. (d)).

Elde edilen servis ömrü süreleri malzemenin kinetik olarak yaşlanmasının çok az olduğunu, yüksek sıcaklıklarda bile uzun yıllar boyunca kullanılabileceğini göstermektedir. Batista ve arkadaşlarının ‘Poli(eter imid) / karbon fiber kompozitlerin termal bozulma ve servis ömrü tahmini’ konulu çalışmalarında PEİ/CF dolgululu kompozitlerin oda sıcaklığında tutulduğunda ömürlerini  $5,3 \times 10^{17}$  yıl korudukları,  $80^\circ\text{C}$ ’de tutulduklarında ise  $1,3 \times 10^{12}$  yıl korudukları bulunmuştur [64]. Literatürdeki veriler de PEİ reçinesinin termal bozulmasının neredeyse mümkün olmadığını göstermektedir.

### **4.3. Dört Farklı Kompozit Malzemenin Üretimi ve Karakterizasyonu**

Tez çalışması kapsamında PEİ reçinesi, UD ve Twill karbon elyaflarla ağırlıkça %40 ve %60 oranında birleştirilerek dört farklı bileşimde kompozit malzeme elde edilmiştir. Elde edilen kompozit malzemelerin termal ve mekanik karakterizasyonları TG/DTA, DSC, DMA, çekme testi, yoğunluk ölçümü ve ısı iletkenlik ölçümü ile yapılmıştır. Karakterizasyon çalışmalarından elde edilen sonuçlar aşağıda tartışılmıştır.

#### **4.3.1. TG/DTA Analizi Sonuçları**

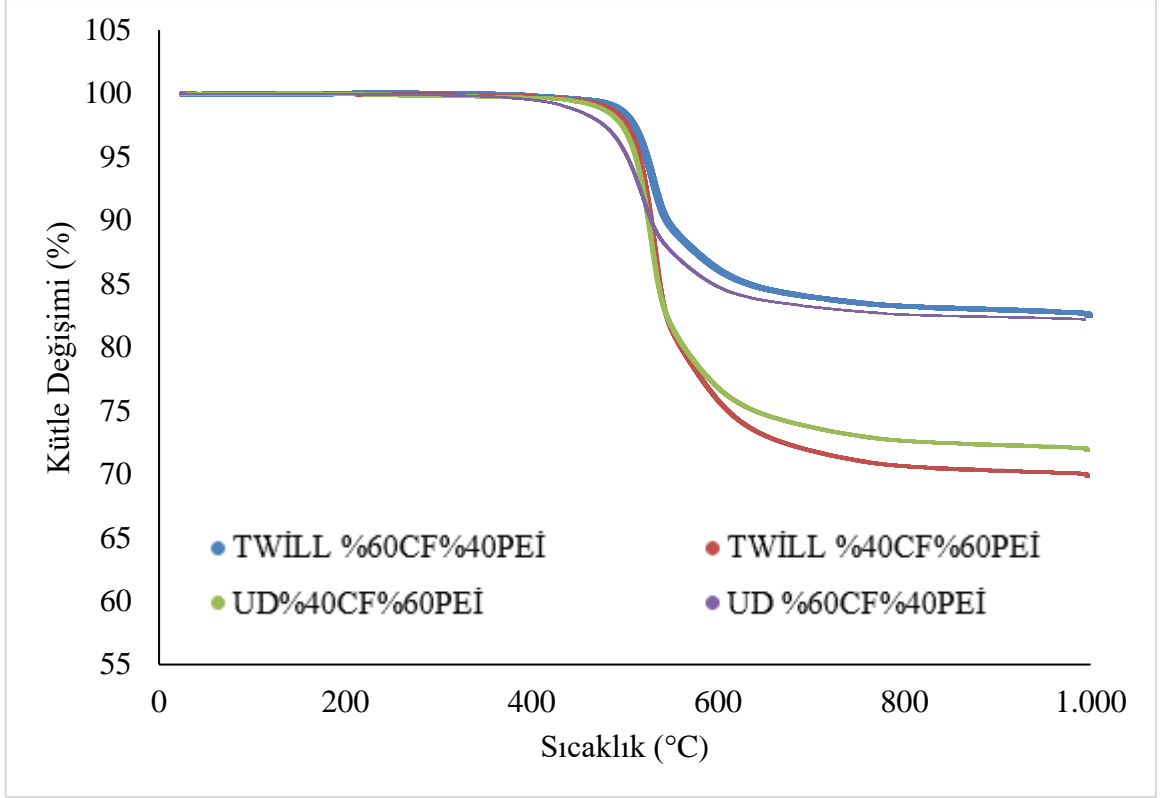
TG/DTA cihazı ile kompozit malzemelerin bileşen miktarları ve termal kararlılıkları belirlenmiştir. Analizler azot atmosferinde,  $10^\circ\text{C}/\text{dk}$  tarama hızı ile gerçekleştirilmiştir. Kompozitlerin ağırlıkça % bileşen miktarları, TG/DTA cihazında malzemelerin  $1000^\circ\text{C}$ ’deki kütle kayıplarından hesaplanmıştır. Aynı koşullar altında,  $1000^\circ\text{C}$ ’de PEİ reçinesinin %50 oranında kütle kaybettiği, karbon elyafların ise kütle kaybetmediği “4.2.5. TGA Analiz Sonuçları” bölümünde belirtilmiştir. Bu sebeple, kompozit malzemelerin  $1000^\circ\text{C}$ ’deki kütle kaybının, kompozit malzemelerin yapısını oluşturan reçinenin kütlesinin yarısı olduğu sonucuna varılmıştır. Bu bilgiler doğrultusunda, dört kompozit malzeme için hesaplamalar yapılmış ve kompozitlerin ağırlıkça % bileşen içerikleri (elyaf/reçine oranları) Çizelge 4.5’te sunulmuştur ( $n=3$ ). Kompozit malzemelerin elyaf/reçine oranları ayrıca gravimetrik yöntemle de doğrulanmıştır. Gravimetrik yöntemde, kompozit yapılar içerisine konulan kumaşların (elyaf) ağırlıkları

kayıt altına alınmıştır (Çizelge 3.1) ve son üründe bu kumaşlardan kayıp olmadığı bilinmektedir. Son ürünlerin çapakları (taşan reçineler) temizlendikten sonraki ağırlıkları tartılmıştır. Bu veriler ile elyaf/reçine oranları hesaplanmış ve TGA cihazından elde edilen veriler ile uyumlu olduğu görülmüştür (Çizelge 4.5). Üretim sırasında reçinedeki kayıplardan dolayı, planlanan reçine oranlarından daha az oranda reçine içeren kompozitler elde edilmiştir.

Çizelge 4.5. Kompozit malzemelerin elyaf/reçine oranları (n=3).

Kompozitler	Yöntem	% CF Oranı	% PEİ Oranı
UD%60PEİ%40CF	Gravimetrik	44,0	56,0
	TGA	45,0 ± 1,2	55,0 ± 1,2
UD%40PEİ%60CF	Gravimetrik	64,0	36,0
	TGA	64,0 ± 0,8	36,0 ± 0,8
TWİLL%60PEİ%40CF	Gravimetrik	42,7	57,3
	TGA	42,2 ± 2,1	57,8 ± 2,1
TWİLL%40PEİ%60CF	Gravimetrik	62,4	37,6
	TGA	63,4 ± 2,0	36,6 ± 2,0

TG/DTA cihazı ile kompozit malzemelerin termal olarak kararlı olduğu sıcaklık aralığı da belirlenmiştir (Şekil 4.7). Elde edilen TG / DTA termogramları, kompozit yapıların 500°C'ye kadar yapısının bozulmadığını göstermektedir. Bu termogramlar, kompozit malzemelerin termal ömürlerinin PEİ reçinesinin ömrüne bağlı olduğunu desteklemektedirler (Bölüm 4.2.5).

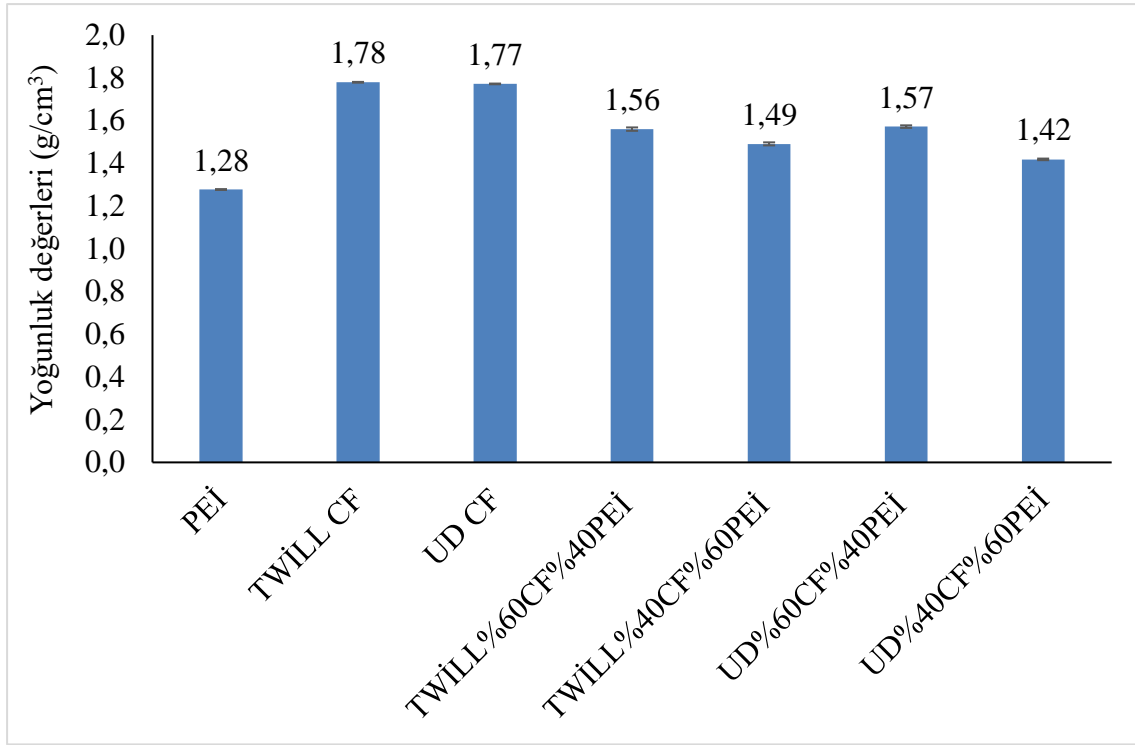


Şekil 4.7. Kompozit malzemelerin TG / DTA grafikleri (10°C/dk tarama hızı ile).

#### 4.3.2. Yoğunluk Ölçümü Sonuçları

Üretilen kompozit malzemelerin yoğunlukları gaz piknometresi ile ölçülmüştür. Sonuçlar Şekil 4.8’de sütun grafikler halinde sunulmuştur. Kompozit malzemelerin yoğunluk değerleri kendini oluşturan bileşenlerinin yoğunluk değerleri arasında olmalıdırlar. Veriler incelendiğinde tüm kompozit malzemelerin yoğunluk değerlerinin, PEİ reçinesinin ve karbon elyafların yoğunluk değerleri arasında olduğu görülmüştür. Bu yüzden elde edilen sonuçlar beklentileri karşılamaktadır.





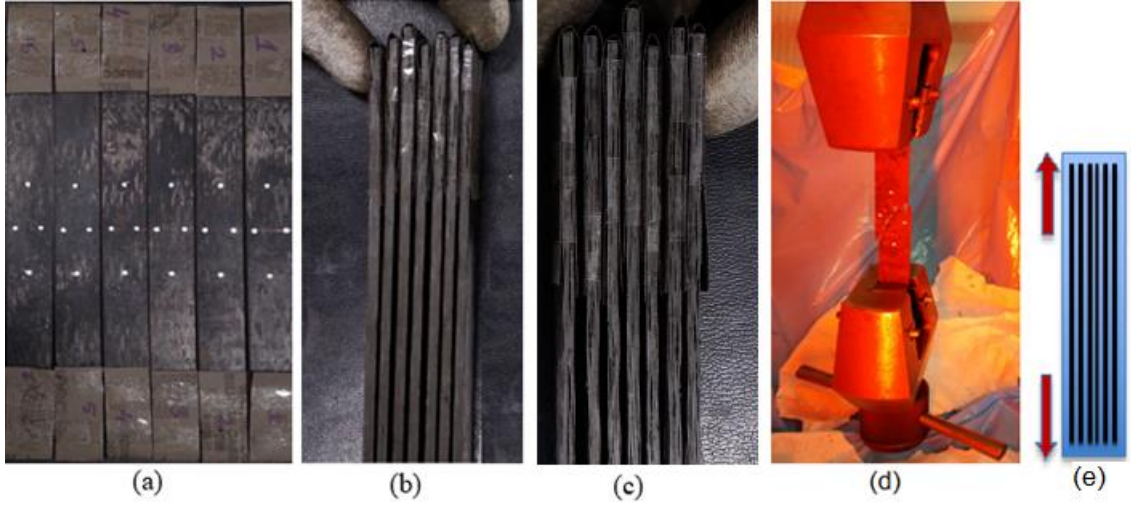
Şekil 4.8. Kompozit malzemelerin, reçinenin ve karbon elyafların yoğunluk değerleri (n=3).

Bijwe ve arkadaşları ‘Karbon kumaş takviyeli polieterimid kompozitler: Mukavemet ve yapışkan aşınma performansının en iyi kombinasyonu için kumaş içeriğinin optimizasyonu’ adlı çalışmalarında PEİ reçinesinin yoğunluğunu  $1,27 \text{ g/cm}^3$  olarak belirlemişlerdir [66]. Ayrıca ağırlıkça %90, %80, %72, %65 ve %50 karbon elyaf içeren kompozitlerin yoğunluklarını sırası ile, 1,59, 1,58, 1,57, 1,55 ve  $1,49 \text{ g/cm}^3$  olarak bulmuşlardır [66]. Bu tez çalışması kapsamında elde edilen yoğunluk sonuçları, Bijwe ve arkadaşının çalışması ile uyumludur. Üretilen kompozit malzemelerin yoğunluğu, alüminyumun yoğunluğundan ( $2,71 \text{ g/cm}^3$ ) yaklaşık 1,5 kat, demirin yoğunluğundan ( $7,87 \text{ g/cm}^3$ ) ise yaklaşık 5 kat daha düşüktür [59]. Üretilen kompozit malzemelerin yoğunluklarının bu kadar düşük olması malzemelerin hafifliğini ifade etmekte olup, kullanım alanlarının artmasını sağlamaktadır. Savunma, havacılık, uzay ve otomotiv gibi sektörlerde alüminyum ve çelik gibi yapıların kompozit malzemeler ile rahatlıkla yer değiştirmesinin nedenlerinin başında malzemelerin hafif olmasının getirdiği maliyet kazançları vardır.

#### 4.3.3. Çekme Testi Sonuçları

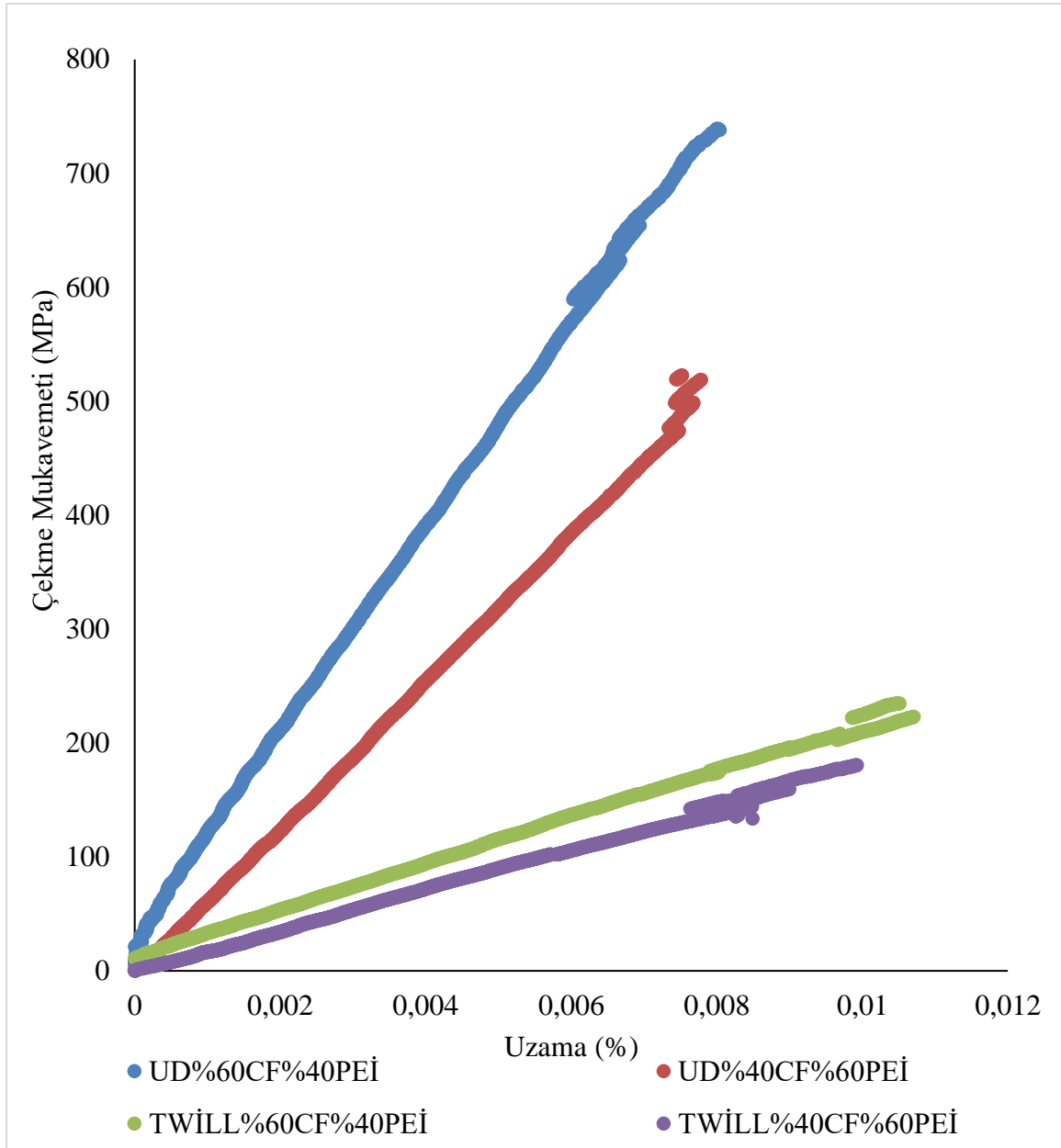
Sunulan tez çalışması kapsamında dört farklı kompozit malzeme üretilmiştir. Üretilen kompozit malzemelerde elyaf tipi ve reçine oranı değiştirilmiştir. 30x30 cm boyutlarında,

eşit ağırlıklı UD elyaflar (5 kat) ve Twill elyaflar (6 kat); ağırlıkça %60 ve %40 oranında olacak şekilde PEİ reçinesi ile birleştirilerek kompozit malzemeler elde edilmiştir. Bu iki değişkenin, kompozit malzemelerin mekanik özellikleri üzerindeki etkisini incelemek için çekme testi yapılmıştır. Çekme testi, ASTM D-3039 standardına göre gerçekleştirilmiştir. Standartta göre hazırlanan çekme testi numuneleri Şekil 4.9'da gösterilmiştir.



