

**GRAFEN NANOPLALETEL, NANO GADOLİNYUM
OKSİT VE MİKRO SİLİKA JEL KATKILI EPOKSİ
KOMPOZİTLERİN ELEKTROMANYETİK
KALKANLAMA VE AKUSTİK ÖZELLİKLERİNİN
İNCELENMESİ**

**INVESTIGATION OF ELECTOMAGNETIC SHIELDING
AND ACOUSTIC PROPERTIES OF GRAPHENE
NANOPLALETEL, NANO GADOLINIUM OXIDE AND
MICRO SILICA GEL FILLED EPOXY COMPOSITES**

İSMAİL MELİK TAŞ

PROF. DR. SEVGİ BAYARI

Tez Danışmanı

Hacettepe Üniversitesi

Lisansüstü Eğitim-Öğretim ve Sınav Yönetmeliğinin

Fizik Mühendisliği Anabilim Dalı için Öngördüğü

YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak hazırlanmıştır.

2023

Sevgili Eşim Derya ve Oğlum Mete'ye...

ÖZET

GRAFEN NANOPLATELET, NANO GADOLİNYUM OKSİT VE MİKRO SİLİKA JEL KATKILI EPOKSİ KOMPOZİTLERİN ELEKTROMANYETİK KALKANLAMA VE AKUSTİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

İsmail Melik TAŞ

Yüksek Lisans, Fizik Mühendisliği Bölümü

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Sevgi BAYARI

Haziran 2023, 136 sayfa

Günümüzde haberleşme ve karmaşık elektronik sistemlerin kullanımının artmasıyla birlikte oluşan elektromanyetik girişim, özellikle hassas elektronik sistemlerin kullanıldığı, havacılık, savunma sanayii, otomotiv ve bankacılık gibi alanlarda sistemlerin çalışmasını, korunmasını ve insan sağlığını olumsuz yönde etkileyebilmektedir. Bu durumun önüne geçebilmek için istenmeyen elektromanyetik dalgaların engellenmesi (kalkanlama) gerekmektedir. Metaller genellikle elektromanyetik dalgaları yansıtıcı özellikleri sayesinde kalkanlama malzemesi olarak kullanılmaktadır. Ancak metallerin ağır olması ve çevresel koşullara karşı dayanımının (oksitlenme vb.) az olması, alternatif kalkanlama malzemelerinin geliştirilmesine duyulan ihtiyacı artırmaktadır. Nanokompozit malzemeler, hafif ve işlenebilen yapıları, çevresel şartlara karşı dayanıklı olmaları ve maliyet etkin özellikleri nedeniyle birçok alanda kullanılmaktadır.

Otomotiv, havacılık ve savunma sanayii alanlarında kullanılan (araçlar, sivil ve askeri uçaklar, füze vb.) sistemlerde ses yalıtımı, insan sağlığı ve konforu gibi nedenlerle, önemli hale gelmektedir. Bu nedenle, elektromanyetik ve ses dalgalarının aynı malzeme tarafından engellenmesi maliyet etkin bir çözüm sunabilmektedir.

Grafen ve türevlerinin, matris olarak yaygın kullanılan çeşitli polimerlere dolgu malzemesi olarak eklenmesinin matrisin mekaniksel, termal, optik ve elektriksel özelliklerini zenginleştirebildiği bilinmektedir. Grafen nanoplatelet (GNP), diğer grafen türevleri ile

karşılaştırıldığında daha üstün mekanik, termal, elektriksel iletkenlik, optik özelliği ve polimer ile etkileşebilecek iki boyutlu geniş yüzey temas alanına sahiptir. Bu özelliklerle zenginleştirilmiş GNP-polimer nanokompozitler, savunma, otomotiv, enerji gibi endüstriyel alanlarda umut vaat etmektedir.

Epoksi reçine, termoset bir polimer olup mükemmel korozyon özelliği, su direnci, elektrik yalıtkanlığı ve maliyeti ile endüstriyel olarak kullanımı yaygın bir malzemedir. Ancak düşük darbe direnci/mukavemet gibi istenmeyen etkileri olduğundan grafen, GNP, karbon nanotüpler (CNT) gibi malzemeler, epoksinin istenmeyen özelliklerini iyileştirmektedir.

Silika gibi düşük maliyetli inorganik dolgu malzemesinin polimere eklenmesi, polimerin performansını artırmak için etkin yollardan biridir. Silika jel tozu, yüksek yüzey alanı, gözenekli yapısı, düşük termal iletkenliği ve yüksek alev direnci nedeniyle iyi bir ses yalıtım malzemesidir. Bu nedenle, epoksiye silika jel parçacıkların eklemesi ile elektriksel yalıtım, termal kararlılık ve mekaniksel dayanıklılık artırıldığı gibi, bu yeni kompozit, ses yalıtımı için de etkin malzemelerden biri haline gelebilmektedir.

Yüksek lisans tez kapsamında, epoksi matrise belirli oranlarda (ağırlıkça %0,5, %5, %10) grafen nanoplatelet (GNP) ve manyetik özellikli nano gadolinyum oksit (Gd_2O_3) parçacıkları (ağırlıkça %1, %5, %10) katkılanarak elde edilen nano kompozitlerin, elektromanyetik kalkanlama etkinliği (SE) koaksiyel iletim hattı sistemi ile ölçülmüştür. Ölçümler 30 MHz-1,5 GHz ve 1,5-10 GHz frekans aralığında alınmıştır.

Epoksiye belirli oranlarda (ağırlıkça %5, %10, %15, %20) silika jel parçacıkları, GNP (ağırlıkça %0,5, %5, %10), Gd_2O_3 nano parçacıkları (ağırlıkça %1) katkılanarak üretilen kompozitlerde ses yalıtım özelliğinin belirlenmesi için ses iletim kaybı (TL) empedans tüpü ile ölçülmüştür. TL ölçümleri 100-1400 Hz ve 800-6400 Hz frekans aralığında alınmıştır.

Amaç, elektromanyetik kalkanlama ve ses yalıtım özellikleri en iyi olabilecek kompozit oluşturabilmek ve bu kompozitlerde epoksi matrise eklenen katkı malzemelerinin katkı oranlarını optimize edebilmektir.

Kompoziti oluşturan bileşenler ve kompozitlerin yapısal karakterizasyonu, X-Işını Kırınımı (XRD) ve Fourier Dönüşümlü İnfrared (FTIR) spektroskopisi teknikleri ile yapılmıştır.

Ses iletim kaybı ölçümlerinde, kompozitlerin düşük frekanslarda 35-45 dB, yüksek frekanslarda ise 35-55 dB'lik önemli ses iletim kaybı değerlerine ulaşılması, bu malzemelerin ses yalıtım malzemesi olarak kullanılabilceğini göstermiştir.

Kalkanlama etkinliđi ölçümleri sonucunda, 30 MHz-1,5 GHz frekans aralıđında kompozitlerde kalkanlama özelliđi belirlenememiştir. 1,5-10 GHz frekans aralıđında ise 1,62 GHz'de en yüksek SE deđeri, %10 GNP ve %10 Gd₂O₃ katkılama oranında 11 dB olarak ölçülmüştür. 8,5 GHz civarında ise en yüksek kalkanlama etkinliđi %10 GNP ve %1 Gd₂O₃ katkılama oranı yaklaşık 8,5 dB olarak ölçülmüştür.

GNP katkılama oranı arttıkça, elektrik direnç deđerinin azaldıđı, buna bađlı olarak elektriksel iletkenlik deđerinin arttıđı bulgusuna ulaşılmıştır. GNP ile birlikte Gd₂O₃ katkılanmasının elektriksel direnci daha düşürerek iletkenliđi önemli ölçüde arttırdıđı bulunmuştur.

Anahtar Kelimeler: Epoksi kompozit, Grafen nanoplatelet, Silika jel, Gadolinyum oksit, Elektromanyetik kalkanlama, Ses iletim kaybı

ABSTRACT

INVESTIGATION OF ELECTROMAGNETIC SHIELDING AND ACOUSTIC PROPERTIES OF GRAPHENE NANOPATELET, NANO GADOLINIUM OXIDE AND MICRO SILICA GEL FILLED EPOXY COMPOSITES

İsmail Melik TAŞ

Master of Science, Department of Physics Engineering

Supervisor: Prof. Dr. Sevgi BAYARI

June 2023, 136 pages

These days, because of the increase in communication and complex electronic systems, electromagnetic interference can adversely affect the operation, protection of systems and human health, particularly in aviation, the defense industry, automotive and banking, where sensitive electronic systems are used. In order to prevent this situation, it is necessary to shield unwanted electromagnetic waves. Metals are generally used as shielding materials due to their reflective properties of electromagnetic waves. However, since metals are heavy materials and have low resistance to environmental conditions, there is a need to develop alternative shielding materials. Nanocomposite materials are used in many fields due to their light and flexible structures, their resistance to environmental conditions and their cost-effectiveness.

Sound insulation in the automotive, aerospace and defense industries (vehicles, civil and military aircraft, missiles, etc.) has become important due to negative effects of noise on human health and comfort. Therefore, a material that has features of good sound absorber and electromagnetic shielding effectiveness can be effective solution.

It is known that the addition of graphene and its derivatives to various polymers used as a matrix enriches the mechanical, thermal, optical and electrical properties of the matrix. Compared to other graphene derivatives, graphene nanoplatelet (GNP) shows superior mechanical, thermal, electrical conductivity, optical properties and has two-dimensional

large surface contact area that can interact with a polymer. Consequently, GNP-polymer nanocomposites are promising materials in industrial areas such as defense, automotive and energy.

Epoxy resin is low cost thermoset polymer exhibit resistance to water, excellent corrosion and electrical insulation properties which is widely used in industry. However, since they have undesirable effects such as low impact resistance/strength, fillers such as graphene, GNP, carbon nanotubes (CNT) improve the undesired properties of epoxy.

Addition of the low-cost inorganic fillers such as silica into the polymer is one of the effective ways to improve the performance of the polymer. Silica gel is a worthy sound insulation material due to its high surface area, porous structure, low thermal conductivity, and high flame resistance. The electrical insulation, thermal stability and mechanical properties of epoxy composites enhance due to the addition of silica gel particles, and can also improve the sound insulation property.

Within the scope of thesis, electromagnetic shielding efficiency (SE) of graphene nanoplatelet (GNP) filled epoxy with different contents (0.5, 5 and 10 wt%) and magnetic nano gadolinium oxide (Gd_2O_3) particles filled epoxy nanocomposites (1, 5 and 10 wt%) nano composites were measured by a coaxial transmission line system. The measurements were performed in the range of frequencies from 30 MHz to 1.5 GHz and from 1.5 to 10 GHz.

To determine the sound insulation properties in epoxy composites and the effects of filler type and filler content, the samples were prepared with silica gel micro particles (5, 10, 15 and 20 wt %), GNP (0.5, 5 and 10 wt%) and Gd_2O_3 nano particles (1 wt%). The sound transmission loss (TL) was measured by using an impedance tube in the range of frequencies from 100 to 1400 Hz and from 800 to 6400 Hz.

The goal of this thesis is to evaluate the electromagnetic shielding and sound insulation performance of composites and determine the type and optimal content of filler to be used in epoxy matrix.

The characterization of the filler materials and composites was made by means X-ray diffraction (XRD) and Fourier Transform Infrared spectroscopy (FTIR) techniques.