Şekil 4.9. (a) 250 mm uzunluğunda, 25 mm genişliğinde, 2-3 mm kalınlığındaki çekme testi numuneleri; (b) UD CF dolgulu kompozit malzemelerin yandan görünüşü; (c) Twill CF dolgulu kompozit malzemelerin yandan görünüşü; (d) Çekme testi sonrasında kopan numune; (e) Malzemelerin çekme testi yönü.

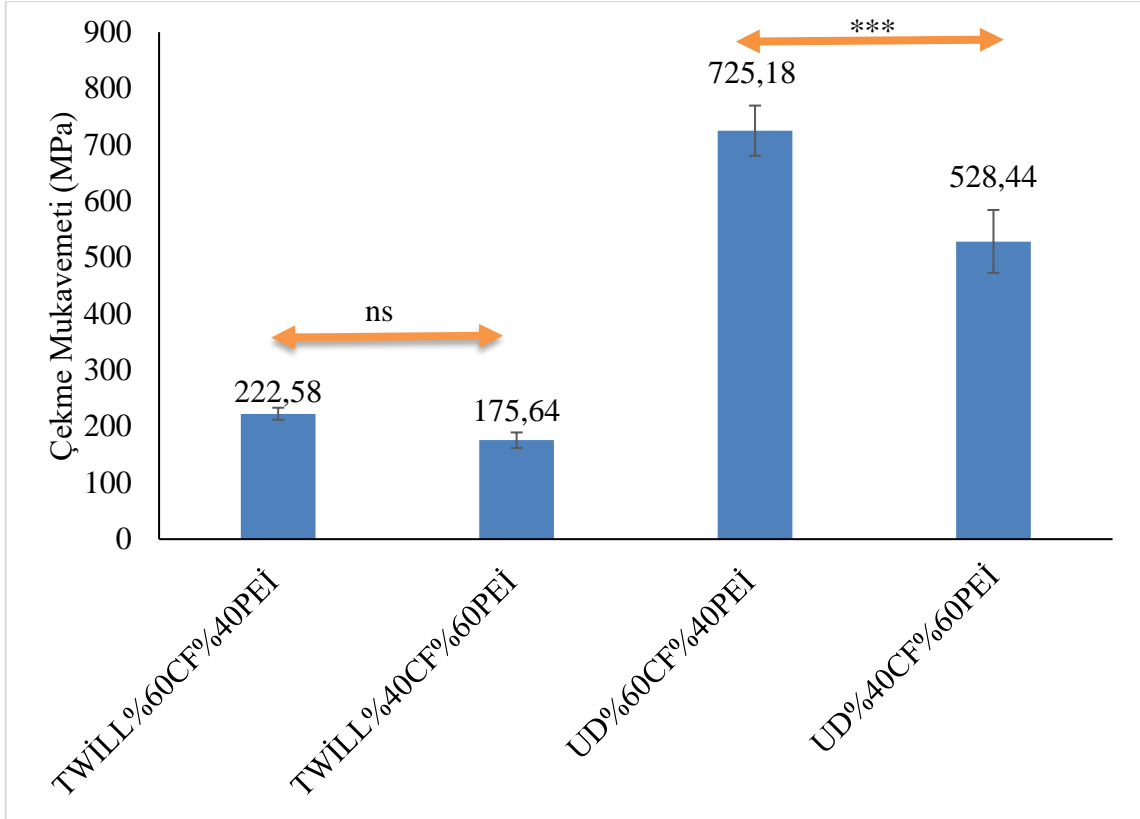
Çekme testi numunelerinin orta noktaları test öncesinde işaretlenmiştir (Şekil 4.9. (a)) Numuneler, uzun eksenli boyunca, tek eksenli olarak 2 mm/dk çekme hızı ile çekilerek deforme edilmiştir. Test sonrasında, numunelerin deforme olduğu kısımlar incelenmiş ve deformasyonun orta kısımlarda olduğu görülmüştür (Şekil 4.9. (d)). Bu durum, çekme testlerinden elde edilen sonuçların güvenilir olduğunu göstermektedir. Her bir kompozit malzemesinden 6 adet numuneye çekme testi yapılmıştır. Testlerden elde edilen sonuçların ortalaması alınarak 'Çekme mukavemeti (MPa)-Uzama (%)' eğrileri elde edilmiştir (Şekil 4.10).



Şekil 4.10. Tez kapsamında üretilen 4 kompozit malzemenin çekme testi sonuçları (n=6).

Çekme mukavemeti, bir malzemenin onu çekmeye meyilli bir kuvvete dayanma kabiliyeti olarak tanımlanır. Genellikle, malzeme parçalanmadan önce bu şekilde uygulanabilecek en büyük kuvvetin ölçüsü olarak ifade edilir [ 67 ]. Şekil 4.10 incelendiğinde, UD%60CF%40PEİ, UD%40CF%60PEİ, TWİLL%60CF%40PEİ ve TWİLL%40CF%60PEİ kompozit malzemelerinin maksimum yükteki çekme mukavemeti değerleri sırası ile, 725,18 MPa, 528,44 MPa, 222,58 MPa ve 175,4 MPa olarak bulunmuştur. Çekme testi her kompozit için 6 defa yapıldığı için elde edilen veriler, GraphPad Software InStat programı ile istatistiksel açıdan değerlendirilmiştir. İstatistiksel değerlendirme, %95 güven aralığında yapılmıştır. Dört kompozit malzemeye

ait sonuçlar kendi aralarında istatistiksel olarak karşılaştırılmış ve  $p$  değerinin 0,05'ten büyük olduğu durumlarda, sonuçlar arasında anlamlı fark olmadığı kabul edilmiştir. Kompozit malzemelerin çekme mukavemeti sonuçları, ortalama  $\pm$  standart sapma değerleri ve istatistiksel karşılaştırma sonuçları ile birlikte Şekil 4.11'de sütun grafik halinde sunulmuştur.

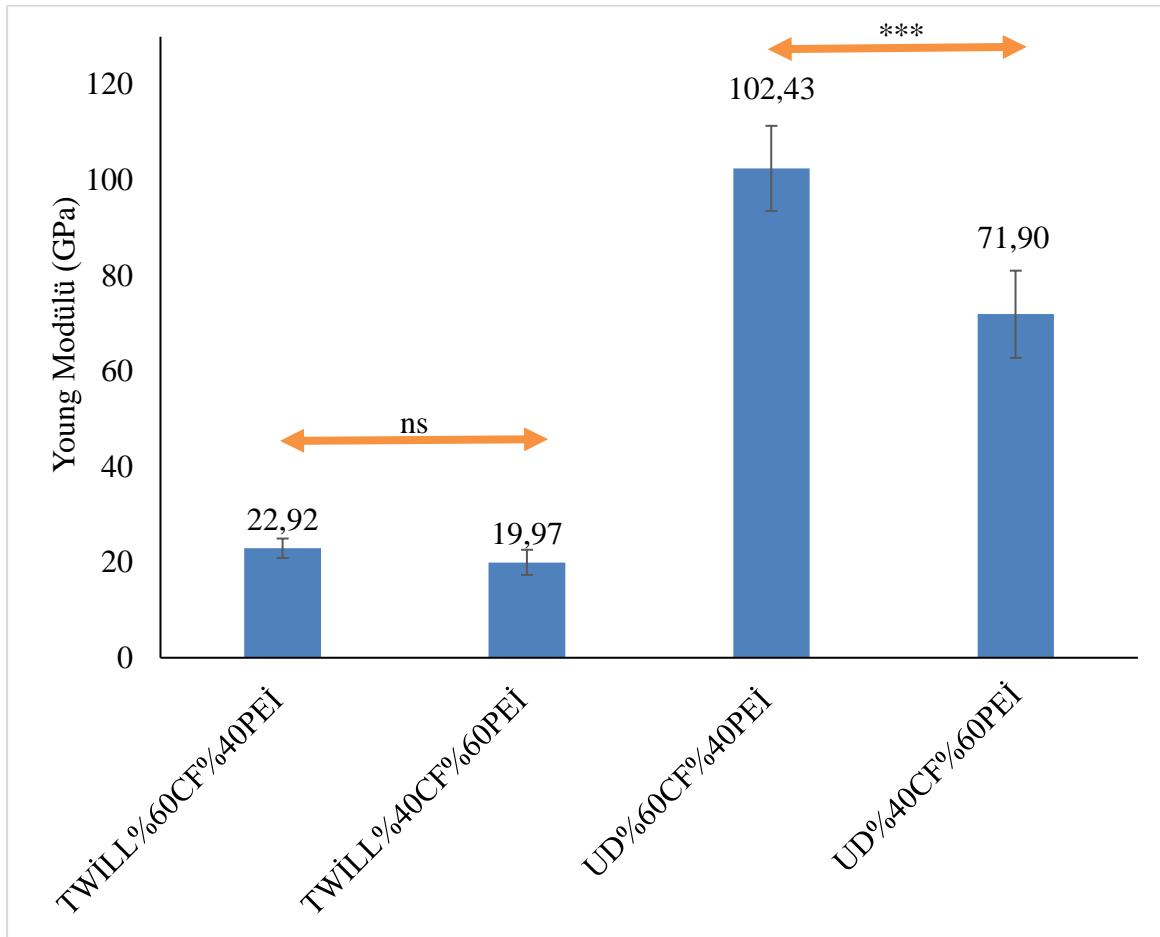


Şekil 4.11. Üretilen kompozit malzemelerin çekme mukavemeti değerleri (n=6). (İstatistiksel olarak anlamlı farklar: ns  $p \geq 0,05$ , \*  $p < 0,05$ , \*\*  $p < 0,01$ , \*\*\*  $p < 0,001$ ).

Şekil 4.11 incelendiğinde UD karbon elyaf içeren kompozitlerin çekme mukavemeti değerlerinin, Twill karbon elyaf içeren kompozitlere göre 3 kat daha yüksek olduğu görülmektedir. Bu durum UD karbon elyafların çekme yönündeki karbon elyaf yoğunluğunun daha fazla olmasından kaynaklanmaktadır. UD karbon elyaf dolgulu kompozitler, malzemenin tek yönlü mukavemet istendiği durumlarda, yüksek dayanımlarından dolayı tercih edilir. Twill karbon elyaf dolgulu kompozitler ise UD karbon elyaf dolgulu kompozitlerden daha düşük çekme mukavemetine sahip olmalarına rağmen, malzemenin her iki yönünde de aynı çekme mukavemetini gösterdikleri için malzemenin iki yönlü mukavemet istendiği durumlarda kullanılır.

Şekil 4.11 ayrıca, ağırlıkça reçine oranı düşük olan kompozit malzemelerin çekme mukavemetinin daha yüksek olduğunu göstermektedir. Kompozit malzemeler üretilirken karbon elyaf miktarları sabit tutulmuş olup (UD CF: 5 kat, Twill CF: 6 kat) sadece reçine miktarları değiştirilmiştir. UD karbon elyaf dolgulı kompozit malzemelerde reçine miktarı arttıkça çekme mukavemetinin %27 oranında azaldığı görülmüştür. Twill karbon elyaf dolgulı kompozit malzemelerde ise reçine miktarının artması malzemelerin çekme mukavemetinde istatistiksel olarak anlamlı fark yaratmamıştır.

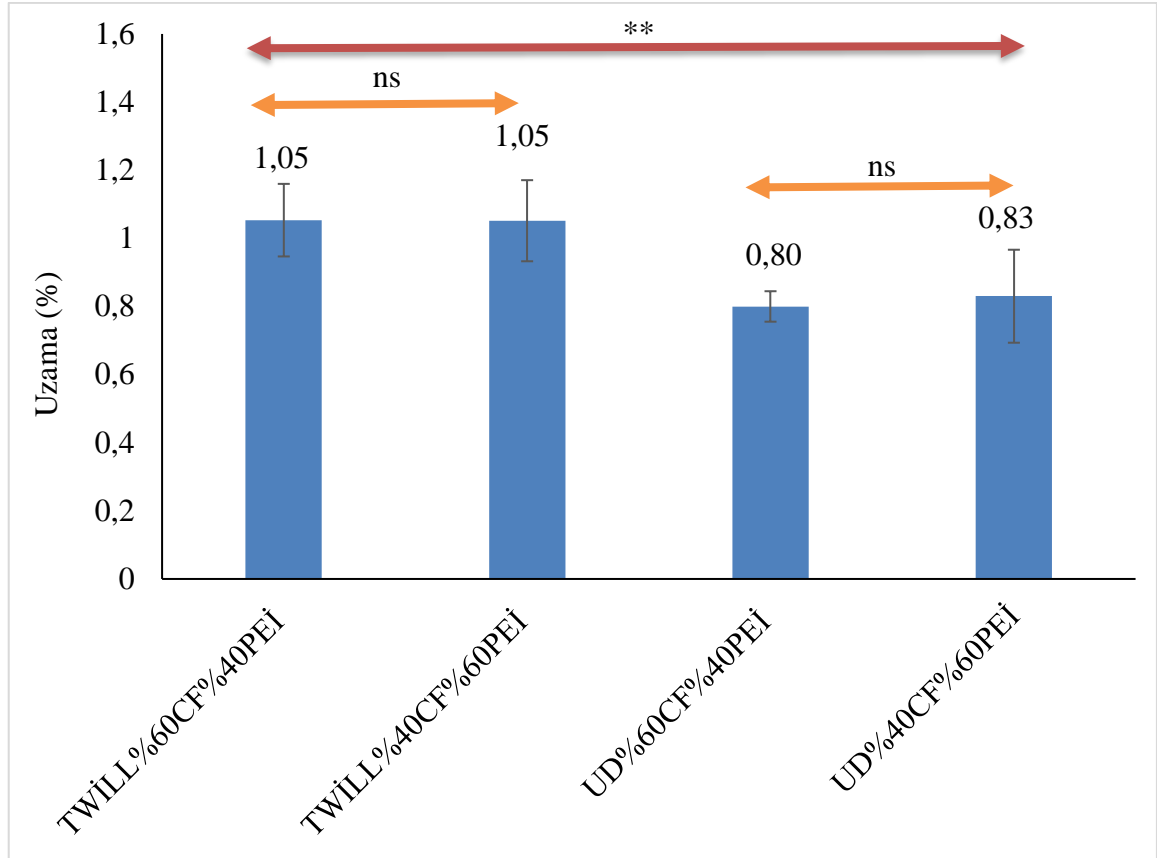
Young modülü, bir malzemenin sertliğini ifade eder. Young modülü yüksek olan malzemelerin sertliği de yüksektir [68]. Üretilen kompozit malzemelerin Young modülü değerleri karşılaştırıldığı zaman çekme mukavemeti sonuçları ile paralel sonuçların olduğu görülmektedir. UD%60CF%40PEİ, UD%40CF%60PEİ, TWİLL%60CF%40PEİ ve TWİLL%40CF%60PEİ kompozit malzemelerinin Young modülü değerleri sırası ile, 102,43 GPa, 71,90 GPa, 22,92 GPa ve 19,97 GPa olarak bulunmuştur (Şekil 4.12).



Şekil 4.12. Üretilen kompozit malzemelerin Young modülü değerleri (n=6). (İstatistiksel olarak anlamlı farklar: ns  $p \geq 0,05$ , \*  $p < 0,05$ , \*\*  $p < 0,01$ , \*\*\*  $p < 0,001$ ).

Kopma noktasında yüzde uzama değeri; kompozit malzemelerin kopma noktasındaki değişen uzunluklarının, ilk boylarına oranının yüz ile çarpılması ile elde edilir [69].

Kompozit malzemelerin çekme testi sonucunda elde edilen yüzde uzama oranları Şekil 4.13'te verilmiştir.



Şekil 4.13. Üretilen kompozit malzemelerin yüzde uzama değerleri (n=6). (İstatistiksel olarak anlamlı farklar: ns  $p \geq 0,05$ , \*  $p < 0,05$ , \*\*  $p < 0,01$ , \*\*\*  $p < 0,001$ ).

Şekil 4.13 incelendiği zaman, üretilen kompozit malzemelerin yüzde uzama oranlarının, Twill karbon elyaf dolgulu kompozitlerde daha yüksek olduğu görülmüştür. PEİ reçinesinin ise yüzde uzama üzerinde etkisinin olmadığı bulunmuştur. Malzemelerin uzama oranı çekildikleri yöndeki karbon elyaf yoğunluğuna bağlıdır ve karbon elyaf sayısının artması yüzde uzama miktarını azaltmaktadır. UD karbon elyafların çekme yönündeki yoğunlukları Twill karbon elyaflarından fazla olduğu için, UD karbon elyaf dolgulu kompozitlerin yüzde uzama değerleri daha düşüktür.

Bijwe ve arkadaşları 'Karbon kumaş takviyeli polieterimid kompozitlerin aşındırıcı aşınma performansı: Kumaş dizilimi ve içeriğin etkisi' adlı çalışmalarında karbon/elyaf oranı farklı olan 5 adet kompozit malzeme üretmişlerdir [70]. Üretilen kompozit

malzemelerin karbon elyaf oranları ağırlıkça sırası ile %90, %80, %72, %65 ve %50'dir. Bu kompozit malzemelerin mekanik özelliklerine çekme testi ile bakılmışlardır. Ağırlıkça %90, %80, %72, %65 ve %50 karbon elyaf içeren kompozit malzemelerin çekme mukavemeti değerlerini sırası ile 562, 691, 697, 535 ve 330 MPa, Young modülüs değerlerini ise 76, 85, 87, 73 ve 54 GPa olarak bulmuşlardır. Bijwe ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada, en iyi mekanik özellikleri ağırlıkça %72 karbon elyaf içeren kompozit malzeme taşımaktadır [ 70 ]. Bu tez çalışmasında ise en iyi mekanik özellikler UD%60CF%40PEİ kompozit malzemesine aittir ve bu kompozit malzeme ağırlıkça %64 karbon elyaf içermektedir. Bijwe ve arkadaşlarının elde ettiği en iyi sonuçlar, bu tez çalışmasında elde edilen en iyi sonuçlar ile Çizelge 4.6'da karşılaştırılmıştır.

Çizelge 4.6. UD%60CF%40PEİ kompozit malzemesinin çekme testi sonuçlarının literatür verileri ile karşılaştırılması.

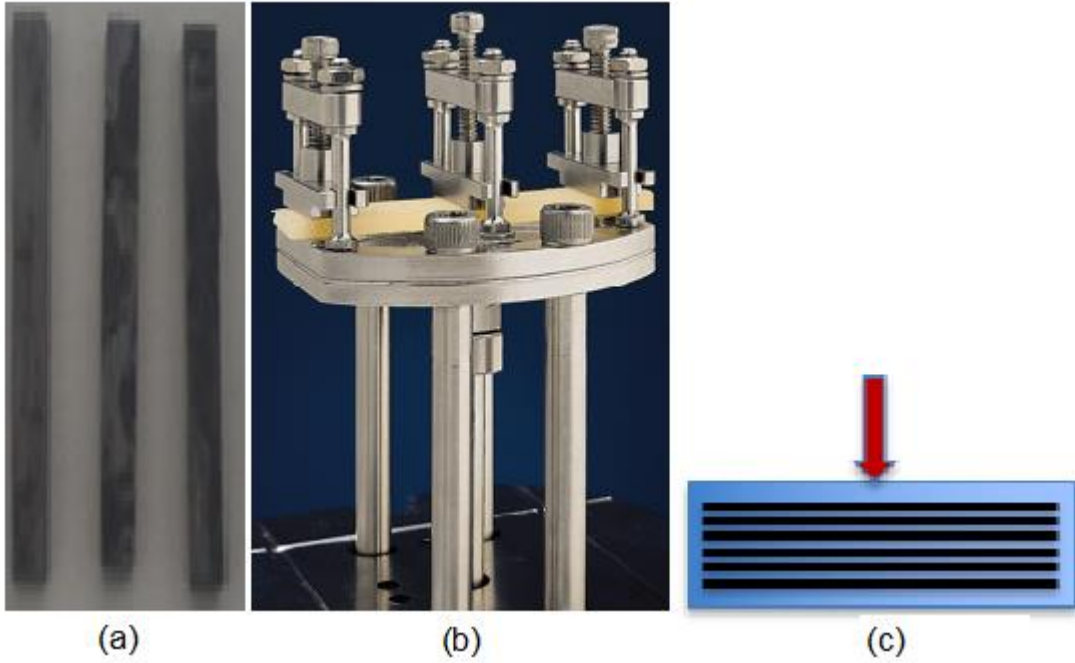
Bijwe ve arkadaşlarının çalışması (Ağırlıkça %72 CF içeren kompozit)			Tez çalışması (UD%60CF%40PEİ)		
Çekme Mukavemeti (MPa)	Young Modülü (GPa)	Uzama (%)	Çekme Mukavemeti (MPa)	Young Modülü (GPa)	Uzama (%)
697	87	0,25	725,18	102,43	0,80

Çizelge 4.6 incelendiği zaman, bu tez çalışmasındaki en iyi mekanik özelliklere sahip kompozit malzemesinin çekme mukavemetinin, Young modülü ve % uzama değerlerinin Bijwe ve arkadaşlarının elde ettiği değerlerden çok daha yüksek oldukları görülmektedir.

#### 4.3.4. DMA Testi Sonuçları

Üretilen dört kompozit malzemenin ve PEİ reçinesinin kısa dönem ve uzun dönem viskoelastik özellikleri DMA cihazı ile belirlenmiştir. Elde edilen sonuçlar literatür verileri ile de karşılaştırılarak aşağıda tartışılmıştır.

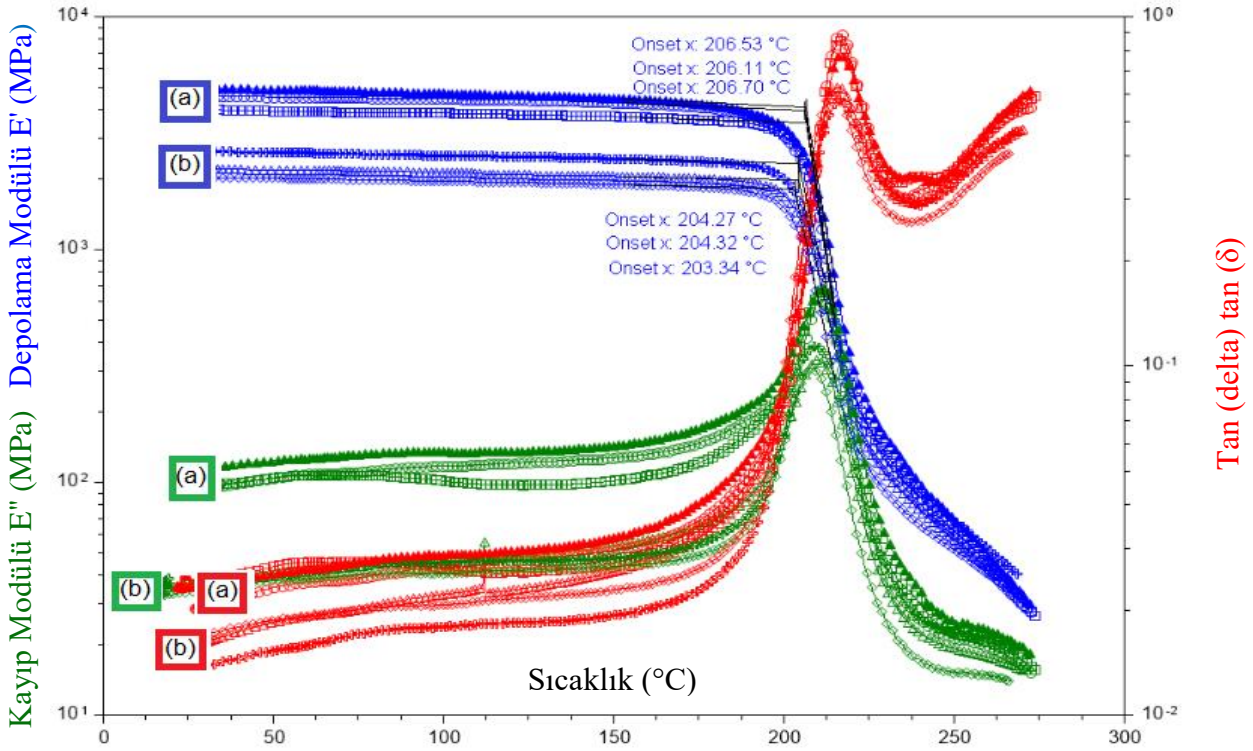
**Kısa dönem viskoelastik özellikler**, DMA cihazı ile ASTM D-7028 standardına göre belirlenmiştir. DMA cihazında kullanılan başlık ve test edilen numuneler Şekil 4.14'te gösterilmiştir.



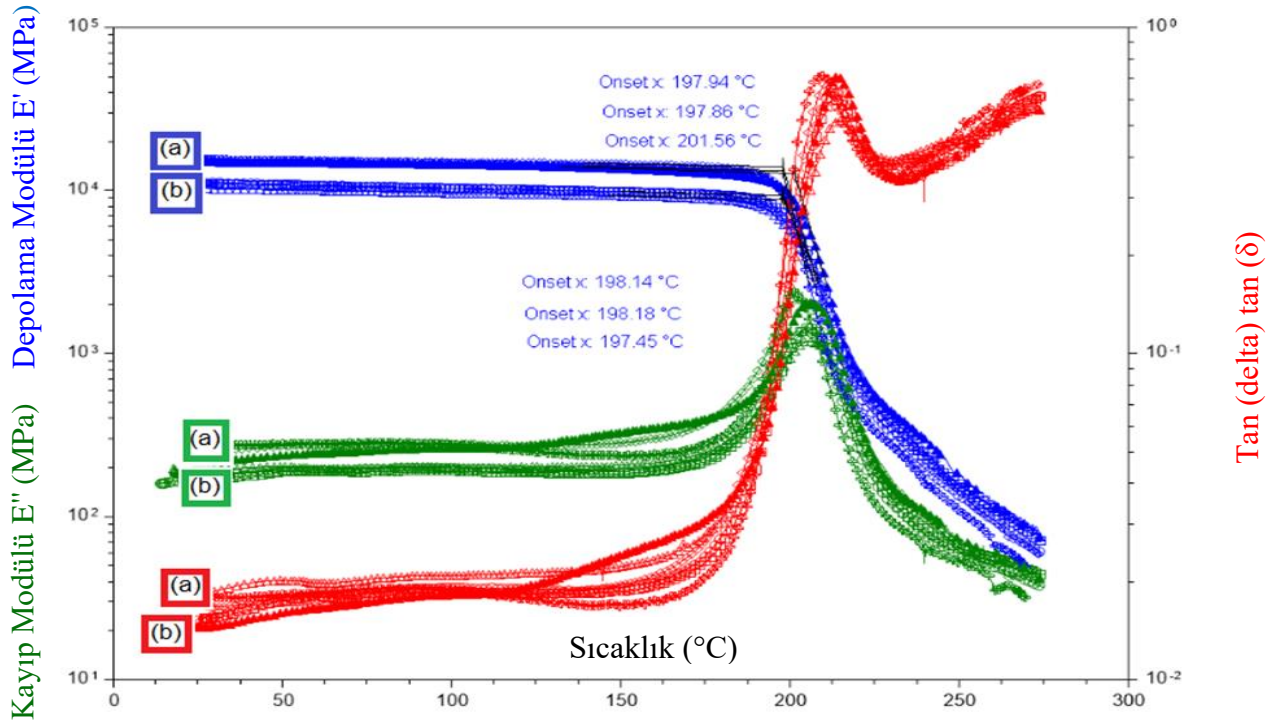
Şekil 4.14. (a) 20 mm uzunluğunda, 5-6 mm genişliğinde, 2-3 mm kalınlığında test numuneleri, (b) DMA cihazı bükme (cantilever) başlığı, (c) Malzemelerin DMA testi yönü (cantilever başlık).

Üretilen kompozitler, DMA cihazında (TA Instruments-DMA850) '17,5 mm tekli bükme' modunda, 1 Hz frekans uygulanarak, 5°C/dk tarama hızı ile 25-280°C sıcaklık aralığında test edilmiştir. Her bir malzemeden 3 adet numune analiz edilmiştir. Analizler sonucunda elde edilen termogramlar Şekil 4.15 ve Şekil 4.16'da verilmiştir. Termogramlar, kompozit malzemelerin mekanik tepkisinin sıcaklıkla üç farklı faza ayrıldığını göstermektedir ve fazların PEİ reçinesininkiyle aynı olduğu görülmektedir (Şekil 4.2). Bu durum, camsı bölgenin, camsı geçiş bölgesinin ve kauçuk bölgenin, karbon elyaf tipinden ve içeriğinden bağımsız olduğunu, sadece PEİ reçinesine bağlı olduğunu göstermektedir.





Şekil 4.15. (a) TWILL%40CF%60PEİ kompozit malzemesinin DMA testinden elde edilen termogramı (n=3), (b) TWILL%60CF%40PEİ kompozit malzemesinin DMA testinden elde edilen termogramı (n=3). (Mavi: E', Yeşil: E'', Kırmızı: Tan( $\delta$ )).



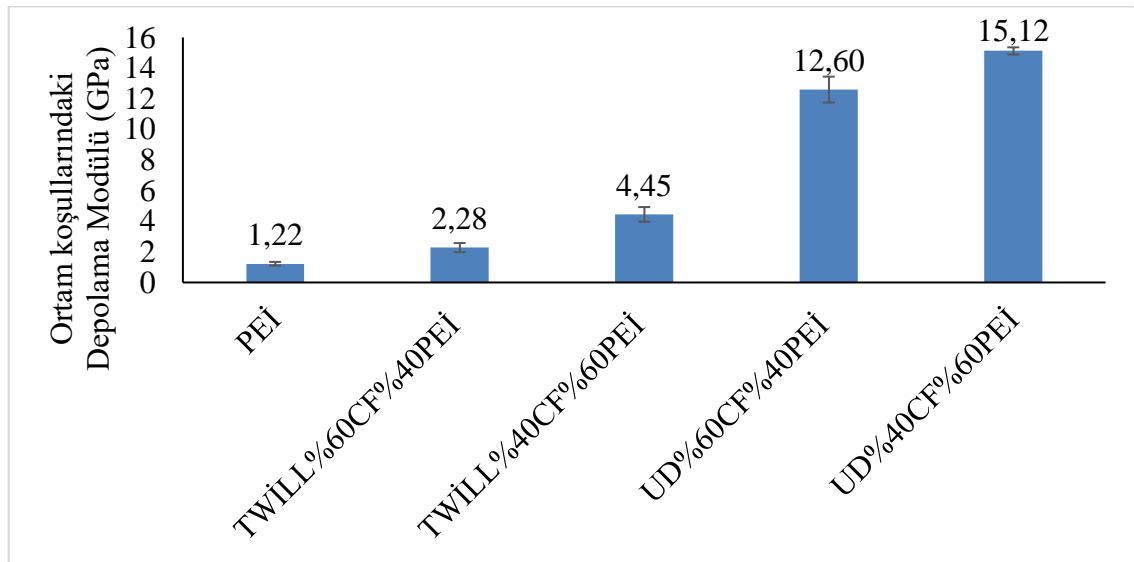
Şekil 4.16. (a) UD%40CF%60PEİ kompozit malzemesinin DMA testinden elde edilen termogramı (n=3), (b) UD%60CF%40PEİ kompozit malzemesinin DMA testinden elde edilen termogramı (n=3). (Mavi: E', Yeşil: E'', Kırmızı: Tan( $\delta$ )).

Şekil 4.15 ve Şekil 4.16, üretilen kompozit malzemelerin camsı geçiş noktaları ve viskoelastik özellikleri (depolama modülü, kayıp modülü ve tan(delta)) hakkında bilgiler vermektedir. Üretilen kompozit malzemelerin ve PEİ plakasının camsı geçiş noktaları Çizelge 4.7’de sunulmuştur. Sonuçlar incelendiğinde, kompozit malzemelerin 200°C’ye kadar camsı bölgede kaldıkları görülmektedir.

Çizelge 4.7. Üretilen kompozit malzemelerin ve PEİ plakasının DMA cihazı ile tespit edilen camsı geçiş noktaları.

Malzeme	TgE'	TgE''	Tgtan( $\delta$ )
PEİ plakası	202,15 ± 0,03°C	204,33 ± 0,39°C	211,00 ± 0,29°C
UD%60CF%60PEİ	201,32 ± 0,55°C	207,50 ± 1,51°C	214,66 ± 0,39°C
UD%40CF%60PEİ	199,63 ± 0,36°C	203,21± 0,51°C	211,70 ± 2,37°C
TWİLL%60CF%60PEİ	203,78 ± 0,55°C	209,24 ± 0,89°C	215,54 ± 0,88°C
TWİLL%40CF%60PEİ	206,44 ± 0,61°C	211,13 ± 0,23°C	216,57 ± 0,25°C

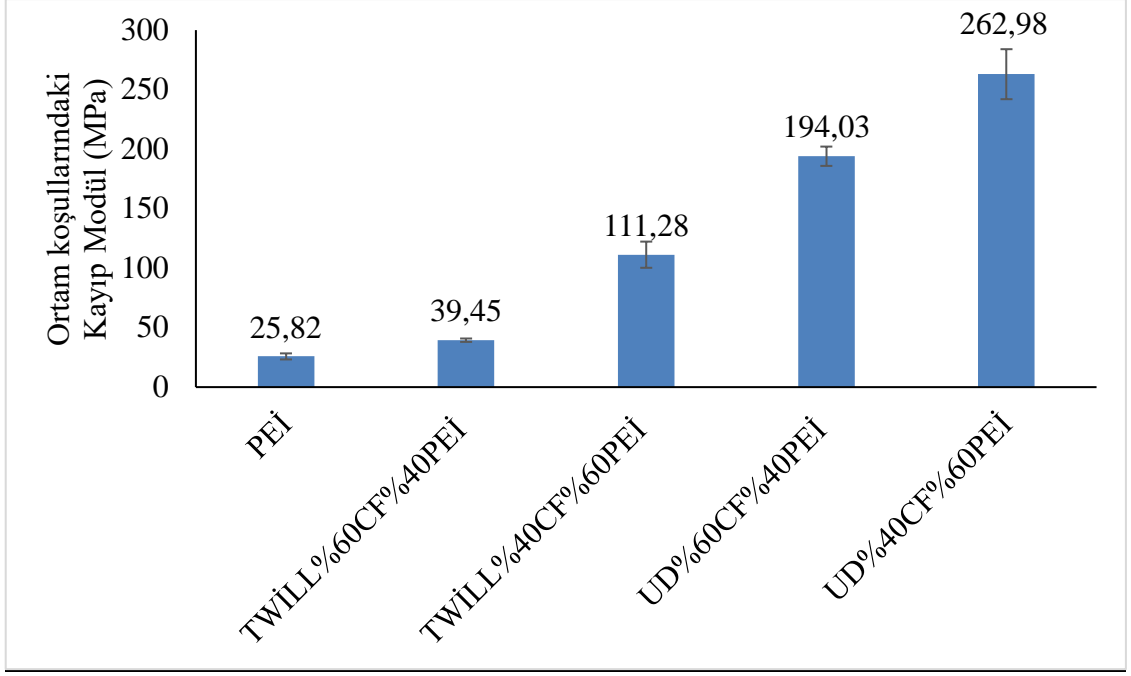
Depolama modülü genellikle bir malzemenin 'sertliği' ile ilişkilidir ve stres uygulandıktan sonra numunede elastik olarak depolanan enerjiyi ifade eder [71]. PEİ plakasının ve kompozit malzemelerin camsı bölgedeki depolama modülleri Şekil 4.17’de karşılaştırılmıştır.