The transmission loss of the composites was significantly higher (35-45 dB at low frequencies and 35-55 dB at high frequencies); therefore they can be used as sound insulation materials.

The shielding performance of the composites could not be observed in the 30 MHz-1.5 GHz frequency range. The highest SE was found to be 11 dB in GNP -epoxy and Gd₂O₃-epoxy nanocomposites containing 10 wt % GNP and Gd₂O₃ at 1.62 GHz in the 1.5-10 GHz frequency range.

The highest SE was found to be 11 dB in GNP -epoxy and Gd₂O₃-epoxy nanocomposites containing 10 wt % GNP and Gd₂O₃ at 1.62 GHz in the 1.5-10 GHz frequency range. The GNP -epoxy and Gd₂O₃-epoxy nanocomposites containing 10 wt % GNP and 1 wt% Gd₂O₃ exhibit an SE value of ~8.5 dB at 8.5 GHz.

The electrical conductivity increased as the GNP content increased, due to electrical resistance decrease. It was found that electrical resistance decrease and the electrical conductivity increases significantly in GNP-Gd₂O₃-epoxy nanocomposites.

Keywords: Composite, Epoxy, Graphene nanoplatelet, Nano Gadolonium oxide, Electromagnetic Sheilding, Sound Tranmittance Loss

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans tezimin belirleme aşamasından sonuna kadar büyük bir özveriyle yardımlarını esirgemeyen, bütün bilgi birikimiyle bana yol gösterip rehberlik eden Prof. Dr. Sevgi BAYARI'ya,

Elektromanyetik kalkanlama ölçümlerinin alınmasında, değerlendirmesinde ve tezimin şekillenmesinde büyük emek harcayan Hilal AYDIN, Burak DEMİRDÖĞEN ve Dr. Zafer BELİRGİN'e, akustik ölçümleri kapsamında yoğun mesai ile birlikte yardımcı olan Gülnihan ATAY ve Doç. Dr. Zühre Sü GÜL'e,

Infrared Spektroskopisi ölçümlerinin alınmasında değerli katkılar veren Yüksek İhtisas Üniversitesi Öğretim Üyesi Dr. Dilek YONAR'a, tezim kapsamında her türlü soruma yardımcı olan, teknik desteğini esirgemeyen ve lisans eğitimimden itibaren bana çok katkı veren Hacettepe Üniversitesi Fizik Mühendisliği Öğretim Üyesi Prof. Dr. Akın BACIOĞLU'na,

X-ışınımı kırınımı ölçümlerinde ve enerjisiyle tezimde desteklerini esirgemeyen Hacettepe Üniversitesi Fizik Mühendisliği Öğretim Üyesi Prof. Dr. Leyla YILDIRIM'a, iletkenlik ölçümleri için Hacettepe Üniversitesi Nanoteknoloji ve Nanotıp Anabilim Dalı Öğretim Üyesi Dr. Mehmet BURAK KAYNAR'a, örnek kalıplarının teknik çizimleri konusunda büyük destek sağlayan Hacettepe Üniversitesi Fizik Mühendisliği Araştırma Görevlisi Adnan Müslüm MENEVŞE'ye,

Her zaman bana desteklerini ve yardımlarını hissettiğim Savunma Sanayii Başkanlığı'ndaki saygıdeğer mesai arkadaşlarım ve amirlerime,

Hayatımın her anında olduğu gibi yüksek lisans çalışmalarım da beni destekleyen, iyi ve kötü günümde yanımda olan, kendi çalışma azmiyle örnek aldığım sevgili eşim Dr. Derya ÖZDEMİR TAŞ'a,

Hayatıma neşe getiren canım oğlum Mete TAŞ'a,

Eğitimim için yaptıkları fedakârlıklarıyla beni bugünlere getiren ve dualarıyla beni hep düşünen sevgili annem Hatice TAŞ'a, babam Süleyman TAŞ'a ve kardeşim Cihat TAŞ'a sonsuz şükranlarımı sunuyorum.

İÇİNDEKİLER

ÖZET	i
ABSTRACT	iv
TEŞEKKÜR	vii
İÇİNDEKİLER.....	viii
ŞEKİLLER DİZİNİ	xi
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	xv
SİMGELER VE KISALTMALAR	xvi
1.GİRİŞ.....	1
2.GENEL BİLGİLER.....	7
2.1. Kompozit Malzemeler.....	7
2.2. Nanokompozit Malzemeler.....	9
2.3. Matris	11
2.3.1 Seramik Matrisli Kompozitler.....	11
2.3.2. Metal Matrisli Kompozitler.....	12
2.3.3. Polimer Matrisli Kompozitler	13
2.3.3.1. Termoplastik	14
2.3.3.2. Termoset.....	15
2.3.3.3. Elastomer	16
2.3.3.4. Epoksi Reçine	17
2.3.3.5. Tez Çalışmasında Kullanılan Epoksi Reçine ve Sertleştirici.....	20
2.4. Takviye/Dolgu Malzemeleri	23
2.4.1. Karbon Esaslı Nano Malzemeler.....	23
2.4.1.1. Grafen.....	23
2.4.1.2. Grafen Nanoplatetler.....	26
2.4.1.3. Silika ve Silika jel	28

2.4.1.4. Gadolinyum Oksit.....	30
2.5. Elektromanyetik Dalgalar	31
2.6. Elektriksel İletkenlik.....	34
2.7. Elektromanyetik Spektrum	36
2.8. Elektromanyetik Kalkanlama.....	38
2.9. Elektromanyetik Kalkanlama Etkinliği Ölçüm Yöntemleri.....	43
2.10. Kalkanlama Malzemeleri	44
2.11. Ses Dalgası.....	46
2.11.1. Akustik Parametreler	48
2.11.1.1. Soğurma Katsayısı.....	50
2.11.1.2. Ses İletim Kaybı	51
2.12. Sesin Bir Arayüzeyden Yansıması ve Geçmesi.....	52
2.13. Empedans Tüpü.....	54
2.14. Akustik Parametreler ile İlgili Çalışmalar	55
2.15. X-Işını Kırınım Yöntemi.....	57
2.16. İnfrared Spektroskopisi	58
3.DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....	61
3.1. Kullanılan Malzemeler.....	61
3.1.1. Epoksi Reçine.....	61
3.1.2. Grafen Nanoplatelet ve Gadolinyum Oksit.....	61
3.2. Örnek Kalıpları ve Örneklerin Hazırlanması	62
3.2.1. Akustik Ölçümleri İçin Kalıpların Hazırlanması	63
3.2.2. Akustik Ölçümler İçin Örnek Hazırlanması.....	63
3.2.3. Elektromanyetik Kalkanlama Testi İçin Kalıp Hazırlanması	67
3.2.4. Elektromanyetik Kalkanlama Testi İçin Örnek Hazırlanması	69
3.3. Karakterizasyon	72
3.3.1. X-Işını Toz Kırınımı (XRD) Desenleri	72

3.3.2. ATR-FTIR Spektrumlarının Kaydedilmesi.....	72
3.3.3. İletkenlik Ölçümleri	73
3.3.4. Ses İletim Kaybı Ölçümleri.....	74
3.3.5. Elektromanyetik Kalkanlama Ölçümleri.....	75
4.SONUÇLAR VE TARTIŞMA.....	79
4.1. XRD Desenlerinin İncelenmesi	79
4.2. ATR-FTIR Spektrumlarının Değerlendirilmesi.....	82
4.2.1. Epoksi Bileşenlerinin ve Kürlenmiş Epoksi ReçineninATR-FTIR Spektrumları	82
4.2.2. Silika Jel ve Silika Jel - Epoksi Kompozit Örneklerinin ATR-FTIR Spektrumları	88
4.2.3. GNP - Epoksi ve Silika Jel - GNP- Gd ₂ O ₃ - Epoksi Kompozitlerin ATR-FTIR Spektrumları	90
4.3. Ses İletim Kaybı Ölçümlerinin Değerlendirilmesi.....	93
4.4. Elektromanyetik Kalkanlama Ölçümlerinin Değerlendirilmesi	100
4.5 İletkenlik Ölçümlerinin Değerlendirilmesi	109
5.YORUM	115
6.KAYNAKLAR.....	118
EKLER	135
EK-1 Tez Çalışması Orjinallik Raporu.....	135
ÖZGEÇMİŞ.....	Hata! Yer işareti tanımlanmamış.

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1. Kompozitlerin takviye ve matris çeşitlerine göre sınıflandırılması	8
Şekil 2.2. Epoksi (Oksiran) grubu	18
Şekil 2.3. Bisfenol A ve Bisfenol F'nin kimyasal yapısı	18
Şekil 2.4. Epoksi reçinelerin genel özellikleri.....	19
Şekil 2.5. Bisfenol A Diglisidil Eter'in kimyasal yapısı	20
Şekil 2.6. C12-C14 Alifatik Glisidil Eter'in kimyasal yapısı.....	21
Şekil 2.7. Sikloalifatik amin bazlı sertleştiriciler içinde en fazla kullanılan moleküllerin kimyasal yapıları	22
Şekil 2.8. Karbon allotopları	24
Şekil 2.9. Tek katmanlı grafen tabakası (a) Çok katmanlı grafen (www.graphene.weebly.com, 2023) (b).....	25
Şekil 2.10. Doğal grafitten grafen nanoplateletlerin elde edilme şeması (Cataldi ve ark., 2018)	27
Şekil 2.11. Silisyum dioksit Lewis yapısı (a) Silisyum dioksit üç boyut ağ yapısı ve Silika jel ağ yapısı (c).....	28
Şekil 2.12. Gadolinyum oksit (Gd_2O_3) kübik yapı (Abdelrehman ve ark., 2020).....	31
Şekil 2.13. x doğrultusunda yayılan elektromanyetik dalga.....	32
Şekil 2.14. Dört nokta prob yöntemi.....	35
Şekil 2.15. Bazı materyallerin elektrik iletkenliği (Imran and Shivakumar, 2017).....	36
Şekil 2.16. Elektromanyetik spektrum.....	37
Şekil 2.17. Kalkanlama kullanımına ilişkin örnek: içeride yayılan dalgalar (a) ve dışarıdan gelen dalgalar (b).....	39
Şekil 2.18. Elektromanyetik dalganın kalkan malzeme ile etkileşmesi.....	41
Şekil 2.19. Elektromanyetik kalkanlama malzemeleri	45
Şekil 2.20 Ses dalgası (k dalga sayısı, ω : açısal frekans).....	47
Şekil 2.21. İnsanın duyabileceği ses frekans aralığı	48
Şekil 2.22. Ses iletim kaybı	51
Şekil 2.23. Normal doğrultuda gelen ve geçen dalgalar bir arakesit (üst) L kalınlıklı bir bariyer (alt)	53
Şekil 2.24. Dört mikrofonlu empedans tüpü şematik gösterim (Levi ve ark., 2021)	55
Şekil 2.25. Bragg yasası (Veçter, 2023)	58
Şekil 3.1. Kompozit örneklerin hazırlanma aşamalarının şeması	62