Şekil 4.17. Malzemelerin ortam koşullarındaki depolama modüllerinin karşılaştırılması.

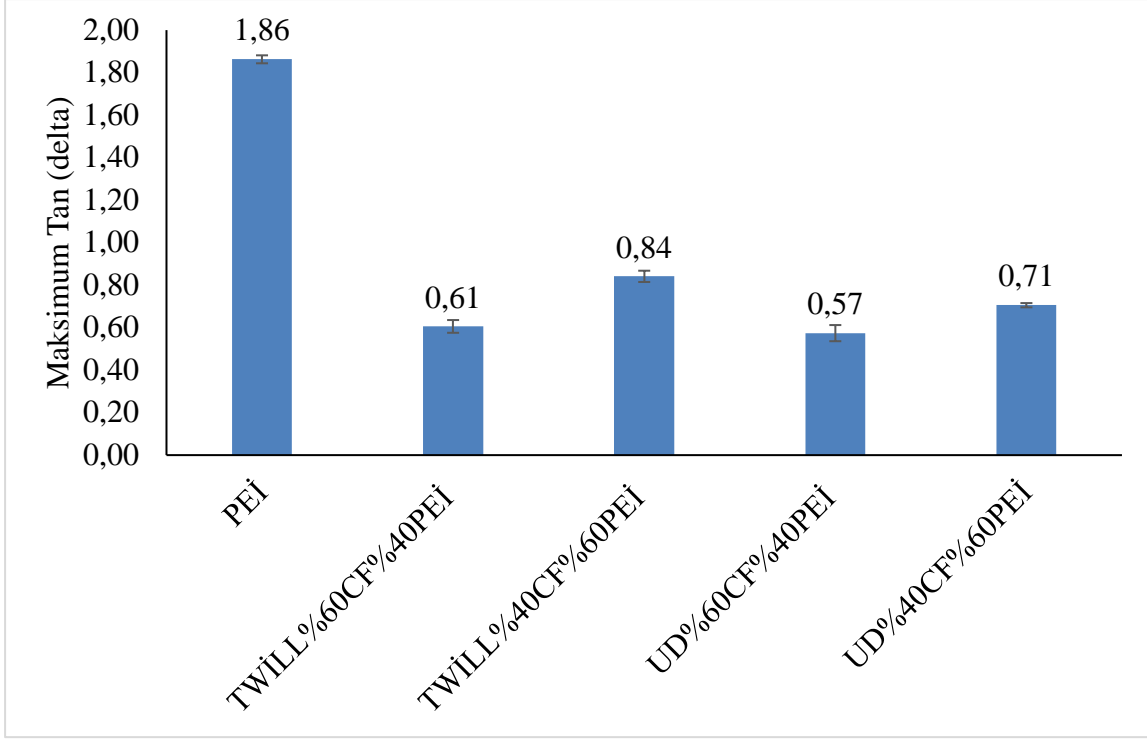
Şekil 4.17 incelendiğinde, UD karbon elyaf dolgulu kompozit malzemelerin ve reçine oranı yüksek olan kompozit malzemelerin depolama modüllerinin daha yüksek olduğu görülmüştür. Depolama modülü, malzemelerin elastik modülleri ile yakından ilgilidir. PEİ reçinesinin ağırlıkça oranının fazla olması, arayüzey özelliklerini iyileştirdiği için malzemelerin elastik (depolama) modüllerinin artmasına neden olmaktadır [72]. Tan ve arkadaşları ‘Polieterimid reçine filmlerine dayalı karbon kumaş takviyeli polieterimid kompozitinin dinamik mekanik özelliği ve katmanlar arası kesme dayanımı’ adlı çalışmalarında eşit sayıda karbon elyaf içeren kompozit malzemeler üretmişlerdir. Kompozit malzemeler üretilirken karbon elyaflar arasına koyuldukları PEİ reçinesinin kalınlığını değiştirmişlerdir. Bu kompozit malzemelerin viskoelastik özelliklerini DMA cihazı ile incelemişler ve kalın PEİ reçinesi içeren kompozitlerin, ince PEİ reçinesi içeren kompozitlere göre depolama modüllerinin daha yüksek olduğunu göstermişlerdir [72]. Bu tez çalışması kapsamında elde edilen verilerin, Tan ve arkadaşlarının çalışması ile uyumlu olduğu belirlenmiştir.

Kayıp modülü, döngüsel yükleme altında bir malzemenin enerjiyi dağıtabilmesi olarak tanımlanır [29]. PEİ plakası ve üretilen dört kompozit malzemenin camsı bölgedeki kayıp modülleri Şekil 4.18’de karşılaştırılmıştır. Kayıp modüllerinin tepkisi depolama modülleri ile aynıdır. Yani reçine oranının artması ve UD karbon elyaf kullanılması kompozitlerin kayıp modüllerinde artışa neden olmuştur. En yüksek kayıp modüle sahip olan UD%40CF%60PEİ kompozit malzemesinin kayıp modülü, PEİ plakasına göre yaklaşık 10 kat daha fazladır. Kompozit malzemelerin yapısına katılan karbon elyaflar polimer zincirlerinin hareketliliğinde bir azalmaya yol açmaktadır, bu da geçişler için daha yüksek enerjilere ihtiyaç duyulmasına neden olmaktadır [73]. Bu yüzden, karbon elyaf dolgulu kompozitlerin kayıp modülleri PEİ plakasına göre daha yüksektir.



Şekil 4.18. Tez kapsamındaki kompozit malzemelerin ortam koşullarındaki kayıp modüllerinin karşılaştırılması.

Tan delta, viskoz sertliğin elastik sertliğe bölünmesi ile elde edildiğinden, boyutsuzdur. Elastik ve viskoz sertlikler, sırasıyla, malzemenin döngüsel yüklemeye uygulanan enerjiyi saklama ve kaybetme yeteneklerini temsil eder. Bu nedenle, viskoelastik tan delta, enerjiyi dağıtmak için malzemenin verimliliğini karakterize eder [74]. Yani tan delta değeri yüksek olan malzemelerin, enerjiyi sönmeleri daha yüksektir. Kompozit malzemelerin yapısına katılan karbon elyaflar, polimer zincirlerinin hareketliliğinde azalmaya neden olurken sürtünmede önemli bir artış sağlarlar. Bu nedenle, kompozitler uygulanan bir yük altında deforme olduğunda çok fazla enerjiyi ısıya dönüştürürler. Bu tür etkiler sönm faktörünün azalmasına neden olur. Bu nedenle, PEİ plakasının maksimum tan delta değeri kompozit malzemelere göre daha yüksektir (Şekil 4.19).



Şekil 4.19. Tez kapsamındaki kompozit malzemelerin maksimum tan(delta) değerlerinin karşılaştırılması.

**Uzun dönem viskoelastik özellikler,** malzemelere DMA cihazıyla (METRAVIB DMA+450) sünme (creep) testi yapılarak belirlenmiştir. Sünme testinde, malzemeler üzerine farklı sıcaklıklarda (35-175°C) 10 MPa kuvvet uygulanmıştır ve malzemelerin kuvvete verdiği mekanik tepkiler ölçülmüştür. Elde edilen verilerden, zaman-sıcaklık süperpozisyonu (TTS) prensibine göre malzemelerin uzun dönem viskoelastik özellikleri belirlenmiştir. TTS prensibi, bir sıcaklıktaki ( $T_0$ ) sünme davranışının frekans veya tepki süresi fonksiyonunun, komşu sıcaklıktaki fonksiyon ile benzer olduğunu savunur. Bu yüzden, malzemenin bir sıcaklıktaki sünme davranışının frekansa veya zamana karşı değişim eğrisi, bu eksen doğrultusunda kaydırılarak komşu sıcaklıklardaki eğriler ile karşılaştırılabilir. Frekans veya zaman eksenini boyunca kaydırma mesafesine frekans-sıcaklık kaydırma faktörü ( $aT$ ) denir. Kaydırma faktörü ile farklı sıcaklıklardaki mekanik değerler ucu uca eklenerek (superposition) malzemeye ait ana eğri (master curve) çizdirilir [75]. Ana egrideki düşük sıcaklıklar ve yüksek frekanslar kısa yılları; yüksek sıcaklıklar ve düşük frekanslar uzun yılları temsil eder. Bu sayede oluşturulan ana eğri ile farklı zamanlardaki mekanik özellikler belirlenebilir. Ana eğrinin kaydırma faktörlerini, referans sıcaklığına bağlamak için düzinelerce formül önerilmiştir. Ancak kaydırma faktörü-sıcaklık arasındaki ilişkiyi en iyi; malzemenin  $T_g$  değeri üzerindeki sıcaklık

aralığı için Williams – Landel – Ferry (WLF) denkleminin (Eşitlik 4.8), T<sub>g</sub> değeri altındaki sıcaklık aralığı için ise Arrhenius denkleminin (Eşitlik 4.9) tanımladığı kabul edilir.

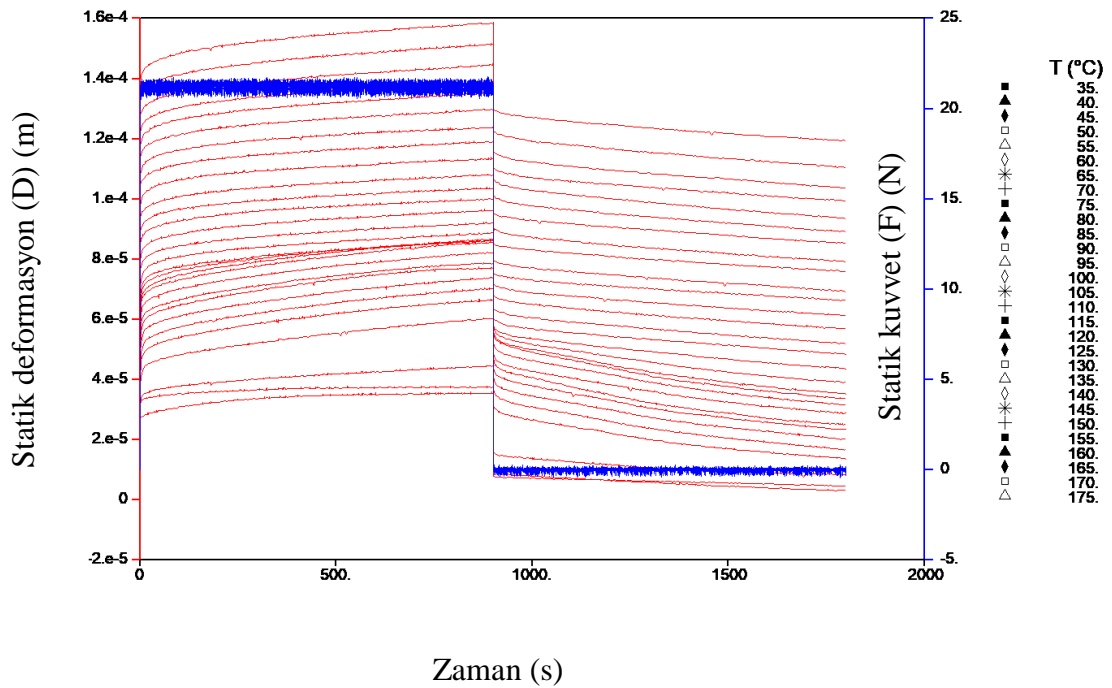
$$\log aT = -c_1 (T - T_0) / (c_2 + T - T_0) \quad (\text{Eşitli 4.8})$$

Burada; aT: kaydırma faktörü, c<sub>1</sub> ve c<sub>2</sub> WLF sabitleri, T<sub>0</sub> referans sıcaklık ve T sıcaklıktır.

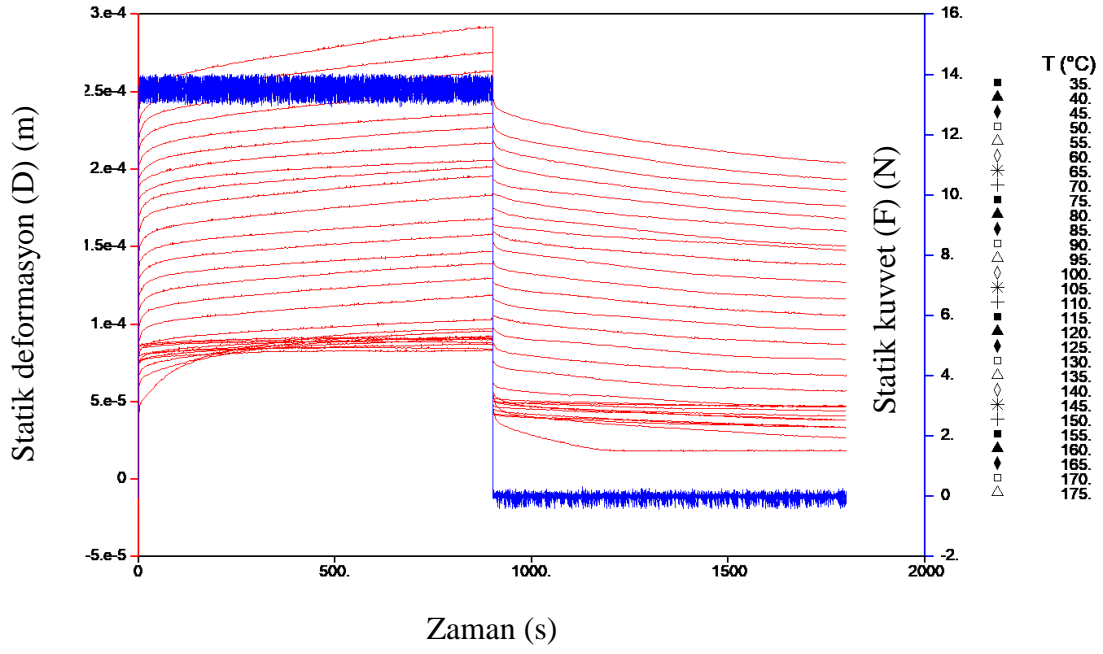
$$\ln aT = (E/R)(1/T - 1/T_0) \quad (\text{Eşitli 4.9})$$

Burada; aT: kaydırma faktörü, E: Arrhenius eşik enerjisi, R: ideal gaz sabiti, T<sub>0</sub> referans sıcaklık ve T sıcaklıktır [76].

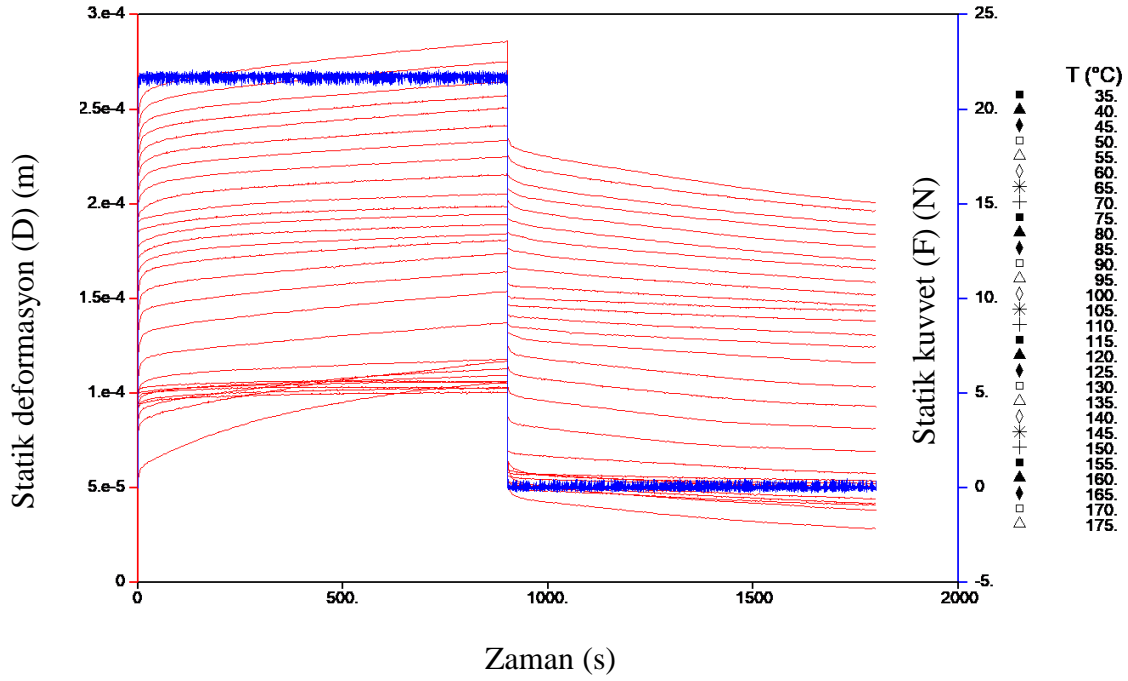
DMA cihazında, kompozit numuneler çiftli bükme (dual cantilever) aparatında test edilmiştir. Malzemelere farklı sıcaklıklarda (35-175°C) 900 saniye boyunca 10 MPa yük uygulanmış, 900 saniye boyunca malzemelerin gerilim gevşemesi (stress relaxation) takip edilmiştir (Şekil 4.20, Şekil 4.21, Şekil 4.22 ve Şekil 4.23).



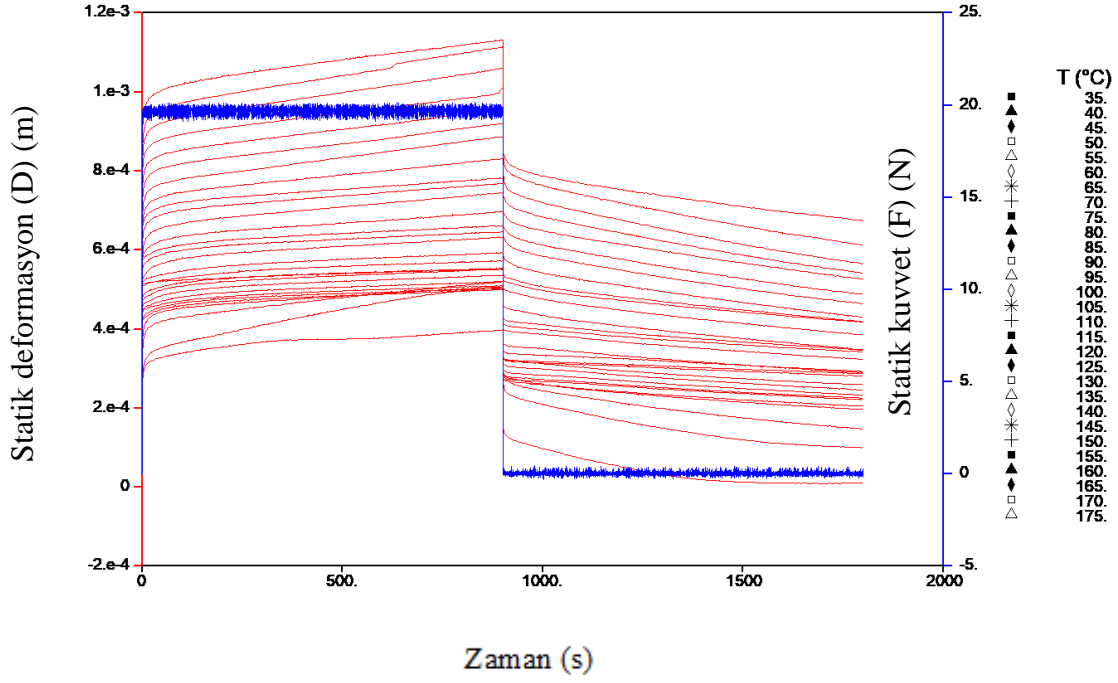
Şekil 4.20. Farklı sıcaklıklarda UD%40CF%60PEİ kompozit malzemesinin gerilim-gevşeme grafikleri.



Şekil 4.21. Farklı sıcaklıklarda UD%60CF%40PEİ kompozit malzemesinin gerilim-gevşeme grafikleri.



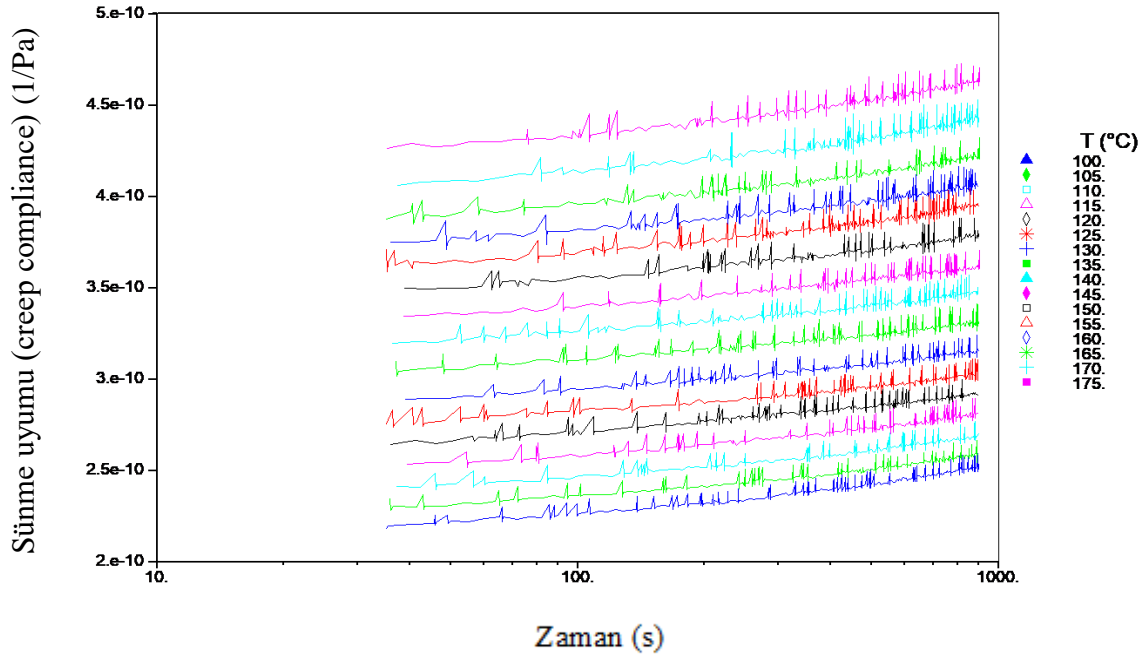
Şekil 4.22. Farklı sıcaklıklarda TWILL%40CF%60PEİ kompozit malzemesinin gerilim-gevşeme grafikleri.



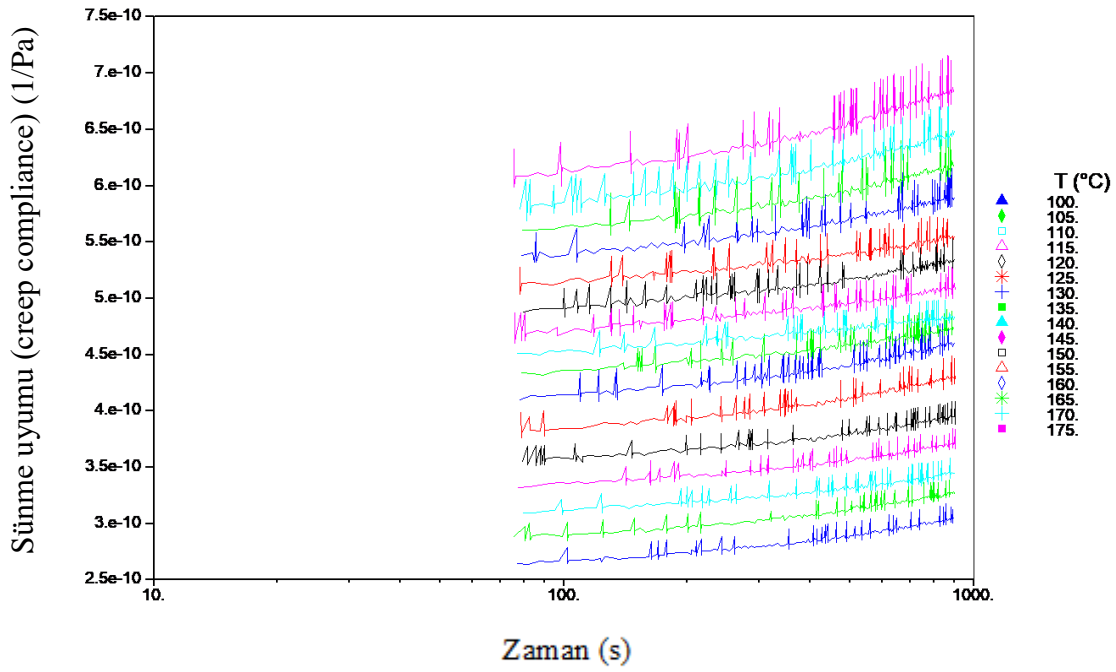
Şekil 4.23. Farklı sıcaklıklarda TWILL%60CF%40PEİ kompozit malzemesinin gerilim-gevşeme grafikleri.

Şekil 4.20, 4.21, 4.22 ve 4.23'teki grafiklerde yer alan veriler kullanılarak, dört kompozit malzeme için farklı sıcaklıklardaki sünme uyumu (creep compliance) grafikleri elde edilmiştir (Şekil 4.24, 4.25, 4.26 ve 4.27). Sünme uyumu, gerinim (strain) değerinin gerilim (stress) değerine oranıdır. Birimi,  $1/\text{Pa}$ 'dır. Sünme uyumu grafikleri elde edilirken sıcaklık aralığı olarak  $100\text{-}175^\circ\text{C}$  seçilmiştir. Bu aralığın seçilmesindeki amaç PEİ reçinesinin yüksek sıcaklık polimeri olmasından kaynaklanmaktadır. Bölüm 4.2.5'te PEİ reçinesinin termal ömrü  $100^\circ\text{C}$  ve üzerindeki sıcaklıklarda incelenmiş ve termal olarak kararlı olduğu görülmüştür. Tezin bu bölümünde ise PEİ reçinesi ile üretilen dört farklı kompozit malzemenin  $100^\circ\text{C}$  ve üzerinde sıcaklıklarda mekanik olarak kararlılığı incelenmiştir. PEİ reçinesinin camsı geçiş sıcaklığı  $200^\circ\text{C}$  civarındadır. Maksimum çıkılan sıcaklığın  $175^\circ\text{C}$  seçilmesi  $T_g$  değerinin altındaki sıcaklıklarda analizin gerçekleştiğini gösterir. Bu yüzden ana eğrinin kaydırma faktörlerini, referans sıcaklığına bağlamak için Arrhenius modeli kullanılmıştır.

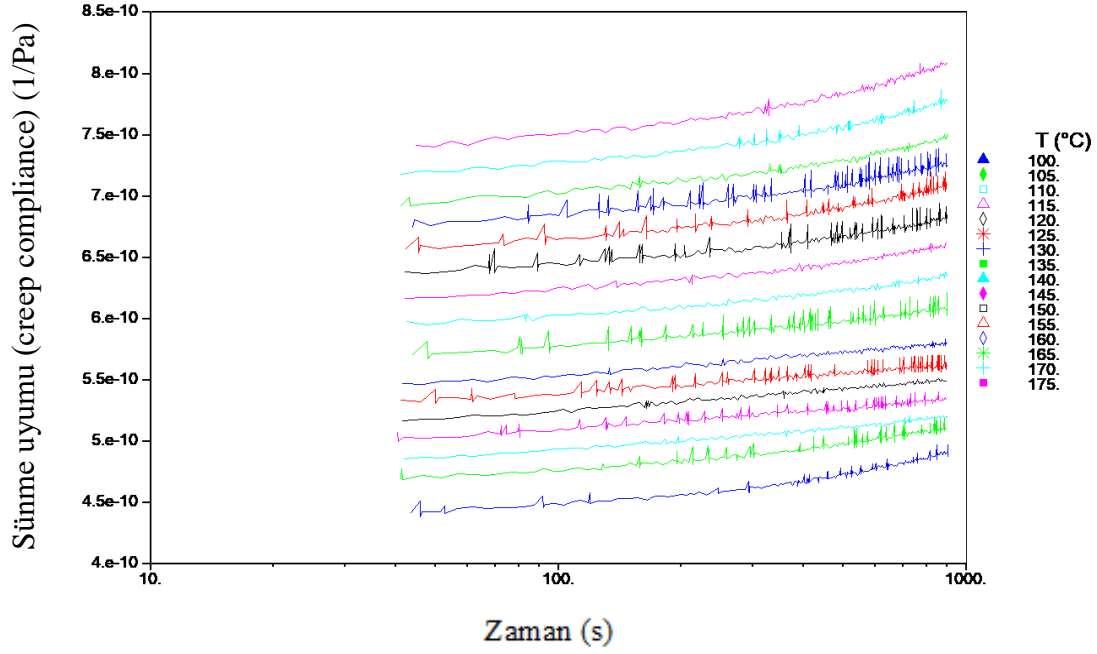




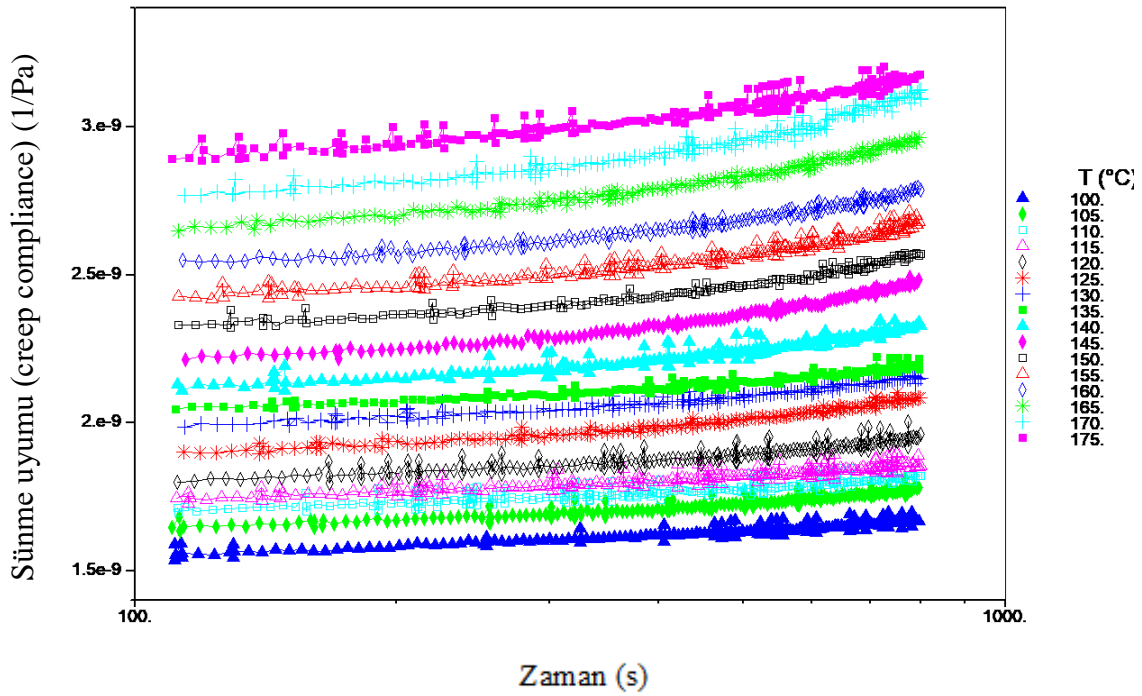
Şekil 4.24. Farklı sıcaklıklarda UD%40CF%60PEİ kompozit malzemesinin sünme uyumu verileri.



Şekil 4.25. Farklı sıcaklıklarda UD%60CF%40PEİ kompozit malzemesinin sünme uyumu verileri.



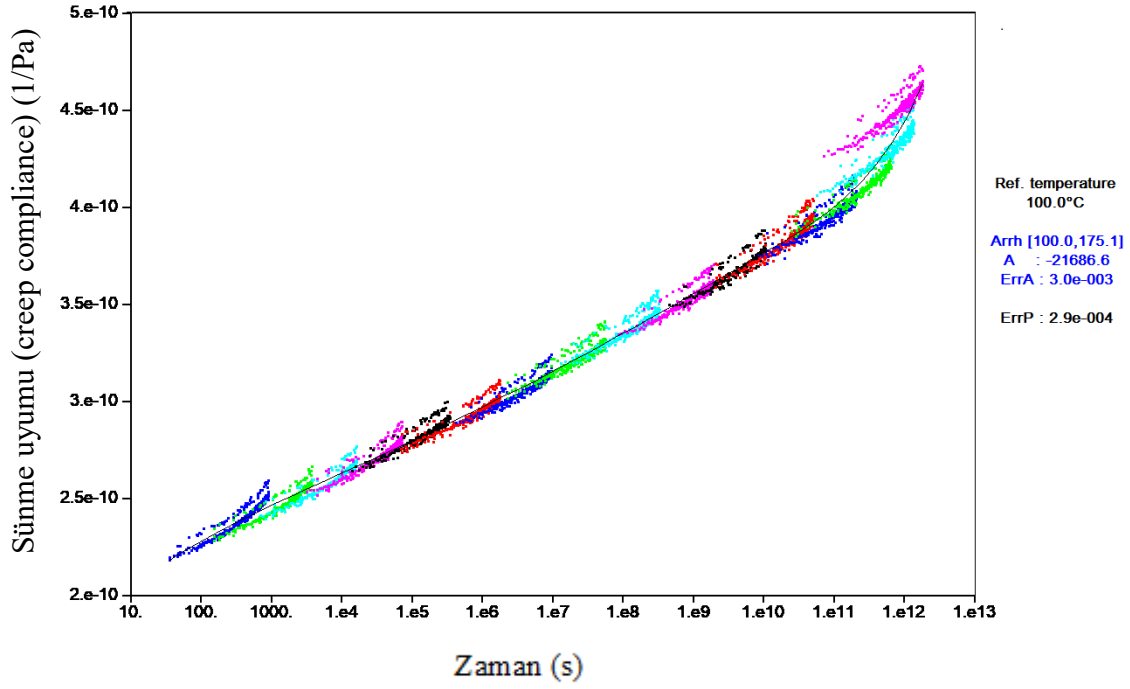
Şekil 4.26. Farklı sıcaklıklarda TWILL%40CF%60PEI kompozit malzemesinin sünme uyumu verileri.



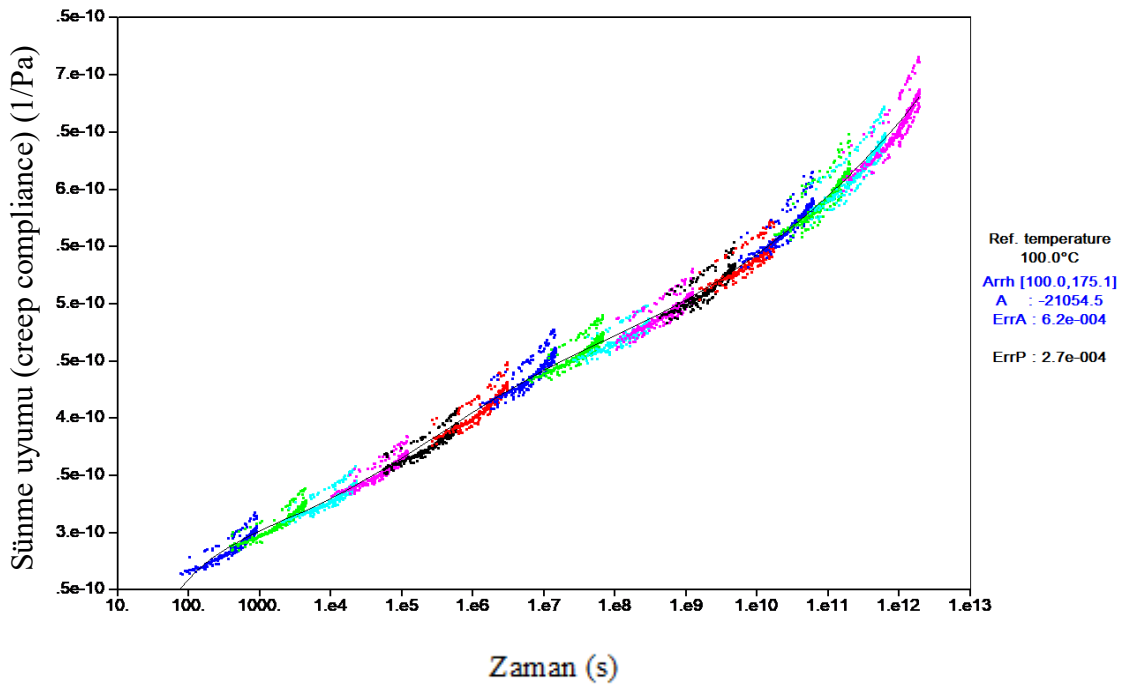
Şekil 4.27. Farklı sıcaklıklarda TWILL%60CF%40PEI kompozit malzemesinin sünme uyumu verileri.