Şekil 3.2. Akustik örnekler için kullanılan silikon kalıplar.....	63
Şekil 3.3. Bronson ultrasonik banyo	65
Şekil 3.4. Nüve-EV 018 vakumlu fırın.....	65
Şekil 3.5. Silikon kalıp içinde epoksi reçine (sol) ve kalıptan çıkarıldıktan sonra (sağ) ..	65
Şekil 3.6. GNP ve epoksinin manyetik karıştırıcıda karıştırılması	66
Şekil 3.7. EMI testi kalıbı teknik çizimi (30 MHz-1,5 GHz için, Kalınlık: 5 mm).....	68
Şekil 3.8. EMI testi için üretilen silikon kalıplar (30 MHz-1,5 GHz).....	68
Şekil 3.9. EMI testi kalıbı teknik çizimi (1,5-10 GHz için, Kalınlık: 1.5 mm).....	69
Şekil 3.10. EMI testi için üretilen silikon kalıplar (1,5-10 GHz)	69
Şekil 3. 11. 30 MHz-1,5 GHz EMI testi için hazırlanan örnekler	70
Şekil 3.12. 1,5-10 GHz EMI ölçümleri için hazırlanan örnekler.....	71
Şekil 3.13. İletkenlik ölçümü düzeneği ve testin gerçekleştirilmesi.....	73
Şekil 3.14. Ses iletim kaybı ölçüm örneklerinin yerleşimi.....	74
Şekil 3.15. Ses iletim kaybı ölçümünde kullanılan empedans tüpü.....	74
Şekil 3.16. ASTM D4935-10 test düzeneği.....	75
Şekil 3.17. EM kalkanlama ölçümü için kullanılan ağ analizörü (Keysight, 2023).....	75
Şekil 3.18 EM kalkanlama test fikstürleri EM-2107A (Electro-Metrics, 2023a) solda ve EM-2108 (Electro-Metrics, 2023b) sağda.....	76
Şekil 3.19. 30 MHz-1,5 GHz için örnek ve test fikstürü	77
Şekil 3.20. 1,5-10 GHz için örnek ve test fikstürü	78
Şekil 4.1 Grafen nanoplatelet (GNP)'in XRD deseni	79
Şekil 4.2 Gadolinyum oksit (Gd_2O_3) nano tozunun XRD deseni	80
Şekil 4.3. Silika Jelin (bağlayıcı $CaSO_4$) XRD deseni	81
Şekil 4.4. Epoksi XRD deseni	82
Şekil 4.5. Sıvı formda epoksi reçine (A Bileşeni), sıvı formda sertleştirici (B Bileşeni) ve kürlenmiş katı formda epoksi reçinenin ATR-FTIR spektrumları.....	83
Şekil 4.6. Oksiran halkasının aminle açılma mekanizması.....	86
Şekil 4.7. Sıvı formda epoksi reçinenin (A bileşeni), sıvı formda sikloalifatik amin bazlı sertleştiricinin (B bileşeni) ve kürleşmiş katı formda epoksi reçinenin 1800-450 cm^{-1} dalga sayısı aralığındaki ATR-FTIR spektrumları ve gözlenen bantların dalga sayıları (cm^{-1}).....	87
Şekil 4.8. Toz formundaki silika jelin ATR-FTIR spektrumu	88
Şekil 4.9. Silika jel (Ağırlıkça %5, %10 ve %15) dolgulı epoksi kompozitlerin ATR-FTIR spektrumları.....	90

Şekil 4.10. GNP (Ağırlıkça %0,5, %5 ve %10) katkılı epoksi kompozitlerin ATR-FTIR spektrumları.....	91
Şekil 4.11. Kùrlenmiş Epoksi, nano gadolinyum oksit ve nano gadolinyum oksit (Ağırlıkça %1) katkılı epoksi kompozitin ATR-FTIR spektrumları.....	92
Şekil 4.12. Kùrlenmiş epoksi, GNP (Ağırlıkça %0,5) –Gd ₂ O ₃ (Ağırlıkça %1) epoksi kompozitleri ve GNP+ Gd ₂ O ₃ + silika jel (Ağırlıkça %5, %10 ve %15) katkılı epoksi kompozitlerin ATR-FTIR spektrumları.....	93
Şekil 4.13. Tüm örneklerde düşük frekans aralığında ses iletim kaybının frekansa baėlı deėişimi.....	94
Şekil 4.14. Epoksi-Silika jel grubu düşük frekans aralığında ses iletim kaybının frekansa baėlı deėişimi.....	95
Şekil 4.15. GNP grubu düşük frekans aralığında ses iletim kaybının frekansa baėlı deėişimi	95
Şekil 4.16. GNP- Gd ₂ O ₃ -Silika jel grubu düşük frekans aralığında ses iletim kaybının frekansa baėlı deėişimi	96
Şekil 4.17. Tüm örneklerin yüksek frekans aralığında ses iletim kaybının frekansa baėlı deėişimi.....	97
Şekil 4.18. Epoksi-Silika jel grubu yüksek frekans aralığında ses iletim kaybının frekansa baėlı deėişimi.....	97
Şekil 4.19. Epoksi-GNP grubu yüksek frekans aralığında ses iletim kaybının frekansa baėlı deėişimi.....	98
Şekil 4.20. GNP- Gd ₂ O ₃ -Silika jel grubu yüksek frekans aralığında ses iletim kaybının frekansa baėlı deėişimi	98
Şekil 4.21. Saf epoksi için EM kalkanlama ölçümleri (30 MHz-1,5 GHz) Yansıma (Y), Soėurma (S) ve Geçirme (G) grafiėi.....	100
Şekil 4.22. GNP, Silika jel ve Gd ₂ O ₃ katkılı epoksi kompozit örneklerini kalınlıėa baėlı baėlı sayım deėerleri sol (GM Sayacı- ⁶⁰ Co), saė (Sintilasyon Dedektörü- ⁶⁰ Co).....	101
Şekil 4.23. Epoksi, %0,5, %5 ve %10 GNP katkılı epoksi kompozitlerin, elektromanyetik kalkanlama Yansıma (Y), Soėurma (S) ve Geçirme (G) deėerlerinin frekansa göre deėişim grafikleri (1,5-10 GHz).....	102
Şekil 4.24. % 10 GNP + (% 1, %5 ve % 10) Gd ₂ O ₃ , % 15 silika jel, % 10 GNP+ % 15 silika jel katkılı epoksi kompozitlerin, elektromanyetik kalkanlama, Yansıma (Y),	

Soğurma (S) ve Geçirme (G) değerlerinin frekansa göre değişim grafikleri (1,5-10 GHz).....	103
Şekil 4.25. Epoksi, % 0,5, %5 ve %10 GNP katkılı epoksi nano kompozitlerin, kalkanlama etkinliği değerlerinin frekansa göre değişim grafikleri (1,5-10 GHz).	104
Şekil 4.26. % 10 GNP+(% 1, % 5, % 10) Gd ₂ O ₃ , % 15 Silika jel, % 10 GNP+% 15 Silika jel katkılı epoksi nanokompozitlerin kalkanlama etkinliği değerlerinin frekansa göre değişim grafikleri (1,5-10 GHz).....	105
Şekil 4.27. Tüm örneklerin 1,5-10 GHz frekans aralığında EM kalkanlama etkinliğinin frekansa bağlı grafiği (1,5-10 GHz).....	106
Şekil 4.28. %10 GNP, %10 GNP +(%1, %5, %10) Gd ₂ O ₃ ve %10 GNP+%15 silika jel katkılı epoksi kompozitlerin Akım-Gerilim grafikleri.....	110
Şekil 4.29. Epoksi kompozitlerin öziletkenliğinin farklı katkı maddesi ve ağırlıkça katkı yüzdelerine göre değişimi	112

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 2.1. Nanokompozitlerin temel avantajları	11
Çizelge 2.2 Polimer matris fazları (Fu ve ark., 2019).....	14
Çizelge 2.3. Termoplastik ve termoset polimerlerin karşılaştırması	
(Hsissou ve ark., 2021).....	16
Çizelge 2.4. Maxwell denklemleri.....	32
Çizelge 2.5. Elektromanyetik alan nicelikleri ve birimleri	34
Çizelge 2.6. Elektromanyetik spektrum RF bölgesi isimlendirme ve uygulama alanları..	38
Çizelge 2.7. Ses dalgası empedans, yansıma ve geçiş katsayıları	54
Çizelge 3.1. Tezde kullanılan epoksi reçinenin özellikleri	61
Çizelge 3.2. Grafen nanoplatelet ve nano gadolinyum oksit'in özellikleri	
(Nanografi, 2023a, b).....	62
Çizelge 3.3. Empedans tüpü ile ses iletim kaybı ölçümleri için hazırlanan 12 örnek (Toplam örnek miktarı: 70 g, Epoksi A/B oranı= 5:3).....	64
Çizelge 3.4. Düşük frekans EMI (30 MHz-1.5 GHz arası) ölçümleri için hazırlanan 10 örnek (Toplam örnek miktarı: 110 g Epoksi A/B oranı= 5:3).....	70
Çizelge 3.5. Yüksek frekans EMI (1,5-10 GHz arası) ölçümleri için hazırlanan 9 örnek.	71
Çizelge 4.1. Epoksi reçine bileşenleri ve kürlenmiş epoksinin ATR-FTIR spektrumlarında gözlenen dalgasayıları (cm^{-1}) ve işaretlenmesi (Braun ve ark., 2014; Cholake ve ark., 2014; Nikolic ve ark., 2010).....	84
Çizelge 4.2. Karbon esaslı kompozitlerin elektromanyetik kalkanlama etkinliğinin karşılaştırılması.....	109
Çizelge 4.3. Elektromanyetik kalkanlama etkinliği ölçülen kompozitlerin öziletkenlik değerleri.....	111

SİMGELER VE KISALTMALAR

Simgeler

ϵ_r	Bağıl Elektriksel Geçirgenlik
μ_r	Bağıl Manyetik Geçirgenlik
σ	Elektriksel İletkenlik
δ	Nüfuz etme derinliği
α	Soğurma Katsayısı
dB	Desibel
λ	Dalgaboyu

Kısaltmalar

ATR	Zayıflatılmış Toplam Yansım
DGEBA	Bisfenol A Diglisidil Eter
EM	Elektromanyetik
EMI	Electromagnetic Interference
FTIR	Fourier Dönüşümlü Kızılötesi
GNP	Grafen Nanoplatelet
GO	Grafen Oksit
MMK	Metal Matrisli Kompozitler
MMNK	Metal Matrisli Nano Kompozitler
PMK	Polimer Matrisli Kompozitler
PMMA	Polimetil Metakrilat
SBR	Stiren-Bütadien Kauçuk
SE	Shielding Effectiveness
SIL	Sound Intensity Level
SMK	Seramik Matrisli Kompozitler
SMNK	Seramik Matrisli Nano Kompozitler
SPL	Sound Pressure Level
SWL	Sound Power Level
TL	Transmission Loss
XRD	X-Işını Toz Kırınımı

1.GİRİŞ

Teknolojik gelişmelerin hızlanması üstün özellikli ve düşük maliyetli yeni malzemelerin üretilmesine yol açmıştır. Aslında antik çağlardan beri bilinen kompozit malzemelerin kullanımı ve Ar-Ge çalışmaları son 10 yılda gelişen teknoloji ile daha ivmelenmiştir.

Kompozit yapı, birbirinden farklı özelliklere sahip iki veya daha fazla farklı malzemenin, bileşenler arasında belirgin sınırlara sahip ve bileşenlerinden daha farklı/daha üstün özelliklerini ortaya çıkarma çabasıyla birleştirilmesi sonucunda ortaya çıkan malzemedir. Fiziksel ve kimyasal özellikleri iyi bilinen standart -geleneksel malzemelere göre kompozit malzemelerin üretimi, özelliklerinin belirlenmesi, tasarımı, geliştirilmesi ve uygulanması konularında, eksikliklerin giderilmesi için yoğun araştırmalar yapılmaktadır (Camargo ve ark., 2009).

Kompozit malzemeler genelde matris ve takviye (dolgu: reinforcement) bileşenlerinden oluşmaktadır. Ana faz olan matris malzemesine göre seramik, metal ve polimer matrisli kompozitler olmak üzere üç temel gruba ayrılır (Camargo ve ark., 2009). Takviye malzemelere göre ise genelde lif (elyaf, fiber) ve parçacık kompozitler diye gruplama yapılır.

Seramik kompozitlerde matris, oksitler, karbürler ve nitrürleri içerirken, takviye; genelde seramik fiberleri içerir. Bu kompozitler, korozyona dayanıklılık, yüksek sıcaklık oksidasyonu ve yüksek sıcaklıklarda metallerekinden daha iyi aşınma direnci gibi dikkat çekici özelliklere sahiptir (Kamalan Kirubaharan and Kuppusami, 2020).

Metal matrisli kompozitler alüminyum veya magnezyum alaşımı gibi hafif bir metalin, hafif ve yüksek mukavemetli kompozit malzemeler üretmek için dayanıklılıkları yüksek takviye parçacıkları ile takviye edildiği yapı sınıfıdır. Gelişmiş statik ve yorulma mukavemeti, mükemmel aşınma ve sürünme direnci, üstün sönümlenme ve termal özellikleri sayesinde birçok uygulamada kullanılmaktadır (Ghahremani ve ark., 2022).

Polimer kompozitler, organik veya inorganik parçacık dolgu maddeleri ile homojen olarak güçlendirilmiş polimerik matrislerden oluşan yüksek performanslı malzeme sınıfıdır. Diğer kompozit matrisleri arasında özellikleri çok iyi bilinen uygun maliyetli alt gruplarından termoset, elastomer ve termoplastik gruplarına ait bir polimerin matris olarak kullanılması son yıllarda hayli öne geçmiştir.

Polimer matrislerle yaygın olarak cam, karbon ve doğal elyaflar kullanılır. Takviye parçacıkları (dolgu-filler) ise, 0,25 mikrondan küçük parçacıklar, kırılmış fiberler, plateletler, içi boş kürecikler, silika, montmorillonit kil ve karbon temelli nano parçacıklar (karbon nano tüp, grafit, grafen) olabilir (Ibrahim ve ark., 2021; Kashi, 2016).

Düşük oranlarda matrise eklenen takviye malzemeler, polimer kompozitlerin mekanik, termal, elektriksel ve manyetik özelliklerinde belirgin bir iyileşme sağlamaktadır. Bu nedenle polimer kompozitler, havacılık, denizcilik, otomotiv, inşaat sektörü, biyomedikal, enerji depolama gibi uygulamalarda kullanılmaktadır (Hiremath ve ark., 2021).

Avantaj/dezavantaj olarak yüksek elektrik dirence sahip epoksi reçineler, üstün mekanik özellikleri, su gibi çözücülere dirençliliği ve kürlenme sonucunda düşük büzülme oranları nedeniyle yaygın olarak kullanılmaktadır. 2021 yılında epoksi polimerlerin pazar payının 10 milyar doları aştığı ifade edilmektedir (Jerold Samuel Chelladurai, 2022; TÜBİTAK, 2020)

Nanokompozit, bileşenlerinden birinin en az bir boyutunun nanometre (nm) mertebesinde olduğu multifazlı malzemedir (Twardowski, 2007). Bileşen boyutlarının nanometre düzeyine indirilmesi, malzeme özelliklerinin iyileştirilmesi için önemli olan faz arayüzlerini oluşturmaktadır. Ancak nanokompozitlerin üretilme yöntemleri kompozit özelliklerini hayli etkilemektedir (Ibrahim ve ark., 2021). Nanokompozit malzemeler; savunma sanayii uygulamalarında, tıptan ilaç endüstrisine, gıda paketlemeden elektronik ve enerji endüstrisine kadar uzanan geniş bir alanda kullanılmaktadır (Fan ve ark., 2020; Omanović-Miklićanin ve ark., 2020).

Epoksi reçine kompozitlerde nano dolgu malzemesi olarak kullanılan karbon nanotüp, grafen, grafen oksit, grafen nanoplateletlerin kompozit üzerindeki etkilerinin anlaşılması için çok yoğun araştırmalar yapılmaktadır (Wei ve ark., 2015). Grafen temelli nanokompozitlerin özelliklerini etkileyen etmenler, matris ve dolgu parçacıkları-filler arasındaki kimyasal uyumluluk, parçacıkların hacim/ağırlıkça kesri ve matris içinde dağılımıdır (Ibrahim ve ark., 2021; Stankovich ve ark., 2006; Yang ve ark., 2011)

Tez kapsamında, uzun molekül zincirlerine dönüştürülebilen ve yapıştırıcı özelliği yüksek olan termoset grubundan epoksi reçinesi kullanılmıştır. Grafen nanoplatelet (GNP, boyut: 5nm), toz formunda Gadolinyum Oksit (Gd_2O_3 , boyut: 13-95 nm) nano ve kalsiyum sülfatı ($CaSO_4$) bağlayıcı olarak içeren toz formunda Silika Jel (10-40 mikron) mikro parçacıkları dolgu malzemeleri olarak seçilmiştir. Seçilen belirli ağırlık yüzdeleri ile GNP-epoksi

matrisli nano kompozitlerin hazırlanmasının yanı sıra, yine belirli ağırlık yüzdeleri ile silika jel-epoksi kompozitler, GNP-silika jel-epoksi nano kompozitler, GNP - Gd₂O₃ nano epoksi kompozitler ve GNP - Gd₂O₃ -silika jel epoksi nano kompozitler hazırlanmıştır.

GNP'ler iki boyutlu nano yapıdaki grafen katman yığınlarıdır. Polimer matrisli kompozitlerde yüksek iletkenlik özellikleri düşük maliyetli olması ile tercih edilen bir dolgu malzemesi olmaya başlamıştır. Ayrıca GNP'lerin ultra yüksek en boy oranı (600-10000) ile polimerle büyük temas alanı olacağından iki bileşen arasında karbon nanotüplere göre daha yüksek mekaniksel stres transferi olması beklenmektedir. Birçok deneysel çalışmada GNP eklenmesinin nanokompozitlerin elektronik, termal ve optik özelliklerinin de zenginleştiği doğrulanmıştır (Bilişik 2022). Ancak kompozit hazırlama sırasında GNP parçacıklarının bir araya kümelenebilmesi, kompozit özelliklerini iyi yönde etkilemeyebilmektedir (Li ve ark., 2007a; Lin and Chung, 2009; Yu ve ark., 2007; Zheng and Wong, 2003). Bu sorunu giderebilmek için GNP parçacıkların epoksi matris içinde homojen dağılımının (dispersiyon) sağlanması gerekmektedir. Epoksi matrise GNP parçacıkların eklenme süreci tezin deneysel kesiminde verilmiştir.

Son yıllarda organik polimer-inorganik oksit dolgulu kompozitler geleneksel polimer kompozitlerin yerini almaya başlamıştır. Bu kompozitler, polimerlerin işlenebilirliği, esneklik gibi avantajları ile inorganik dolgu meddelerinin yüksek termal kararlılık, mekaniksel dayanıklılık gibi avantajlarını birleştiren benzersiz özellikler gösterir (Lee and Yoo, 2016). Silika (silikon dioksit-SiO₂), yeryüzünde en çok bulunan (toprak, deniz kumu, granit ve kayalarda) suda çözülmeyen, gözeneksiz (non-porous) inorganik bir mineraldir. Silika, epoksi kompozitlerde ve epoksi kalıplama ürünlerinde güçlendirme, termal genleşme katsayısını azaltmak ve elektrik direnci azaltmak amacıyla kullanılır (Ahmad ve ark., 2008; Teh ve ark., 2007). Ayrıca mikro elektronik endüstride silika-epoksi kompozitler elektronik ambalaj malzemeleri olarak kullanılmaktadır (Chen ve ark., 2012; Li ve ark., 2019a; Li ve ark., 2018). Silika jel ise laboratuvar ortamında üretilebilen nemi emebilen milyonlarca küçük gözenekler içeren amorf yapıdadır. Bazı ürünlerin bozulmasını önlemek ve ortamdaki nemi kontrol edebilmek amacıyla koruyucu olarak kullanılır (Cao ve ark., 2018).

Bu tez kapsamında epoksi matris için, kromotografide gözenekli yapısı nedeniyle adsorbant olarak kullanılan mikro silika jel tozu dolgu malzemesi olarak kullanılmıştır. Silika jel ile epoksi kompozit hakkında literatürlerde herhangi bir çalışmaya rastlanmamıştır. Silika jel seçilmesinin amacı sadece epoksinin mekanik dayanıklılığını kuvvetlendirmek değil aynı

zamanda ses yalıtımı performansının incelenmesidir. Çünkü gözenekli malzemelerde ses enerjisinin daha fazla soğrulması beklenmektedir (Cao ve ark., 2018).

Nadir toprak elementlerinden atom numarası 64 olan Gadolinyumun (Gd) oksit formu olan Gd_2O_3 , paramanyetik, yüksek termal dirence ve yüksek kırma indisine sahip, inorganik bir bileşiktir. Özel optik cam ve plazma ekran panelleri yapımında ve UV dedektörlerde kullanılmaktadır. Ayrıca Gd_2O_3 nanoparçacıkları manyetik rezonans görüntüleme kontrast maddesi olarak kullanılır.

Li ve arkadaşları (2017) mikro ve nano Gd_2O_3 ile epoksi kompoziti üreterek kompozitelerin gama radyasyonu kalkanlama özelliğini incelemişler ve nano Gd_2O_3 'in daha iyi kalkanlama etkisi gösterdiğini bulmuşlardır.

Literatürde, Gd_2O_3 - epoksi nano kompozit veya diğer termoset polimerlerle ilgili başka bir çalışmaya rastlanmamıştır. Tez kapsamında hazırlanan GNP- nano Gd_2O_3 -epoksi kompozitlerinin elektromanyetik dalgalara karşı kalkanlama etkinliği incelenmiştir.

Elektromanyetik dalgalar arasındaki girişim (Electromagnetic interference- EMI), veya elektromanyetik alandan etkilenmenin belirli limitler üzerine çıkması elektromanyetik kirlilik olarak isimlendirilmektedir. Elektromanyetik kirlilik, doğal kaynaklardan (yıldırım, güneş patlamaları vb.) veya elektronik cihazlar gibi insan yapımı cihazlardan kaynaklı olabilir ve başka bir elektronik cihazın/elektrik devresinin performansını ve saklanan verilerin kaybını etkiler veya düşürür (Li ve ark., 2018).

Radarlar, anten sistemleri, askeri kontrol sistemleri, güvenlik cihazları ve bankacılık sistemleri gibi önemli sistemler elektromanyetik girişime karşı hassastır ve korunması gerekmektedir. Ağ cihazları ve veri merkezi sunucuları ile ilişkili sistemlerin performansı da elektromanyetik dalgalarının girişimi ile düşer.