Şekil 4.24, 4.25, 4.26 ve 4.27'deki farklı sıcaklıktaki sünme uyumu verileri uç uca eklenerek her kompozit malzeme için sünme uyumu ana eğrisi elde edilmiştir (Şekil 4.28, 4.29, 4.30, 4.31). 10 MPa yük altında tutulan kompozit malzemenin sıcaklığı artırılınca

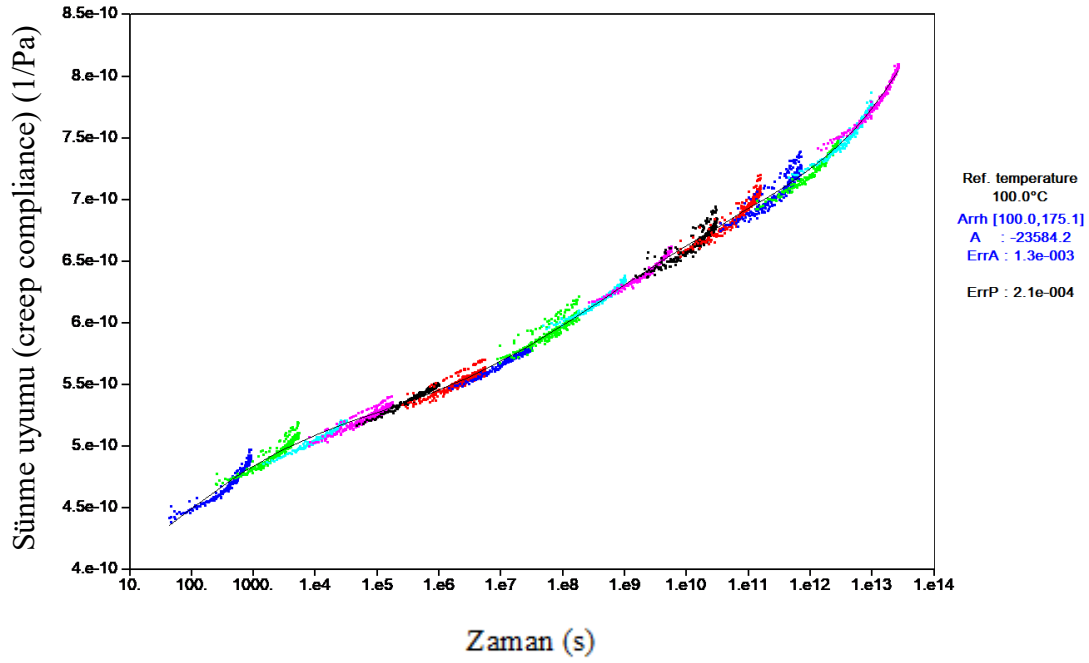
malzemede daha fazla gerinim oluşacağından, sünme uyumu ana eğrisinin artma eğiliminde olan bir grafik olması beklenmektedir.



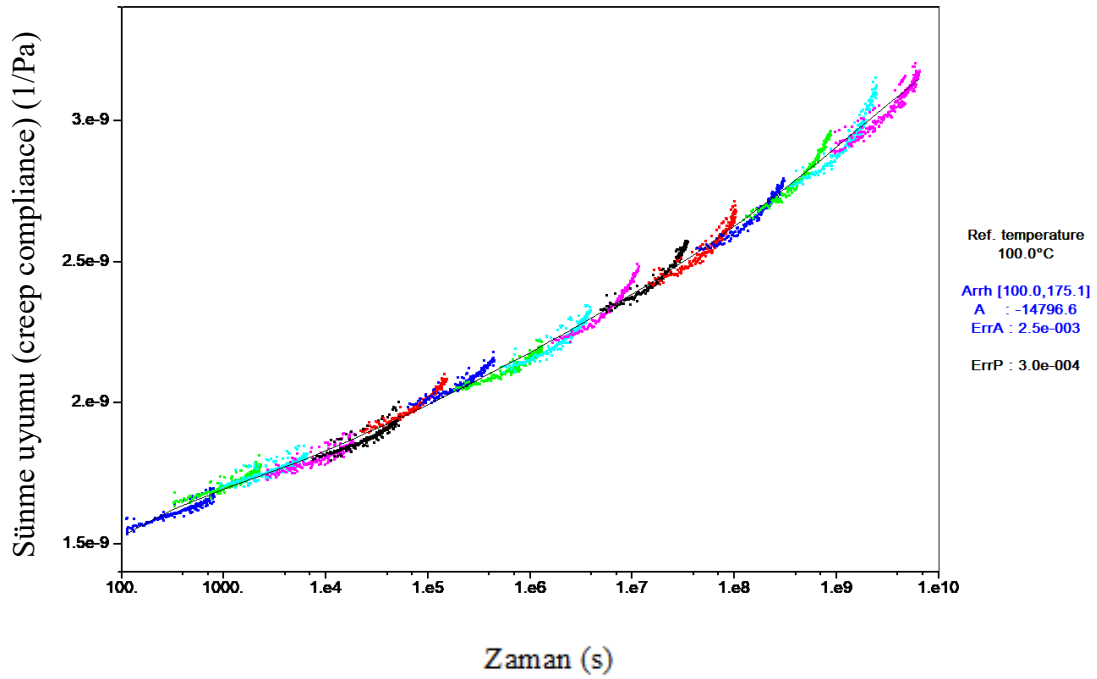
Şekil 4.28. UD%40CF%60PEİ kompozit malzemesinin sünme uyumu ana eğrisi.



Şekil 4.29. UD%60CF%40PEİ kompozit malzemesinin sünme uyumu ana eğrisi.



Şekil 4.30. TWILL%40CF%60PEİ kompozit malzemesinin sünme uyumu ana eğrisi.

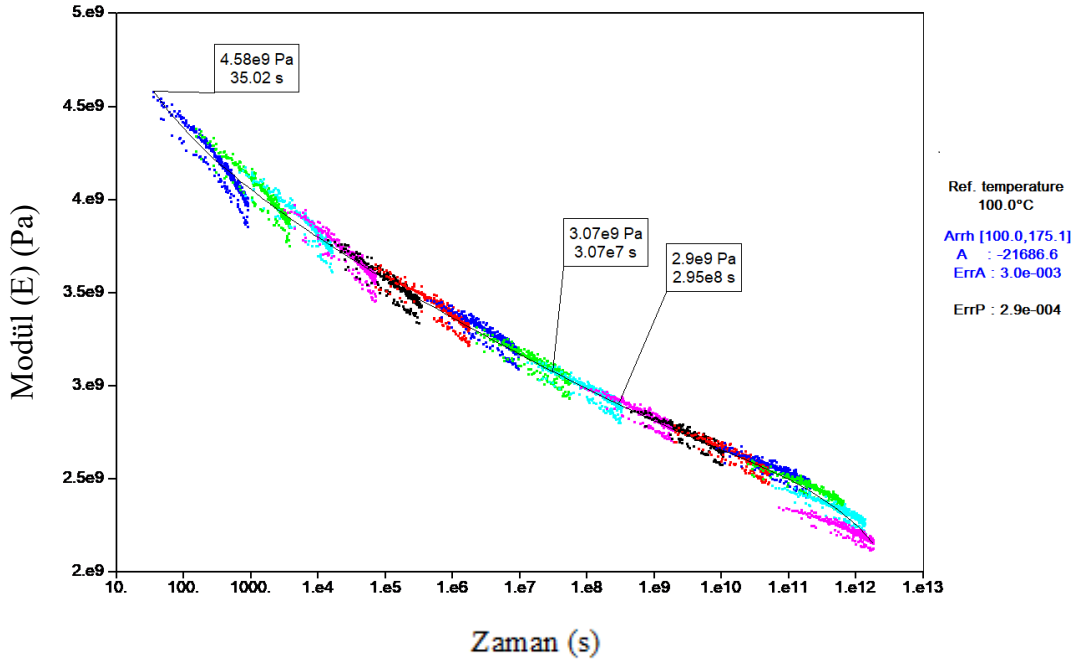


Şekil 4.31. TWILL%60CF%40PEİ kompozit malzemesinin sünme uyumu ana eğrisi.

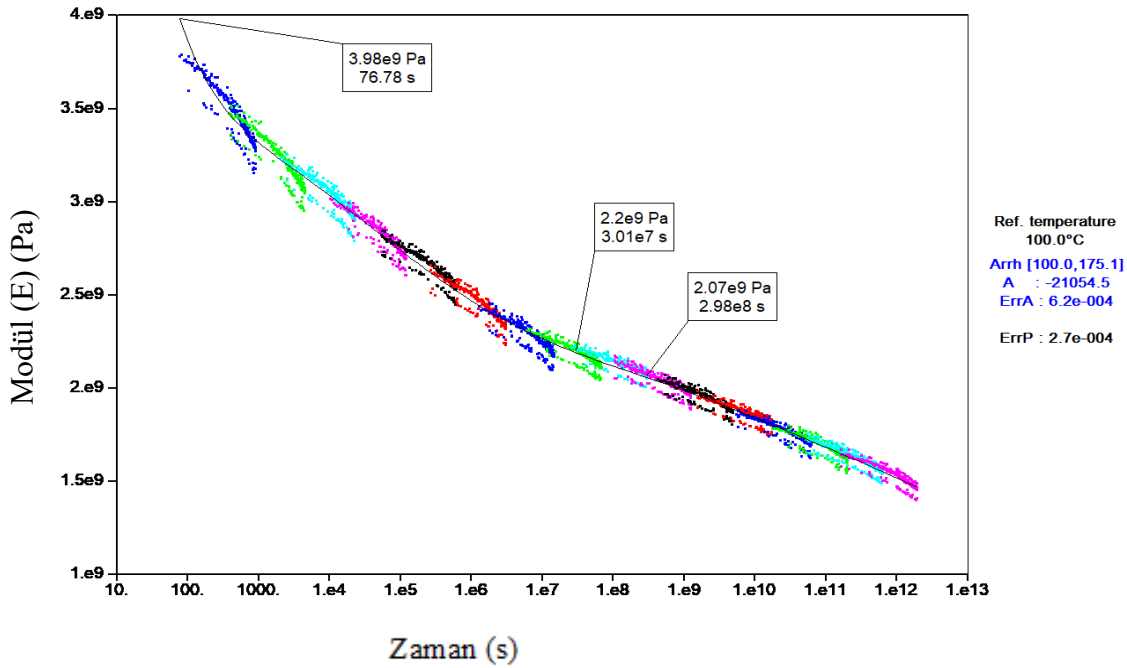
Şekil 4.24, 4.25, 4.26 ve 4.27’de gösterilen farklı sıcaklıklardaki sünme uyumu verileri 100°C referans sıcaklığa göre uç uca eklenerek, her kompozit malzeme için modül ana eğrileri oluşturulmuştur. Elde edilen eğriler Şekil 4.32, 4.33, 4.34 ve 4.35’te gösterilmiştir. Burada yüksek sıcaklıklar uzun yılları; düşük sıcaklıklar kısa yılları temsil etmektedir. Modül ana eğrileri incelendiğinde; sıcaklık arttıkça, 10MPa yük altında

tutulan kompozit malzemelerin Young Modül değerlerinde düşüş görülmüştür. Bu durum beklenen bir sonuçtur.

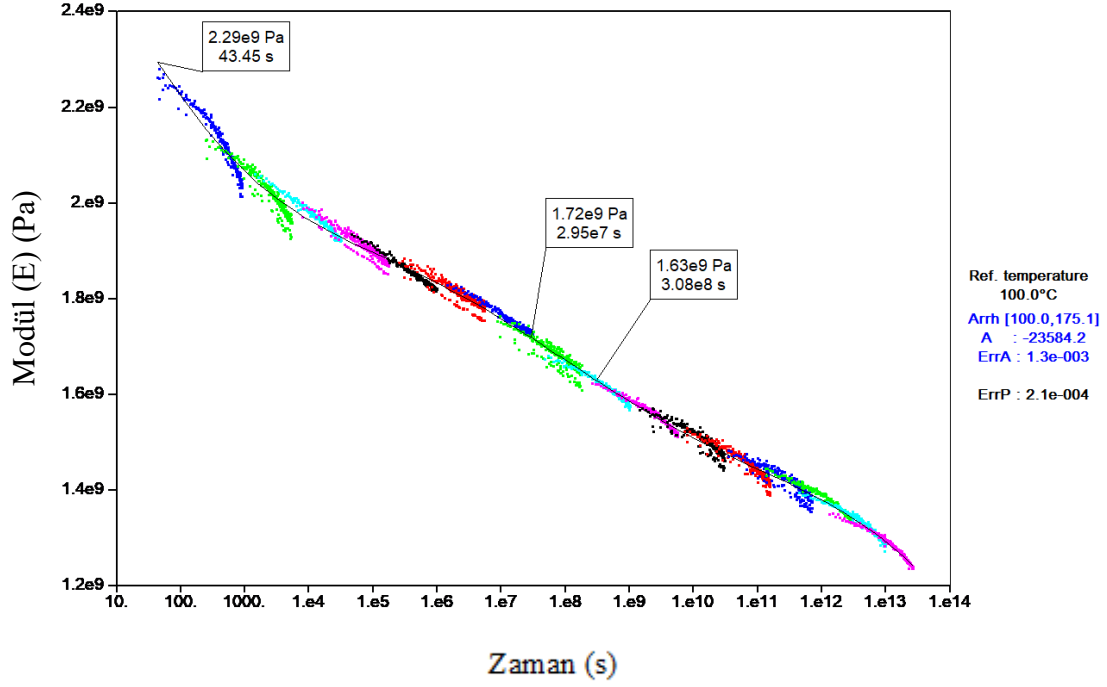
Tüm kompozit malzemelerin modül ana eğrileri çizdirilirken oluşan polinom hata değerlerinin  $10^{-4}$  civarında olması yöntemin güvenilir olduğu göstermektedir.



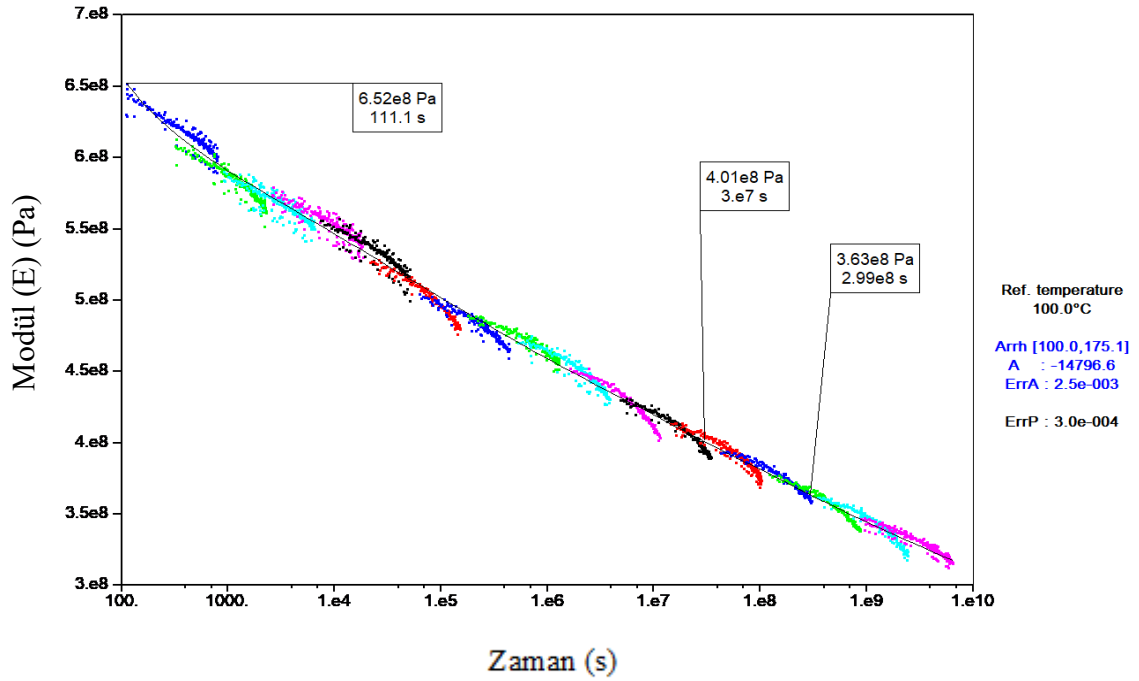
Şekil 4.32. UD%40CF%60PEİ kompozit malzemesinin modül ana eğrisi.



Şekil 4.33. UD%60CF%40PEİ kompozit malzemesinin modül ana eğrisi.

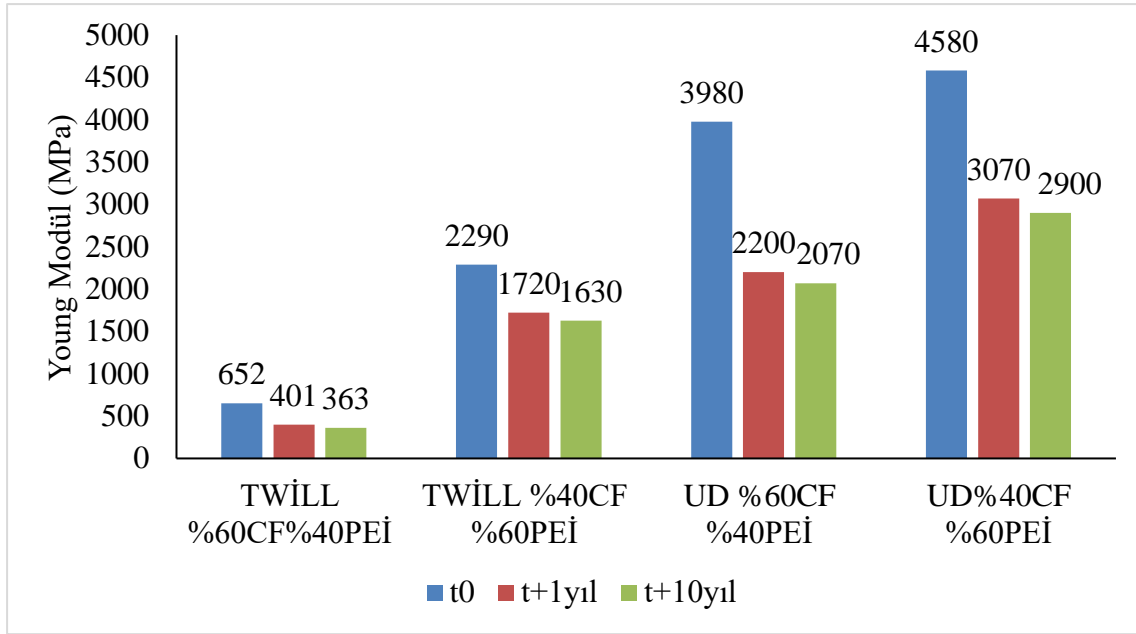


Şekil 4.34. TWİLL%40CF%60PEİ kompozit malzemesinin modül ana eğrisi.