Elektromanyetik dalga yayıcılarından yayılan radyasyonun insan sağlığına ve elektronik devrelerin düzgün şekilde çalışmasına zarar vermeyecek seviyede tutulması çok önemlidir. Bunun için verici anten çıkış gücü azaltılmalı ve/veya cihazların ve canlı varlıkların zarar görmemesi için elektromanyetik kalkanlama yapılmalıdır. Elektromanyetik kalkanlama (Electromagnetic sheilding), elektromanyetik dalgaların bir ortamdan diğerine girememesi veya çıkamaması için iki ortamı birbirinden bariyerlerle izole etmek veya etkisinin azaltılması olarak tanımlanabilir (Sevgi, 2000). Kalkanlama terimi yerine elektrik-elektronik mühendisliğinde ekranlama terimi de yaygın olarak kullanılmaktadır. İstenmeyen

elektromanyetik dalgaların olumsuz etkilerinin azaltılması amacı ile yapılan elektromanyetik ekranlama işlemleri elektronik cihazların uygun ortam şartlarında çalışabilmeleri için son derece önemlidir.

Günümüzde elektromanyetik kirliliğin artması, savunma sanayi ve casusluk teknolojilerinin gelişmesiyle, stratejik öneme sahip yapıların elektromanyetik casusluk ve saldırılardan korunması amacıyla uygun ve düşük maliyetli elektromanyetik kalkanlama malzemelerinin üretimi oldukça önemli bir hale gelmiştir. Klasik olarak daha önceleri kullanılan metal ağırlıklı malzemelerin korozyon, esneklik ve ağırlık gibi dezavantajlarından dolayı (Mondal ve ark., 2017) kalkanlama etkinliği (SE-Shielding Effectiveness) ve mekanik dayanıklıkları yüksek, fonksiyonel polimer matrisli nanokompozit malzemelerin üretilmesi son yıllarda hız kazanmıştır (Abdelal ve ark., 2022b; Kashi, 2016; Liang ve ark., 2019; Nayak ve ark., 2014; Pavlou ve ark., 2021).

Gürültü veya ses kirliliği havacılık ve uzay, trafo merkezleri, akıllı telefonlar, sunucu kabinleri ve motorlara kadar çeşitli alanlarda giderek daha ciddi hale gelmektedir. Elektromanyetik ve gürültü kirliliği cihazların performansını engellemenin yanı sıra insan sağlığına da ciddi zararlar vermektedir (Martel ve ark., 2023). Bu nedenle, elektromanyetik ve ses dalgalarının etkili bir şekilde zayıflatılmasına neden olabilecek kalkanlama malzemeleri önemli hale gelmektedir.

Akustik parametreler olan ses yutma katsayısı ve ses iletim kaybı (sound transmission loss-STL) bir materyalin akustik performansının ölçülmesi için kullanılmaktadır. Ses iletim kaybı bir ses kaynağının ses seviyesinin bir akustik bariyerden geçerken ses seviyesindeki azalmanın desibel cinsinden bir ölçümüdür. Ses-gürültü azaltmak için üretilen geleneksel ses yalıtım malzemelerinin yüksek ağırlık ve kalınlıklarda olması dezavantajdır. (Li ve ark., 2019b). Yüksek verimli ses yalıtım kompozit malzemeleri için genelde cam elyaf, selüloz, kil gibi doğal fiberler takviye maddeleri olarak kullanılırken matris olarak daha çok poliüretan, polipropilen, polietilen kullanılmaktadır. Epoksi kompozitlerle yapılan akustik çalışmalar çok fazla değildir. Cam fiberler, cam kürecikler ile üretilen epoksi kompozitlerin akustik özellikleri incelenmiştir (Gao ve ark., 2019; Lee ve ark., 2017; Yüksek and Ucar, 2022). Nanokompozitlerin akustik performansları hakkında çok az bilgi bulunmamaktadır (Peng ve ark., 2021).

Bu yüksek lisans tezi kapsamında, epoksi matris içerisine ağırlıkça farklı oranlarda Grafen Nanoplatelet (GNP), Gadolinyum Oksit (Gd_2O_3) nano parçacıkları ve mikro Silika Jel

parçacıkları katkılanarak elde edilen farklı kombinasyonlardaki kompozit malzemelerin elektromanyetik ve akustik kalkanlama etkinliklerinin incelenmesi amaçlanmıştır.

2.GENEL BİLGİLER

2.1. Kompozit Malzemeler

İnsanlar çok uzun süredir kompozit malzemeler kullanmaktadır. Doğal kompozitlere örnek olan ahşap, lignin matrisindeki uzun lifli selüloz moleküllerinden oluşurken, kemik ve dişlerde Tip I kollajen adı verilen bir organik bileşen matrisindeki güçlendirici kristal inorganik minerallerden oluşur. Doğal olmayan kompozitler 1930 yıllarından başlayarak 1960 yılında polimer temelli kompozitlerin üretilmesinden sonra hızla artarak ticari olarak üretilmeye başlanmıştır (Sharma ve ark., 2020).

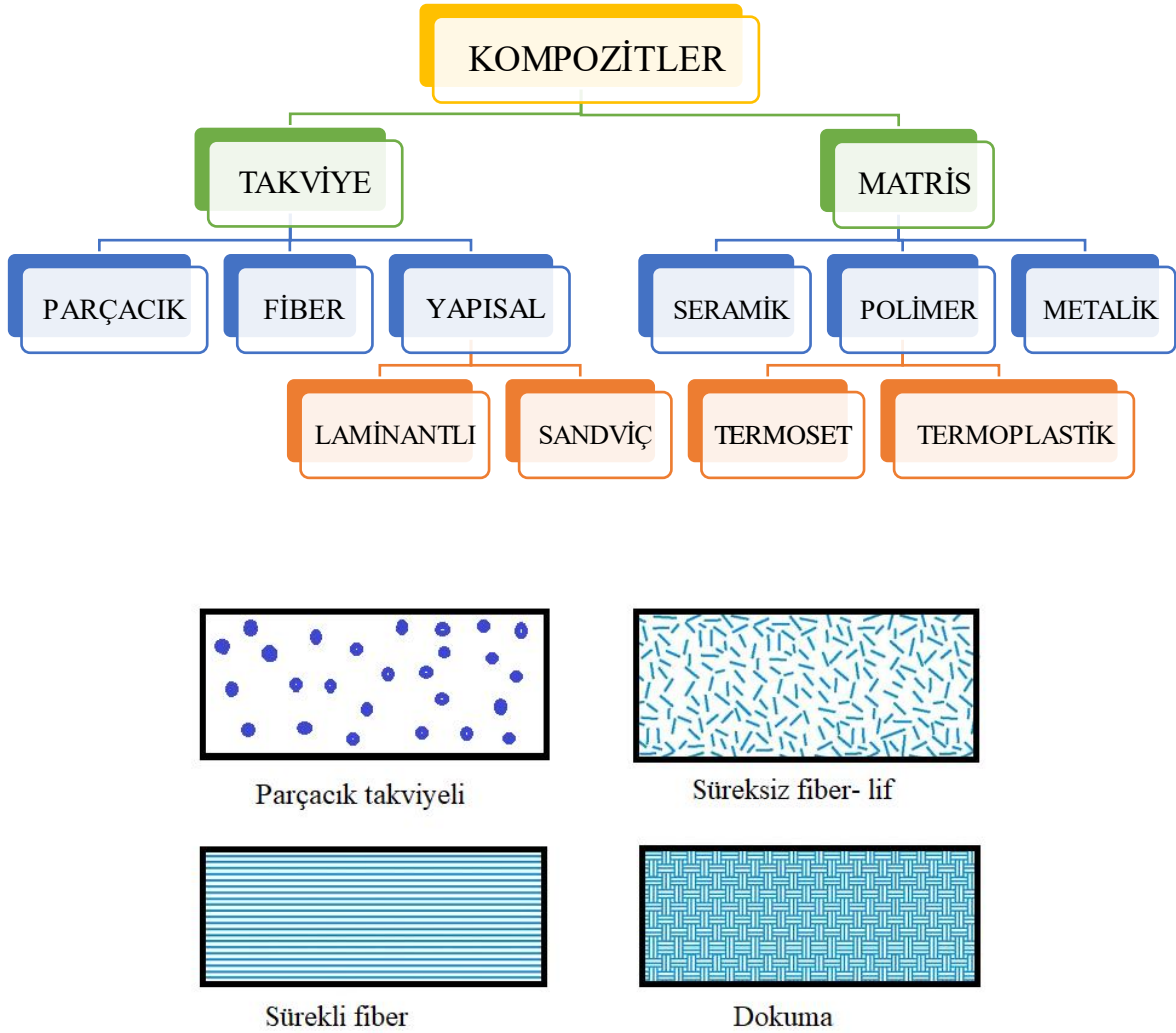
Kompozit malzemeler, bileşenler olarak isimlendirilen iki veya daha fazla farklı malzemenin daha iyi özelliklerle (mekaniksel, fiziksel, termal, elektriksel) zenginleştirilmiş yapısıdır (Reinhart, 1998). Kompozitlerde, bileşenlerden biri olan matrisi (sürekli faz) oluşturan bir bileşene gömülmüş bir veya daha fazla güçlendirici takviye malzemesi (ikincil faz/dispers faz) mevcuttur (Sharma ve ark., 2020). Farklı fazlar, kendi özelliklerini korurken bir arayüzle birbirinden ayrılır. Bu arayüzün çevresel ve kimyasal etkilere dayanıklı olması gerekir.

Matris malzemesi polimer, metal veya seramik olabilir. Ancak endüstriyel kullanımdaki kompozitlerin açık ara en büyük oranı polimerlere, ağırlıklı olarak termosetlere (reçineler) dayalıdır. Bazı durumlarda ise termoplastikler de kullanılmaktadır. Metalik veya seramik matrisli kompozitler de geniş bir yelpazeye sahip endüstriyel öneme sahiptir. Seramik matrisli malzemelerde yapılan çalışmaların amacı genellikle malzemenin kırılmaya karşı direncini-tokluğunu artırmaktır. Metal matris, yüksek sıcaklık ve sürtünmeye dayanıklı malzemeler geliştirmeye yönelik çalışmalarda kullanılır.

Farklı takviye türlerine göre birkaç farklı kompozit türü vardır. En yaygın takviye bileşenler karbon fiberler veya cam lifleridir. Bununla birlikte, ticari kompozit malzemelerde polimerik ve metalik formlar dahil olmak üzere diğer lif türlerinin kullanıldığı ve ayrıca kısa lifler veya parçacıklı takviye içeren kompozit malzemeler de hızla geliştirilmektedir.

Ayrıca kompozitlerde takviye malzemelerinin (reinforcement) yanı sıra organik ve inorganik dolgu malzemeleri (filler) kullanılabilir. Bu dolgu malzemeleri elektrik ve termal iletkenliği değiştirmek ve/veya üretim maliyetini azaltmak için kullanılır. Alüminyum tozu, grafen, grafit, silika ve kil, dolgu malzemeleri arasında sayılabilir (Clyne and Hull, 2019).

Ancak literatürde takviye ve dolgu malzemeleri ayrımı olmadan takviye edilmiş (güçlendirilmiş) kompozit isimlendirilmesi sıklıkla kullanılmaktadır. Takviye ve matris türlerine göre kompozitlerin sınıflandırması Şekil 2.1’de şematik olarak verilmektedir. Şekil 2.1’e takviye malzemelerin yapısal gösterimleri de eklenmiştir.