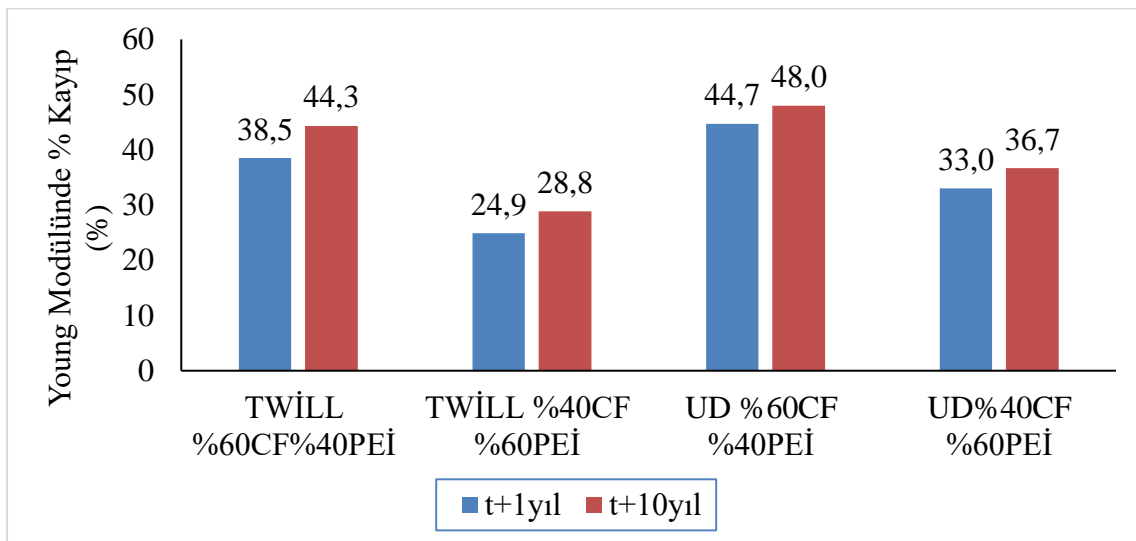
Şekil 4.35. TWİLL%60CF%40PEİ kompozit malzemesinin modül ana eğrisi.

Şekil 4.32, 4.33, 4.34 ve 4.35 grafiklerinden her kompozitin mevcuttaki ( $t_0$ ), 1 yıl sonraki ( $t+1$ ) ve 10 yıl sonraki ( $t+10$ ) Young modül değerleri elde edilmiştir. Bu değerler Şekil 4.36'da sütun grafik halinde gösterilmiştir. Mevcuttaki değerler incelendiğinde, en yüksek Young modül değeri UD%40CF%60PEİ kompozit malzemesine aittir.



Şekil 4.36. Tez kapsamında üretilen kompozit malzemelerin yıllara göre Young Modülü değerleri.

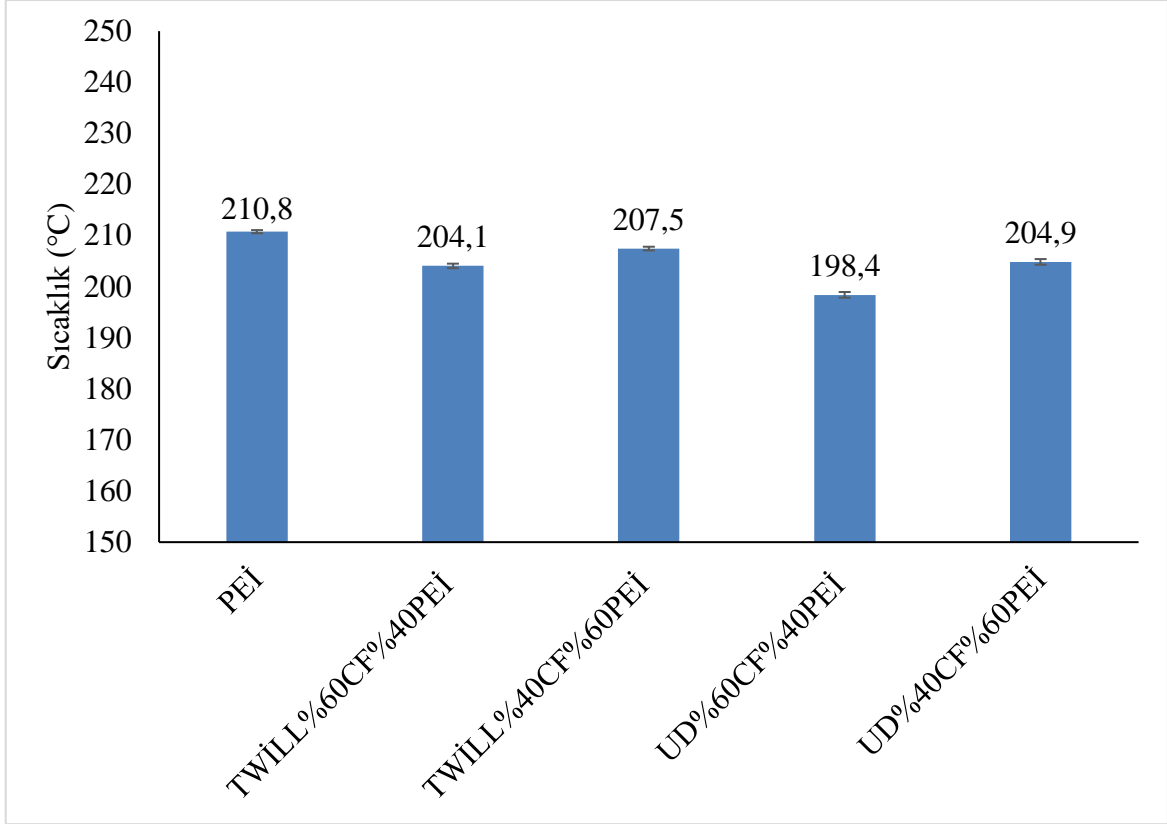
Şekil 4.36'dan elde edilen veriler ile kompozit malzemelerin  $t_0$  anındaki Young modülü değerlerinin 1 yıl ve 10 yıl sonundaki % kayıpları Şekil 4.37'de sütun grafikler halinde gösterilmiştir. Bu değerler kompozit malzemelerin  $100^\circ\text{C}$ 'de 10 MPa kuvvet altında tutulduklarında olan kayıplardır. Yapılarında ağırlıkça daha az reçine içeren kompozit malzemelerin Young modülü değerlerindeki kayıp daha fazladır. Bunun nedeni kuvvet ve yük altında reçine ve elyaf arasındaki yapışmanın, reçine oranı az olan kompozit malzemelerde daha çok azalmasından kaynaklanmaktadır.



Şekil 4.37. Tez kapsamında üretilen kompozit malzemelerin 1 yılda ve 10 yılda Young Modüllerindeki % kayıpları.

#### 4.3.5. DSC Analizi Sonuçları

Üretilen kompozit malzemelerden alınan numuneler N<sub>2</sub> atmosferi altında, 10°C/dk tarama hızı ile 50-300°C sıcaklık aralığında DSC cihazında test edilmiştir. DSC cihazı ile kompozit malzemelerin camsı geçiş noktaları tayin edilmiştir. Elde edilen veriler, PEİ reçinesi Tg değeri ile Şekil 4.38’de karşılaştırılmıştır.



Şekil 4.38. Tez kapsamında üretilen kompozit malzemelerin ve PEİ plakasının DSC cihazından elde edilen Tg değerleri (n=3).

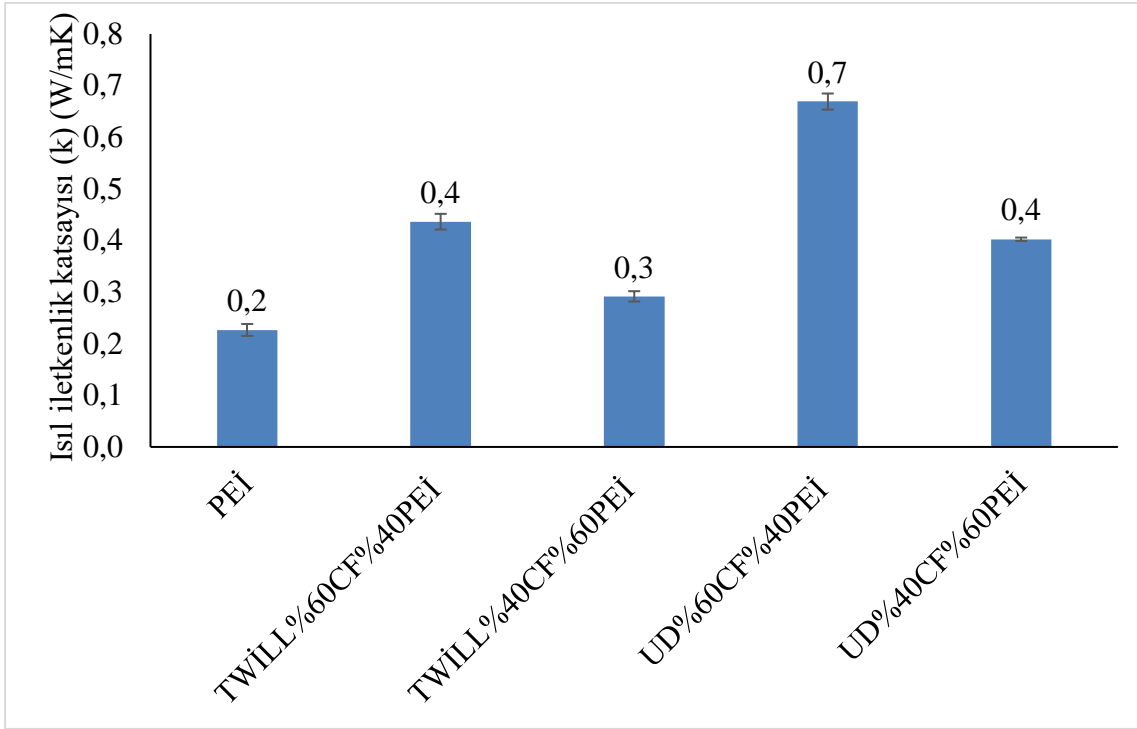
Şekil 4.38, kompozit malzemelerin ve PEİ plakasının Tg değerlerinin 200°C civarında birbirine yakın değerler olduğunu göstermektedir. Kompozit malzemelerin Tg değerlerinin bu kadar yüksek olması, havacılık, uzay ve savunma sanayi sektörlerinde bu tür malzemeler için tercih sebebidir.

#### 4.3.6. Isıl İletkenlik Testi Sonuçları

Isıl iletkenlik, belirli bir malzemenin ısıyı ne kadar iyi ilettiğinin bir ölçüsüdür. Üretilen kompozit malzemeler, mühimmatların gövde bütünü, kanat ve kanatçıklarında kullanılmak üzere tasarlanmaktadır. Mühimmat uçarken, hava ile sürtünmesinden dolayı mühimmatın dış aksamları çok ısınmaktadır. Bu ısının mühimmatın iç tarafına



aktarılmaması gerekmektedir. Eğer ısı aktarımı çok fazla olursa elektronik kartları zarar görür. Bu yüzden üretilen kompozit malzemelerin ısıl iletkenlik katsayılarının düşük olması istenir. Üretilen kompozitlerin ve PEİ reçinesinin ısıl iletkenlik katsayıları Şekil 4.39'da karşılaştırılmıştır.



Şekil 4.39. Tez kapsamında üretilen kompozit malzemelerin ve PEİ plakasının ısıl iletkenlik katsayısı değerleri (n=3).

Şekil 4.39, kompozit malzemelerin ısıl iletkenlik katsayılarının PEİ plakasından daha yüksek olduğunu göstermektedir. Elyaf oranının artması ısıl iletkenlik katsayısını arttırmıştır. Bunun sebebi, karbon elyafların ısıl iletkenliğinin reçineye göre daha fazla olmasıdır. Isıl iletkenlik katsayısı en yüksek olan kompozit UD%60CF%40PEİ malzemesidir. Bu malzemenin ısıl iletkenlik katsayısı değeri  $0,67 \pm 0,02$  W/m.K'dir. Bu değer, yalıtkan olarak kullanılan malzemelerin ısıl iletkenlik değerleri aralığındadır. Su yalıtkan bir malzemedir ve ısıl iletkenlik katsayısı değeri  $0,70$  W/m.K'dir. Mühimmatlarda kullanılan karbon elyaf dolgulu kompozitlerin ısıl iletkenlik değerleri  $0,5-1,0$  W/m.K aralığındadır. Bu nedenle, üretilen kompozit malzemelerin ısıl iletkenlik katsayısı değerleri, bu malzemelerin mühimmatların gövde, kanat ve kanatçıklarında kullanılabilir olduklarını göstermektedir.

## 5. GENEL SONUÇLAR

Sunulan tez çalışmasında, farklı karbon elyaf örgü tiplerinin ve reçine oranlarının, kompozit malzemelerin termal ve mekanik özelliklerini nasıl etkilediği araştırılmıştır. Bunun için, öncelikle kompozit malzemelerin yapısını oluşturan karbon elyafların ve reçinenin termal ve mekanik karakterizasyonu yapılmıştır. Daha sonra bu malzemeler kullanılarak üretilen dört farklı kompozit malzemenin özellikleri incelenmiştir. Karakterizasyon çalışmaları ile elde edilen önemli sonuçlar aşağıda özetlenmiştir.

- PEİ reçinesinin, Twill ve UD karbon elyafların yoğunlukları sırası ile, 1,28, 1,78 ve 1,77 g/cm<sup>3</sup> olarak bulunmuştur. Üretilen kompozit malzemelerin yoğunluk değerlerinin, karbon elyafların ve reçinenin yoğunluk değerleri arasında olduğu belirlenmiştir. Üretilen kompozit malzemelerin yoğunluklarının, alüminyumun yoğunluğundan (2,71 g/cm<sup>3</sup>) yaklaşık 1,5 kat, demirin yoğunluğundan (7,87 g/cm<sup>3</sup>) ise yaklaşık 5 kat daha düşük olduğu görülmüştür.
- PEİ reçinesinin ısı iletkenlik katsayısı değeri 0,23 W/m.K olarak bulunmuştur. Üretilen kompozit malzemelerin ısı iletkenlik katsayısı değerlerinin PEİ reçinesinden fazla olduğu belirlenmiştir. Ağırlıkça karbon elyaf oranının artması ısı iletkenlik katsayısı değerinde artışa neden olmuştur.
- Üretilen kompozit malzemelerden ısı iletkenlik katsayısı değeri en yüksek olan kompozitin UD%60CF%40PEİ olduğu belirlenmiştir. Bu malzemenin ısı iletkenlik katsayısı değeri 0,67 ± 0,02 W/m.K olarak bulunmuştur.
- PEİ reçinesinin TGA cihazı ile azot atmosferi altında, 1000°C'de %50 kütle kaybettiği, Twill ve UD karbon elyafların ise aynı koşullarda kütle kaybetmediği bulunmuştur. Elde edilen bu veriler, kompozit malzemelerin termal kararlılığının PEİ reçinesine bağlı olduğunu göstermiştir.
- PEİ reçinesine TGA cihazı ile termal yaşlanma çalışması yapılarak, PEİ reçinesinin 25°C'de, 100°C'de ve 160°C'de izotermal bekletildiğinde %5 bozunması için gereken sürelerin sırası ile 7,798 x 10<sup>15</sup> yıl, 1,784 x 10<sup>9</sup> yıl ve 3,931 x 10<sup>5</sup> yıl olduğu bulunmuştur. Ayrıca, PEİ reçinesinin 25°C izotermal sıcaklıkta bekletildiğinde 10 yıl sonra kütle kaybetmediği, 100°C izotermal sıcaklıkta bekletildiğinde ise 10 yıl sonra %2,965x10<sup>-8</sup> kütle kaybettiği belirlenmiştir.

- Üretilen kompozit malzemelerin elyaf/reçine oranları TGA cihazı ve gravimetrik yöntem ile belirlenerek tasarlanan elyaf/reçine oranları ile elde edilen elyaf/reçine oranlarının birbirinden farklı olduğu görülmüştür. UD%60CF%40PEİ, UD%40CF%60PEİ, TWİLL%60CF%40PEİ ve TWİLL%40CF%60PEİ kompozit malzemelerin elyaf/reçine oranları sırası ile 64/36, 44/56, 63/37 ve 43/57 olarak bulunmuştur.
- Kompozit malzemelerin TG/DTA cihazı ile termal kararlılığı incelenmiştir ve 500°C'ye kadar malzemelerin yapısının bozulmadığı görülmüştür.
- UD CF içeren kompozit malzemelerin çekme mukavemeti değerlerinin, Twill CF içeren kompozit malzemelerin çekme mukavemeti değerlerinin yaklaşık 3 katı olduğu bulunmuştur.
- Kompozit malzemeler içerisindeki reçine oranlarının azalması, malzemelerin çekme mukavemetlerinde artışa neden olmuştur.
- Üretilen dört kompozit malzeme arasından, çekme mukavemeti en yüksek olan kompozit malzemenin 725 MPa ile UD%60CF%40PEİ olduğu belirlenmiştir.
- Kompozit malzemelerin Young modülü değerleri, çekme mukavemeti ile aynı trendi göstermiştir. Yani, Young modülü en yüksek olan malzemenin UD%60CF%40PEİ olduğu bulunmuştur.
- Kompozit malzemelerin % uzama oranlarının, reçine miktarından bağımsız olduğu görülmüştür. Twill CF içeren kompozit malzemelerin % uzama oranlarının, UD CF içeren kompozit malzemelere göre daha yüksek olduğu belirlenmiştir.
- PEİ reçinesine ve üretilen kompozit malzemelere DMA ve DSC testi yapılarak malzemelerin camsı geçiş sıcaklıklarının 200°C civarında olduğu belirlenmiştir. Dolayısıyla, malzemelerin termal kararlılığının çok yüksek olduğu ve çok yüksek sıcaklıklara kadar kullanılacakları sonucuna varılmıştır.
- PEİ reçinesinin ve üretilen kompozit malzemelerin viskoelastik özelliklerine DMA cihazı ile bakılarak PEİ reçinesi ve kompozit malzemelerin mekanik tepkisinin, sıcaklıkla üç farklı faza ayrıldığı tespit edilmiştir. Bu fazların karbon elyaf örgü tipinden ve içeriğinden bağımsız olduğu, sadece PEİ reçinesine bağlı olduğu bulunmuştur.