Şekil 2.1. Kompozitlerin takviye ve matris çeşitlerine göre sınıflandırılması

Amaca yönelik belirli bir uygulama türü için bir kompozit malzeme geliştirilmesi süreci başlangıcında kompoziti oluşturacak potansiyel bileşenlerin sergilediği özellikleri dikkate almak gerekmektedir. İlgilenilen özellikler arasında öncelikle, sertlik (Young modülü), mukavemet ve tokluk yer alır. Bileşenin ağırlığı kritik öneme sahip olabileceğinden,

yoğunluk da birçok durumda büyük önem taşır. Elektriksel iletkenlik ve termal özellikler de dikkate alınmalıdır. Kompozit malzemeler üretim ve/veya kullanım sırasında sıcaklık değişikliklerine maruz olabileceğinden, bileşenlerin termal genleşmeleri arasındaki bir uyumsuzluğun mekanik davranış üzerinde güçlü bir etkisi olabilmektedir. (Clyne and Hull, 2019).

2.2. Nanokompozit Malzemeler

Nanometre mertebesinde boyutlara sahip yapı taşlarının kullanılması, malzemenin fiziksel özelliklerinde benzersiz esneklik ve iyileştirmeler ile birlikte yeni malzemeler tasarlamayı ve yaratmayı mümkün kılmaktadır. Bu tür tasarımların en önemli örnekleri, hiyerarşik bir nanokompozit olan diş ve kemik gibi doğal yapılar yerine konulabilecek biyonanokompozit malzemelerdir.

Nanokompozitlerin oluşturulması yoluyla malzemelerin özelliklerini geliştirme ve özelliklerini iyileştirme kavramı yeni değildir. Bu fikir, uygarlığın başlangıcından beri uygulanmaktadır ve bu sayede işlevsel amaçlar için daha verimli malzemeler üretilmeye başlanmıştır. Doğada ve canlı varlıklarda (kemik gibi) bulunan çok çeşitli nanokompozitlere ek olarak, antik çağda sentetik nanokompozitlerin kullanımına örnek olarak, son zamanlarda Orta Amerika (Mezoamerika) 'da bulunan Maya resimlerinden yapılan keşif gösterilebilir. Bu resim örneklerinin karakterizasyonu, boyaların yapısının organik renklendirici (indigo) molekülleri ile karıştırılmış bir kil matrisinden oluştuğunu ortaya koymaktadır. Ayrıca, alttaş üzerinde oksit nanopartiküller ile amorf bir silikat alttaş içinde kapsüllenmiş metal nanopartiküllerin kalıntısını da içermektedir. Nanoparçacıklar, kil gibi ham maddelerde bulunan safsızlıklardan (Fe, Mn, Cr) ısıl işlem sırasında oluşmuştur ve boyanın optik özelliklerini etkilemiştir. Amorf alttaş üzerinde desteklenen metalik ve oksit nanopartiküller ile birlikte bir süper örgü oluşturan kilin kombinasyonu, bu boyayı modern fonksiyonel nanokompozitlere benzeyen en eski sentetik malzemelerden biri haline getirmektedir (Ajayan, 2003).

Bir nanokompozitin bileşenleri farklı yapı ve bileşimlere ve dolayısıyla özelliklere sahip olduklarından, çeşitli işlevlere hizmet ederler. Böylece, onlardan inşa edilen malzemeler çok işlevli olabilir. Bilim adamları, doğadan bazı ipuçları alarak ve gelişen teknolojilerin birçok uygulama için aynı anda birkaç işlevi yerine getirebilecek yeni malzemeler oluşturmaya yönelik taleplerine dayanarak, nanokompozitler üretmek için yeni stratejiler

geliştirmektedir. Bu stratejilerin, homojen büyük taneli malzemeler üretmek için kullanılanlara göre bazı avantajları bulunmaktadır.

Nanokompozitler, inorganik katılar (killer, oksitler) ile matrisin kombine edilmesi işleviyle heterojen/hibrid malzemeler olarak tanımlanır. Takviyeler nano boyutta üç (metal oksitler, aerojel, grafit), iki (grafen, grafen oksit), bir (karbon nanotüp, tek tabaka grafen) ve sıfır boyutlu (nanoparçacıklar, fulleren) olabilir.

Genel olarak, nanokompozit malzemeler, her bir bileşeninkinden farklı mekanik, elektriksel, optik, elektrokimyasal ve yapısal özellikler gösterebilir. Malzemenin herhangi bir özelliği için çok işlevli davranış, genellikle tek tek bileşenlerin toplamından daha fazladır.

Bir nanokompozitteki bireysel bileşenlerin özelliklerinden ayrı olarak, arayüzler, sistemin genel özelliklerini geliştirmede veya sınırlamada önemli bir rol oynar. Nanoyapıların yüksek yüzey alanı nedeniyle, nanokompozitler fazlar arasında birçok ara yüzey sunar. Nanokompozit malzemelerin ayrıcalıklı özellikleri genellikle fazlarının ara yüzlerdeki etkileşiminden kaynaklanır. Bunun bir örneği, nanotüp dolgulu polimer kompozitlerin mekanik davranışdır. Nanotüplerin üstün mekanik özelliklerinden dolayı, nanotüp eklenmesi polimerlerin mukavemetini makul bir şekilde artırabilmektedir. Etkileşim olmayan kompozitte ise zayıf bölgeler oluşturur ve bu durum kompozitin mekanik özelliklerinde herhangi bir gelişme sağlamaz. Geleneksel kompozitlerdeki arayüzlerin hacimsel oranı, nanokompozit malzemelerin aksine çok daha küçüktür (Ajayan, 2003).

Nanokompozit, sürekli bir matris ve süreksiz bir takviye fazından oluşur. Üç farklı temel matris malzemesi sınıfı vardır: polimerler, seramikler ve metaller (Camargo ve ark., 2009). Bu üç sınıfın her biri, nanokompozit için değerli olabilecek belirli özelliklere sahiptir. Metaller, iletken, güçlü ve sünektir. Seramikler çok güçlü, kırılğan, kimyasal olarak dayanıklı ve yalıtıcıdır. Polimerler genellikle darbeye dayanıklı, sünek ve yalıtıcıdır. Bu üç tip malzemenin kompozit karışımları, ayrı ayrı bileşenlerin davranışlarının bir kombinasyonu olan özelliklerle sonuçlanabilir.

Nanokompozitlerin, geleneksel kompozitlere göre sağladığı temel avantajlar Çizelge 2.1’de yer almaktadır.

Çizelge 2.1. Nanokompozitlerin temel avantajları

Özellik	Avantaj
Yüksek yüzey/hacim oranı	Daha küçük boyutlu dolgu malzemeleri ve dolgu malzemeleri arasındaki mesafeye imkân sağlar.
Yüksek süneklik ve çizilme direnci	Mukavemet kaybı olmadan daha iyi mekanik özelliklere sahiptir.
Düşük parçacık boyutu	Işık geçirgenliğine bağlı olarak gelişmiş optik özelliklere sahiptir.

2.3. Matris

Sürekli faz olan matrisin rolü, takviye elemanları buldukları yerde tutmak, yapının kimyasal direncini sağlamak ve nihai ürüne istenilen şekli vermektir. Matris seçimi, kompozit malzemenin amaçlanan kullanımına bağlıdır. Nanokompozit malzemeler, matris malzemelerine göre üç gruba ayrılır:

- Seramik Matrisli Kompozitler (SMK)
- Metal Matrisli Kompozitler (MMK)
- Polimer Matrisli Kompozitler (PMK)

2.3.1 Seramik Matrisli Kompozitler

SMK'ler, genellikle havacılık sektöründe (gaz türbinleri, termal koruma), enerji sektöründe (ısı eşanjör), aşınmaya dayanıklı parçalar yapmak için kullanılmaktadır.

SMK kavramı ilk olarak Niihara ve arkadaşları tarafından 1991'de önerilmiştir (Niihara, 1991). Seramik matrisli kompozitler, aşınma direncini ve termal ve kimyasal kararlılığı artırmak için bir veya daha fazla farklı seramik fazın eklendiği malzemelerdir. Öte yandan, seramiğin ana dezavantajı kırılgenlikleri ve düşük tokluklarıdır, bu da onların endüstriyel uygulamalarda kullanımını zorlaştırır. Bu durum, seramik matrisli nanokompozitlerin (SMNK) geliştirilmesiyle aşılmaktadır.

SMNK'ler kırılma dayanıklılığını artırmak için nano boyutta bileşenlerin (elyaf, platelet veya parçacık) seramik matrise dahil edildiği kompozitlerdir. SMNK matrisleri için genellikle alüminyum oksit (Al_2O_3), silisyum karbür (SiC), silisyum nitrür (Si_3N_4), zirkonya (ZrO_2) kullanılır. Demir ve diğer metal tozları, TiO_2 , silika ve killer kristal güçlendirme için kullanılmaktadır. Çok düşük parçacık boyutu, iyi çalışılmış kimyaları ve yaygın olarak bulunması nedeniyle killer ve katmanlı silikatlar sıklıkla kullanılmaktadır. Küçük miktarlarda bile kil ve katmanlı silika eklenmesi, matris özelliklerini iyileştirmektedir (Omanović-Miklićanin ve ark., 2020).

2.3.2. Metal Matrisli Kompozitler

Hem oda sıcaklığında hem de yüksek sıcaklıkta mekanik özellikleri geliştirmenin en iyi yollarından biri, sürekli veya kısa fiberler veya parçacıklar gibi takviye fazının metal faza eklendiği kompozitlerdir (MNK). Bu takviyeler, izotropik bir davranışı korurken mekanik özelliklerde güçlü bir artış elde etmeyi mümkün kılmaktadır. Geleneksel metal matrisli kompozitlerin birçok avantajı olmakla birlikte temelde mikron boyutundaki katkılamalardan kaynaklanan bazı dezavantajları bulunmaktadır.

Bu sorunları çözmeyi ve hem oda sıcaklığında hem de yüksek sıcaklıklarda iyi süneklik ve kırılma tokluğu ile birlikte geliştirilmiş çekme mukavemeti, sertlik ve boyutsal kararlılığa sahip malzemeler elde etmek için MMNK'ler üretilmiştir. Geliştirilmiş mekanik özelliklere sahip sağlam nanokompozitler elde etmek için gerekli koşullardan en önemlisi, matris içinde takviye fazının iyi bir şekilde dağılmasını sağlamaktır (Lorella Ceschini, 2016).

Al, Mg, Cu ve diğer metal ve alaşımları güçlendirmek için SiC, Al_2O_3 gibi seramik bileşikler, intermetalik malzemeler ve karbon allotropları kullanılmaktadır. Çok yüksek mukavemet, sertlik ve elektrik iletkenliği ile karakterize edilen karbon nanotüplere özel bir önem verilmektedir. (Casati and Vedani, 2014).

Matris ve takviye seçimine ek olarak, MMNK'lerin özelliklerindeki gelişme önemli ölçüde homojen bir takviye dağılımı ve iyi bir matris-takviye arayüzü sağlayabilen üretim tekniğine ve parametrelerine bağlıdır. Döküm gibi seri üretim teknikleri söz konusu olduğunda, güçlendirici takviye fazının yüksek bir ısıya maruz kalmadan erimiş metalde karıştırılması endüstriyel ölçekte zordur. Erimiş metalde takviyenin dağılımı genellikle karışım döküm veya ultrasonik metotlarla yapılmaktadır (Malaki ve ark., 2019).