- Kompozit malzemelerin depolama ve kayıp modüllerinin, UD karbon elyaf ve reçine oranının artması ile arttığı görülmüştür. Dolayısıyla depolama ve kayıp modülü en yüksek olan malzeme UD%40CF%60PEİ malzemesi olarak bulunmuştur.
- UD%40CF%60PEİ kompozit malzemesinin depolama modülünün, PEİ reçinesinin depolama modülünün 12 katı olduğu belirlenmiştir. Bu oran, reçinenin elastikiyetinin 12 kat geliştirildiğini göstermiştir.
- UD%40CF%60PEİ kompozit malzemesinin kayıp modülünün, PEİ reçinesinin kayıp modülünün 10 katı olduğu bulunmuştur. Bu oran, reçinenin döngüsel yükleme altında enerjiyi dağıtabilme kabiliyetinin 10 kat geliştirildiğini göstermiştir.
- PEİ reçinesinin tan delta değerinin, kompozit malzemelerin tan delta değerlerinden daha yüksek olduğu bulunmuştur. Bu durum kompozit malzemelerin yapısına katılan karbon elyafların sönüm faktörünü azalttığını göstermiştir.
- Kompozit malzemelerin mekanik yaşlanma çalışmaları DMA cihazı ile yapılarak, TWILL%60CF%40PEİ, TWILL%40CF%60PEİ, UD%60CF%40PEİ ve UD%40CF%60PEİ kompozit malzemelerin 10 yıl sonra Young modüllerinin %44,3, %28,8, %48,0 ve %36,7 oranında azalacağı bulunmuştur.

Tez kapsamında elde edilen tüm bulgular değerlendirildiğinde, kompozit malzemelerin termal özelliklerinin, PEİ reçinesine bağlı olduğu görülmüştür. Termal özelliklerin karbon elyaf tipinden ve reçine oranından bağımsız olduğu tespit edilmiştir. Mekanik özelliklerin ise karbon elyaf tipine ve reçine oranına bağlı olduğu değerlendirilmiştir. UD CF dolgulu kompozit malzemelerin mekanik özelliklerinin, Twill CF dolgulu kompozit malzemelere göre daha iyi olduğu görülmüştür. Reçine oranının artması, malzemelerin viskoelastik özelliklerinin artmasını sağlarken, çekme mukavemetlerinin azalmasına neden olmuştur.

Üretilen kompozit malzemeler, mühimmatların gövde bütünü, kanat ve kanatçıklarında kullanılacağı için, bu malzemeler kullanımları sırasında aerodinamik yüklere, sürtünme kuvvetlerine ve hava muhalefetlerine maruz kalacaklardır. Uçuş sırasındaki aerodinamik yükler yaklaşık 0,1 MPa'dır ve sürtünme ve hava muhalefetlerinin oluşturacağı sıcaklık yaklaşık 80°C civarlarındadır. Üretilen kompozit malzemelerin termal ve mekanik

yaşlanma çalışmaları kullanım koşullarının çok üzerinde, daha zorlayıcı şartlarda yapılmıştır. Bu durumlar göz önünde bulundurulduğunda, üretilen kompozit malzemelerin mekanik ve termal özelliklerinin kullanım alanları için ne kadar güçlü oldukları sergilenmiştir.

Tüm bu değerlendirmeler göz önünde bulundurulduğunda, son kullanım alanına göre istenilen mekanik ve termal özellikleri optimum seviyede sağlayan kompozit malzemenin UD%60CF%40PEİ olduğu belirlenmiştir. UD%60CF%40PEİ kompozit malzemesi en yüksek çekme dayanımı ve Young modüle sahip malzemedir. Viskoelastik özellikleri, en yüksek viskoelastik özelliklere sahip UD%40CF%60PEİ kompozit malzemesine çok yakındır. Karakterize edilen tüm diğer özellikler, son kullanım alanları için uygundur.

Tez çalışması kapsamında üretilen kompozitler, el yatırması yöntemi ile üretilmiştir. Bu yöntemin dezavantajlarını ortadan kaldırmak ve seri üretime olanak sağlamak adına, gelecek çalışmalarda, kompozit malzemelerin reçine transfer yöntemi ile üretilmesi önerilmektedir.

## 6. KAYNAKLAR

- [1] Linnea Björkman, Alexandra Lidholm, Thermoplastic Composites in Aerostructure Industries, An evaluation report, KTH Royal Institute of Technology School of Industrial Engineering and Management, Stockholm, Sweden, 2017.
- [2] Jorge D'iaz, Luis Rubio, Developments to manufacture structural aeronautical parts in carbon fibre reinforced thermoplastic materials, *Journal of Materials Processing Technology*, 143–144 (2003) 342–346.
- [3] Mohit Sharma, Rao, Jayashree Bijwe, Influence of orientation of long fibers in carbon fiber–polyetherimide composites on mechanical and tribological properties, *Wear* 267 (2009) 839–845.
- [4] Jayashree Bijwe, Rekha Rattan, Afsar Fahim, Abrasive wear performance of carbon fabric reinforced polyetherimide composites: Influence of content and orientation of fabric, *Tribology International* 40 (2007) 844–854.
- [5] Shan-Shan Yao, Fan-Long Jina, Kyong Yop Rhee, David Huic, Soo-Jin Park, Recent advances in carbon-fiber-reinforced thermoplastic composites: A review, *Composites Part B* 142 (2018) 241–250.
- [6] Jorge Diaz, Luis Rubio, Developments to manufacture structural aeronautical parts in carbon fibre reinforced thermoplastic materials, *Journal of Materials Processing Technology* 143–144 (2003) 342–346.
- [7] Robert Jones, *Mechanics of Composite Materials*, Second Edition, Taylor & Francis Group, New York, 1999.
- [8] Composites,  
<https://www.essentialchemicalindustry.org/materials-and-applications/composites.html>,  
(Erişim tarihi: 18.01.2020).
- [9] Sevim Örs, Farklı Karbon Tekstilleriyle ve Reçinelerle Oluşturulan Karbon Kompozitlerin Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 2014.
- [10] Mark Tuttle, *Structural Analysis of Polymeric Composite Materials*, Second Edition, CRC Press Taylor & Francis Group, New York, 2013.

- [11] Tianyu Yu, Ziyang Zhang, Shutao Song, Yuanli Bai, Dazhong Wu, Tensile and flexural behaviors of additively manufactured continuous carbon fiber-reinforced polymer composites, *Composite Structures* 225 (2019) 111147.
- [12] Patrick Walsh, *Carbon Fibers*, ASM Handbook, Ohio, 2001.
- [13] Mohammad Jawaid, Mohamed Thariq, Naheed Saba, *Mechanical and Physical Testing of Biocomposites Fibre-Reinforced Composite and Hybrid Composites*, First edition, Woodhead Publishing, 2019.
- [14] Deborah Chung, Processing-structure-property relationships of continuous carbon fiber polymer-matrix composites, *Materials Science and Engineering R* 113 (2017) 1–29.
- [15] Mohit Sharma, Rao, Jayashree Bijwe, Influence of orientation of long fibers in carbon fiber–polyetherimide composites on mechanical and tribological properties, *Wear* 267 (2009) 839–845.
- [16] Joel Fried, *Polymer Science and Technology*, Second Edition, Prentice Hall (PTR), 2003.
- [17] Andrew Peacock, Allison Calhoun, *Polymer Chemistry Properties and Applications*, Hanser Publishers, Munich, 2006.
- [18] Michel Biron, *Thermosets and Composites Material Selection, Applications, Manufacturing and Cost Analysis*, Second Edition, Elsevier, 2014.
- [19] Clare Craver and Charles Carraher, *Applied Polymer Science: 21st Century*, Elsevier, Amsterdam-London-New York-Oxford-Paris-Shannon-Tokyo, 2000.
- [20] Michel Biron, *Thermoplastics And Thermoplastic Composites*, Second Edition, Elsevier, Amsterdam-Boston-Heidelberg-London-New York-Oxford Paris-San Diego-San Francisco-Singapore-Sydney-Tokyo, 2013.
- [21] *Composite Materials Handbook, Volume 3. Polymer Matrix Composites Materials Usage, Design and Analysis*, MIL-HDBK-17-3F, Volume 3 of 5, 17 June 2002.
- [22] Guijun Xian, Zhong Zhang, Sliding wear of polyetherimide matrix composites I. Influence of short carbon fibre reinforcement, *Wear* 258 (2005) 776–782.
- [23] Laurence McKeen, *Permeability Properties of Plastics and Elastomers*, 3rd Edition, William Andrew, 2012.

- [24] Linnea Björkman, Alexandra Lidholm, Thermoplastic Composites in Aerostructure Industries, An evaluation report, KTH Royal Institute of Technology School of Industrial Engineering and Management, Stockholm, Sweden, 2017.
- [25] Sanjay Mazumdar, Composite Manufacturing, Materials, Product, and Process Engineering, First edition, CRC Press, 2001.
- [26] Donald Rosato, Dominick Rosato, Reinforced Plastics Handbook, 3rd Edition, Elsevier Science, 2004.
- [27] Özgür Seydibeyoğlu, Amar Mohanty, Manjusri Misra, Fiber Technology for Fiber-Reinforced Composites, First edition, Woodhead Publishing, 2017.
- [28] Jürgen Buschow, Robert Cahn, Merton Flemings, Bernhard Ilchner, Edward Kramer, Subhash Mahajan, Patrick Veysi re, Encyclopedia of Materials: Science and Technology, First edition, Pergamon, 2001.
- [29] Anshuman Shrivastava, Introduction to Plastics Engineering, First edition, William Andrew, 2018.
- [30] Ashok Bhatnagar, Lightweight Ballistic Composites Military and Law-Enforcement Applications, 2. Edition, Woodhead Publishing, 2016.
- [31] Anthony Kelly, Carl Zweben, Comprehensive Composite Materials, First edition, Pergamon, 2000.
- [32] Johannes Karl Fink, High Performance Polymers, 2. Edition, William Andrew, 2014.
- [33] Anthony Bunsell, Handbook of Tensile Properties of Textile and Technical Fibres, First edition, Woodhead Publishing, 2009.
- [34] Michio Inagaki, New Carbons - Control of Structure and Functions, First edition, Elsevier Science, 2000.
- [35] George Kyzas, Athanasios Mitropoulos, Advanced Low-Cost Separation Techniques in Interface Science, First edition, Academic Press, 2019.
- [36] Boris Mahltig, Yordan Kyosev, Inorganic and Composite Fibers Production, Properties and Applications, First edition, Woodhead Publishing, 2019.
- [37] Vladan Koncar, Smart Textiles for In Situ Monitoring of Composites, First edition, Woodhead Publishing, 2018.



[38] Ramon van der Valk, Feasibility study on a composite quay wall, Gemeente Rotterdam Delft University of Technology, 2016.

[39] Different Types of Twill Weave,

<https://textilelearner.blogspot.com/2013/07/different-types-of-twill-weave.html>, (Eriřim tarihi: 7.12.2019).

[40] Rose Sinclair, Textiles and Fashion Materials, Design and Technology, First edition, Woodhead Publishing, 2014.

[41] Porter Irving and Costas Soutis, Polymer Composites in the Aerospace Industry, First edition, Woodhead Publishing, UK, 2015.

[42] Molded Fiber Glass Companies, Open Molding,

<https://www.moldedfiberglass.com/processes/open-molding-process> (Eriřim tarihi: 08.12.2019).

[43] Vac Aero International, Vacuum Systems for Composite Manufacturing,

<https://vacaero.com/information-resources/vac-aero-training/180484-vacuum-systems-for-composite-manufacturing.html> (Eriřim tarihi: 08.12.2019).

[44] Ayřegül Akdoğan Eker, Plastik Matrisli Kompozitler,

<https://docplayer.biz.tr/32390798-%20Plastik-matrisli-kompozitler-prof-dr-aysegul-akdogan-eker.html> (Eriřim tarihi: 08.12.2019).

[45] Kompozit Üretim Yöntemleri,

[http://kisi.deu.edu.tr//cesim.atas/kompozit/4\\_%20Uretim%20Yontemleri.pdf](http://kisi.deu.edu.tr//cesim.atas/kompozit/4_%20Uretim%20Yontemleri.pdf), (Eriřim tarihi: 21.01.2020).

[46] Mehmet Sarıbyık, Alper Cumhur, Ferhat Aydın, Ali Sarıbyık, Naci Çağlar, Pultrüzyon Metodu ile Üretilen Cam Fiber Takviyeli Plastik Profillerin Sera Modellemesinde Kullanılması, Uluslararası Deprem ve Yapı Mühendisliğinde Geliřmeler Sempozyumu, Süleyman Demirel Üniversitesi, Isparta-Antalya, Türkiye, 2007.

[47] Pultrusion-Process,

<https://fiberfence.com/about-composite/the-process/pultrusion-process/>, (Eriřim tarihi: 21.01.2020).

- [48] Matthias Wagner, Thermal Analysis in Practice, First Edition, Carl Hanser Verlag, Munich 2018.
- [49] Paulo Davim, Mechanical Behaviour of Biomaterials, First Edition, Woodhead Publishing, 2019.
- [50] Ramachandran, James Beaudoin, Ralph Paroli, Ana Delgado, Handbook of Thermal Analysis of Construction Materials, First Edition, William Andrew Publishing, 2002.
- [51] Termal Analiz Metotları,  
<https://slideplayer.biz.tr/slide/12023919/>, (Erişim tarihi: 01.02.2020).
- [52] Günther Höhne, Wolfgang F. Hemminger, H.-J. Flammersheim, Differential Scanning Calorimetry, 2nd revision, Springer, Verlag Berlin Heidelberg New York, 2003.
- [53] Termal Analiz Yöntemleri,  
[http://bilsenbesergil.blogspot.com/p/blog-page\\_118.html](http://bilsenbesergil.blogspot.com/p/blog-page_118.html), (Erişim tarihi: 01.02.2020).
- [54] M. P. Sepe, Thermal Analysis of Polymers, Rapra Review Reports, Volume 8, Number 11, 1997.
- [55] Alan Riga, Michael Neag, Materials Characterization by Thermomechanical Analysis, ASTM, Philadelphia, PA 19103, 1991.
- [56] Terry M. Tritt, Thermal Conductivity: Theory, Properties, and Applications, First Edition, Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York, 2004.
- [57] Kevin P. Menard, Dynamic Mechanical Analysis: A Practical Introduction, Second Edition, CRC Press, Boca Raton, London, New York, 2008.
- [58] Hubert Lobo, Jose V. Bonilla, Handbook of Plastics Analysis, First Edition, Taylor Francis e-Library, New York, 2005.
- [59] William Callister, David G. Rethwisch, Materials Science and Engineering, 9th Edition, John Wiley Publishers, 2014.
- [60] Joseph R. Davis, Tensile Testing, 2nd Edition, ASM International, 2004.
- [61] Konrad Herrmann, Hardness Testing: Principles and Applications, First Printing, ASM International, Ohio, 2011.

- [62] S.V Gupta, Practical Density Measurement and Hydrometry, Institute of Physics Publishing, Bristol and Philadelphia, 2002.
- [63] Li-Hsiang Perng, Thermal decomposition characteristics of poly(ether imide) by TG/MS, Journal of Polymer Research (2000) 185–193.
- [64] Natassia L Batista, Michelle Leali Costa, Koshun Iha and Edson C Botelho, Thermal degradation and lifetime estimation of poly(ether imide)/ carbon fiber composites, Journal of Thermoplastic Composite Materials (2015) 265–274.
- [65] Y. N. Gupta, Amitabh Chakraborty, G. D. Pandey, D. K. Setua, Thermal and Thermooxidative Degradation of Engineering Thermoplastics and Life Estimation, Journal of Applied Polymer Science (2004) 1737–1748.
- [66] Jayashree Bijwe, Rekha Rattan, Carbon fabric reinforced polyetherimide composites: Optimization of fabric content for best combination of strength and adhesive wear performance, Wear 262 (2007) 749–758.
- [67] Ahmad Fauzi Ismail, Kailash Chandra Khulbe, Takeshi Matsuura, Reverse Osmosis, First Edition, Elsevier, 2018.
- [68] Hoss Belyadi, Ebrahim Fathi, Fatemeh Belyadi, Hydraulic Fracturing in Unconventional Reservoirs Theories, Operations, and Economic Analysis, 2nd Edition, Gulf Professional Publishing, 2019.
- [69] Mizi Fan and Feng Fu, Advanced High Strength Natural Fibre Composites in Construction, First Edition, Woodhead, 2016.
- [70] Jayashree Bijwe, Rekha Rattan, Afsar Fahim, Abrasive wear performance of carbon fabric reinforced polyetherimide composites: Influence of content and orientation of fabric, Tribology International 40 (2007) 844–854.
- [71] Qipeng Guo, Thermosets Structure, Properties and Applications, 1st Edition, Woodhead Publishing, 2012.
- [72] Zhongyang Tan, Jun Wang, Yanqiong Ma, Daming Wang, Xiaogang Zhao, Chunhai Chen, Dynamic mechanical property and interlaminar shear strength of the carbon fabric-reinforced polyetherimide composite based on the polyetherimide resin films, Polymer Composites 38 (2017) 663–672.

- [73] Khouloud Jlassi, Mohamed M. Chehimi, Sabu Thomas, Clay-Polymer Nanocomposites, First Edition, Elsevier, 2017.
- [74] Theodore Eliades, William A. Brantley, Orthodontic Applications of Biomaterials, First Edition, Woodhead Publishing, 2017.
- [75] Xia Sheng, Mufit Akinc, Michael R. Kessler, Creep behavior of bisphenol E cyanate ester/alumina nanocomposites, Materials Science and Engineering A 527 (2010) 5892-5899.
- [76] Rongzhi Li, Time-temperature superposition method for glass transition temperature of plastic materials, Materials Science and Engineering A278 (2000) 36-45.