2.3.3. Polimer Matrisli Kompozitler

Son yıllarda kompozitlerde matris olarak en fazla kullanılan bileşen polimerlerdir. Polimer Matrisli Kompozitler (PMK) farklı tiplerde sürekli faz olan organik polimerler ve dispers faz organik veya inorganik takviye bileşenlerden oluşur. Yüksek performanslı, düşük üretim maliyetli PMK'lar özel mühendislik materyalleri olarak tüm dünyada bilim insanlarının ve endüstrinin dikkatini çekmektedir.

Polimerlerin mekanik ve fiziksel özelliklerini iyileştirmek için nano ölçekli takviye (cam ve karbon fiberler, grafen, grafen oksit, grafen nanoplatelet) dolgu maddelerinin (alüminyum oksit, kalsiyum karbonat, silika gibi) kullanılması, geleneksel polimer kompozitlere oranla güçlü bir alternatife yol açmıştır. Nano ölçekli dolgu maddeleri, nanometre mertebesinde en az bir karakteristik uzunluk ölçeğine sahiptir ve hem izotropik hem de anizotropik özellik gösterebilirler.

İzotropik ve anizotropik nano boyutlu dolgu maddelerinin matris içinde düzgün dağılımı, söz konusu dolgu maddeleri ve polimer matris arasında birim hacim başına geniş ara yüzey alanı üretebilir. Geniş ara yüzey alanının yanı sıra, nano elementler arasındaki mesafe, nano ölçekli dolgu maddelerinin son derece düşük içeriklerinde moleküler boyutlara yaklaşmaktadır. Bu durum, nanokompozit malzemenin morfolojik özelliklerini etkilemektedir. Bu nedenle, nano boyutta dolgu maddeleriyle katılan polimer nanokompozitler, geniş ara yüzeyin etkisiyle polimerlere göre daha iyi mekanik ve fiziksel özelliklere sahiptirler (Fu ve ark., 2019).

Polimerlere ait matris fazlarının ayrıntılı sınıflandırılması (Çizelge 2.2)'de verilmiştir.

Çizelge 2.2 Polimer matris fazları (Fu ve ark., 2019)

Polimerler		
Termoplastik	Termoset	Elastomer
Polietilen	Doymamış Polyester	Poliizopren,
Poliamid (nylon)	Epoksi Reçine	Polibütadien Kauçuk
Polikarbonat	Fenol Formaldehit Reçinesi	Etilen- propilen
Polipropilen	Vinilester Reçine	Sitiren -bütadiyen
Polistiren		
Polivinil klorür	Poliüretan	Polidimetilsiloksan Silikon Kauçukları:
Teflon	Amino reçineler	
Pleksi		

2.3.3.1. Termoplastik

Termoplastikler, ısı uygulamasıyla yumuşatılabilen, eritilebilen ve ısıyla yumuşatılmış halde (örn. termoform ile) veya sıvı halde (örn. ekstrüzyon ve enjeksiyonla kalıplama ile) işlenebilen bir polimer sınıfıdır. Bu, ısı uygulamasıyla eritilemeyen diğer polimer sınıfı olan termosetlerden farklıdır. Termoplastik polimerler, ısı uygulamasıyla tekrar tekrar işlenebilir ve yeni ürünler yapmak için doğrudan geri dönüştürülebilir; ancak, tekrarlanan işlemlerin bazı özelliklerinde bozulmalara neden olabilmektedir. Termoplastik parçalar yapmak için kullanılan yaygın üretim süreçleri enjeksiyon kalıplama, hava basınçlı kalıplama ve ısıl şekillendirmedir.

Geri dönüşüm avantajına ek olarak, termoplastiklerin termosetlere göre başka birçok avantajı vardır. Genel olarak termosetlerden daha yüksek sünekliğe ve darbe direncine sahiptirler. Direnç kaynağı, titreşim kaynağı ve ultrasonik kaynak gibi çeşitli kaynak teknikleriyle de birleştirilebilirler. Genel olarak, termoplastik parçaların işlem süresi, termoset parçalara göre önemli ölçüde daha kısadır. Bunun nedeni, termoset parçaların işlenmesinin, kalıp sıcaklığına ve parça kalınlığına bağlı olarak birkaç dakikadan birkaç saate kadar sürebilen kalıpta bir kimyasal reaksiyon (sertleştirme veya çapraz bağlama reaksiyonu) içermesidir. Termoplastik parçaların işlenmesi kalıpta herhangi bir kimyasal reaksiyon içermez. Termoplastik parçalar yapmak için enjeksiyon kalıplama kullanılırsa, termoplastik polimeri eritmek için gereken ısıtma kalıbın dışında gerçekleşir; kalıpta sadece

parçaların soğutulması gerçekleşir ve bu genellikle bir dakikadan daha kısa sürede gerçekleştirilir (Mallick, 2010).

2.3.3.2. Termoset

Termosetler, yüksek oranda çapraz bağlı olan ve ısı, basınç ve ışık ışınması kullanılarak kürlenebilen polimerik malzemelerdir. Polimer zincirlerini çapraz bağlayarak tüm matrisi üç boyutlu bir ağda birbirine bağlayan ve polimerin sertleşmesine neden olan kimyasal reaksiyon kürlene olarak isimlendirirler. Termosetlerin en yaygın sınıfları, petrol veya doğal kaynak bazlı monomerlerden üretilebilen fenolik, epoksi, poliüretan ve polyester reçinelerdir.

Takviyeli termoset kompozit gelişmiş mekanik özellikler sergiler. Kompozit üretimi için takviye olarak doğal veya sentetik kökenli çok çeşitli lifli ve parçacıklı malzemeler kullanılmaktadır (Nagarajan ve ark., 2016).

Genellikle oda sıcaklığında sıvıdırlar, uygulama sırasında ısı ve sertleştirici adı verilen bir katkı maddesinin etkisi altında katılışır. Böylece, üç boyutta moleküller arasında çok güçlü bir bağdan oluşan kimyasal bir modifikasyon ile dönüştürülürler. Bu işlem geri döndürülemez ve bu şekilde işlenen malzeme eritilemez ve çoğu çözücüde (alkoller, ketonlar ve hidrokarbonlar) çözünmez hale gelir. Genel olarak termoplastik matrislerden daha katıdırlar, sürtünmeye daha iyi direnç gösterirler (Hsissou ve ark., 2021). Termoplastik ve Termoset polimerlerin özet bir karşılaştırması Çizelge 2.3'te verilmiştir.

Çizelge 2.3. Termoplastik ve termoset polimerlerin karşılaştırması (Hsissou ve ark., 2021)

Termoplastik	Termoset
<ul style="list-style-type: none"> • Yüksek molekül ağırlığı (katı) 	<ul style="list-style-type: none"> • Düşük molekül ağırlığı (sıvı veya katı)
<ul style="list-style-type: none"> • Kararlı malzeme 	<ul style="list-style-type: none"> • Düşük viskozite, kürleşme gerekir
<ul style="list-style-type: none"> • Yeniden işlenebilir, geri dönüştürülebilir 	<ul style="list-style-type: none"> • Çapraz bağlantılı, işlenemez
<ul style="list-style-type: none"> • Amorf veya kristal 	<ul style="list-style-type: none"> • Sıvı veya katı
<ul style="list-style-type: none"> • Doğrusal veya dallanmış polimer 	<ul style="list-style-type: none"> • Düşük molekül ağırlığa sahip oligomerler
<ul style="list-style-type: none"> • Sıvı çözücü direnci 	<ul style="list-style-type: none"> • Mükemmel çevre ve çözücü direnci
<ul style="list-style-type: none"> • Isıyla yumuşayabilir • Elektrik direnci yüksek 	<ul style="list-style-type: none"> • Isı ve elektrik direnci yüksek
<ul style="list-style-type: none"> • Kısa süreç döngüsü 	<ul style="list-style-type: none"> • Uzun süreç döngüsü
<ul style="list-style-type: none"> • Yapısal bileşenlerde kullanımı az 	<ul style="list-style-type: none"> • Yapısal bileşenlerde sık kullanılır
<ul style="list-style-type: none"> • Otomotiv için yüksek performanslı alanlar, cihazlar için muhafaza, oyuncaklar 	<ul style="list-style-type: none"> • İnşaat, denizcilik, uçak, uzay ve uzay için gelişmiş malzemeler

2.3.3.3. Elastomer

Elastomer polimerler, kauçukla aynı elastik niteliklere sahiptir. Bir elastomer, kendi üzerine katlanmış uzun moleküler zincirlerden oluşur. Bir kısıtlamanın etkisi altında, moleküller birbirine göre kayabilir ve deforme olabilir. Malzemenin iyi bir esnekliğe sahip olması için ısı bir işlem olan vulkanizasyona tabi tutulur. Vulkanizasyon, moleküler zincirlerin esnekliğini ortadan kaldırmadan katı üç boyutlu bir ağ oluşturan bir sertleştirme işlemidir. Elastomerler hava yastığı, belirli yalıtkanlar, ayakkabı tabanlarının veya lastiklerin imalatında kullanılır (Hsissou ve ark., 2021).

Elastomerlerin avantajları şu şekilde sıralanabilir:

- Düşük yoğunluk,
- Sıvılarla temasta yüksek çevresel direnç,
- Hammaddelerin mevcudiyeti (esas olarak kömür, ham petrol ve doğal gazdan elde edilir),
- Tek bir işlemde karmaşık şekillere sahip elemanların elde edilmesini mümkün kılan şekillendirme kolaylığı),
- Elyaflarla (örn. cam) birleştirilerek yüksek mukavemetli yapı malzemeleri elde edilebilmesi.

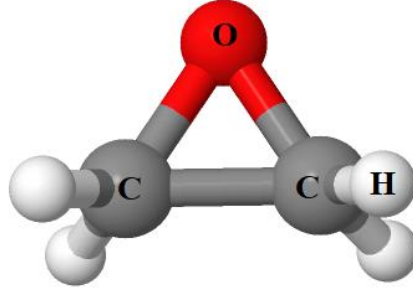
Dezavantajları ise, düşük mekanik dayanıklılık ve ısı direnci, UV radyasyonunun etkisi altında bozulmaya yatkınlık (güçte ve estetik değerlerde azalma) olarak sayılabilir.

2.3.3.4. Epoksi Reçine

Kararlılıkları, üstün mekanik özellikleri, mükemmel elektriksel yalıtım özellikleri, korozyona karşı olağanüstü dirence sahip olmaları nedeniyle havacılık, otomotiv, spor, inşaat ve elektronik, kimya mühendisliği, inşaat mühendisliği, gıda endüstrisi vb. gibi birçok alan ve uygulamada yaygın olarak kullanılan epoksi reçineler, termoset polimerler grubundadır.

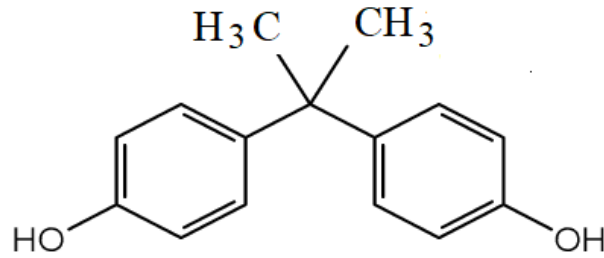
Birçok alt tabakaya yüksek yapışkanlığı, sertleşmeden sonra düşük büzülme ile ısı ve kimyasal dirençleri epoksi reçinelerini güçlendirilmiş malzemeler, yapıştırıcılar, kaplamalar olarak işlev gördükleri çok çeşitli alanlarda dikkate değer şekilde faydalı kılmaktadır.

Epoksi reçine, Şekil 2.2'de gösterildiği gibi, genelde baş kısımlarında bulunan bir veya daha fazla epoksi veya oksiran (C_2H_4O) grupları içeren bir reaktif polimer grubuna sahiptir. Oksiran grubu iki karbon ve bir oksijenden oluşan (COC) halka yapıdadır.

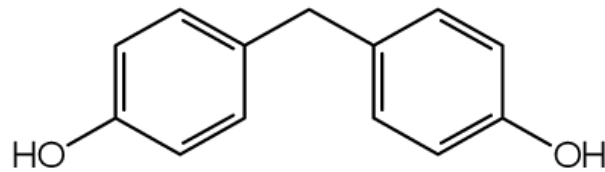


Şekil 2.2. Epoksi (Oksiran) grubu

Bisfenol esaslı epoksi reçinesi, bir ticari reçine türüdür. Çok çeşitli viskozitelere ve düşük moleküler ağırlığa sahiptir. En yaygın kullanılan epoksi reçine çeşidi bisfenol A esaslı epoksilerdir. Bisfenol A plastik ve renksiz ve kokusuz reçine yapımında kullanılan bir kimyasaldır. Suda çözülmez ve erime noktası yüksektir. Bisfenol F ise daha düşük viskositeye sahip ve kimyasal olarak daha dirençli ancak daha pahalıdır (Şekil 2.3).



Bisfenol A



Bisfenol F

Şekil 2.3. Bisfenol A ve Bisfenol F'nin kimyasal yapısı

Günümüzde ticari olarak en yaygın kullanılan epoksi reçine, Epiklorohidrin ve Bisfenol A kullanılarak üretilen Bisfenol A Diglisidil Eter (DGEBA)'dir.

Epoksi reçinelerin genel özellikleri Şekil 2.4'te verilmiştir (TÜBİTAK, 2020).



Şekil 2.4. Epoksi reçinelerin genel özellikleri

Epoksi reçinelerinin amaca yönelik istenen özellikleri genellikle bir epoksi reçinesi ve bir kürlleme maddesinin birleştirilmesiyle belirlenir. Ürünlerin özellikleri büyük ölçüde kullanılan epoksi reçinelerin ve kürlleme maddelerinin yapısına bağlıdır.

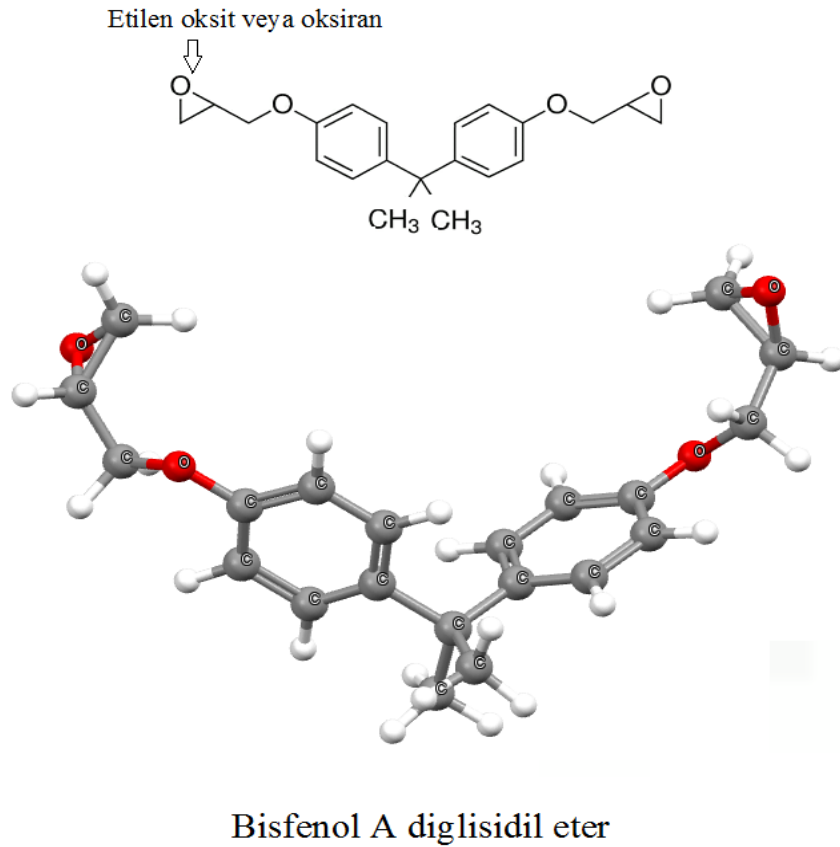
Epoksiler, yüksek özgül mukavemet, iyi boyutsal kararlılık ve mükemmel dielektrik özellikleri gibi göze çarpan özellikleri nedeniyle kompozitlerin polimer matrisi olarak yaygın bir şekilde kullanılmaktadır.

Epoksi reçineleri, doymamış polyester ve vinil ester reçineleri gibi yaygın olarak kullanılan diğer termoset reçinelere kıyasla nispeten pahalıdır. Epoksilere takviye eklemek, termal ve dayanıklılık özelliklerini artırabilir. Bununla birlikte, takviyelerin eklenmesi, kompozitlerin fiziksel ve mekanik özellikleri üzerinde olumsuz etkisi olabilir. Bu nedenle, belirli uygulamalar için kompozitler tasarlanırken farklı özelliklerin ve maliyetlerin optimize edilmesine ve dengelenmesine dikkat edilmelidir (Xianhui ve ark., 2022).

2.3.3.5. Tez Çalışmasında Kullanılan Epoksi Reçine ve Sertleştirici

Epoksi reçineler A (reçine) ve B (sertleştirici) olmak üzere iki bileşenden oluşmaktadır. Epoksi reçineyi kullanım alanına uygun özellikte elde etmek için önerilen oranlarda (hacimce veya ağırlıkça) ve koşullarda her iki bileşenin homojen olacak şekilde karışması gerekmektedir.

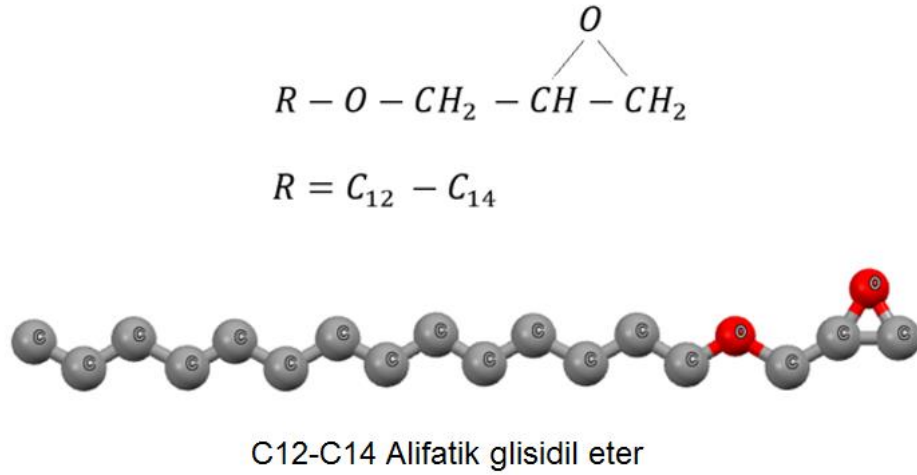
DGEBA (A bileşeni) esaslı epoksi reçine sıvı bir termoset polimer olup kompozit matrislerde en fazla kullanılan polimerlerden biridir (Şekil 2.5). Mükemmel mekaniksel özelliği, yüksek termal ve kimyasal dirençliliğinin yanı sıra düşük viskozite ve adezyon özellikleri ile diğer termoset polimerlerden daha fazla ön plana çıkmaktadır.



Şekil 2.5. Bisfenol A Diglisidil Eter'in kimyasal yapısı

Şekil 2.5'te görüldüğü gibi uç kısımda oksiran grupları ve hidroksil (OH) grupları aktif gruplardır. Çapraz bağ oluşmasını sağlayacak uygun sertleştiricilerle reaksiyona girmektedir.

Bu tez kapsamında A bileşeni olarak kullanılan epoksi reçine, DGEBA'nın C12-C14 alifatik glisidil eter (Şekil 2.6) içinde seyreltilmiş sıvı reçine formudur.



Şekil 2.6. C12-C14 Alifatik Glisidil Eter'in kimyasal yapısı

Kürlemeyi yeniden tanımlayacak olursak, sertleştirici ve katalizörler gibi çeşitli kimyasal ajanlar ile epoksi gruplarının çapraz bağlanmasıyla üç boyutlu termoset ağ yapılar oluşturma işlemidir (Sukanto ve ark., 2023). Polimer zincirleri birbirleriyle çapraz bağlanarak malzemenin katı- sert hale gelme işlemi olarak da tanımlanabilir.

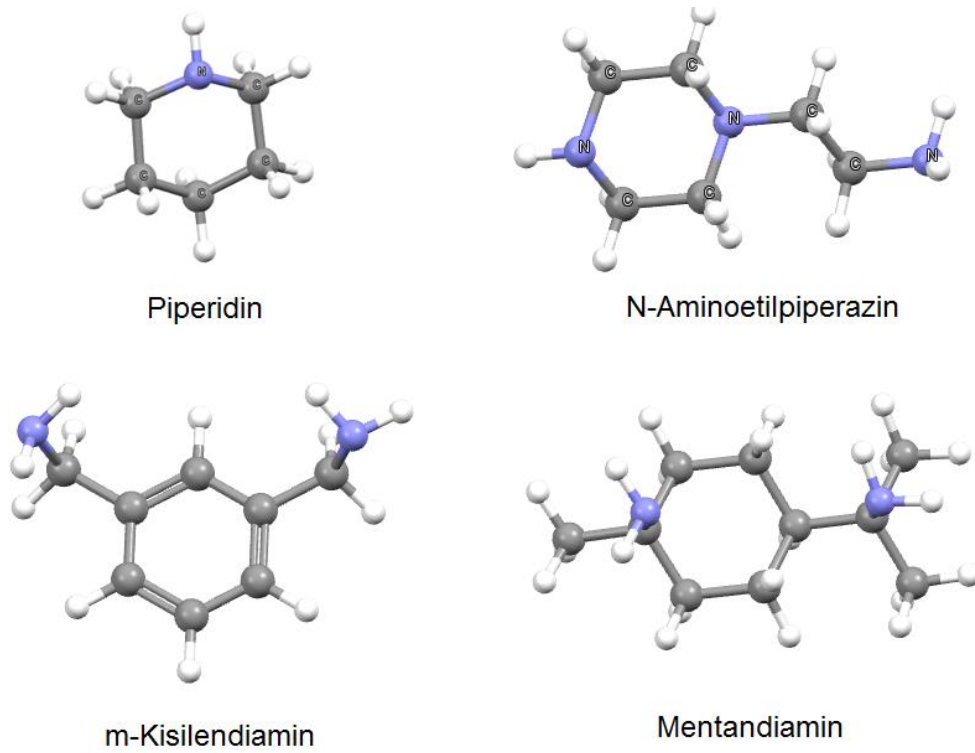
Kürleme veya çapraz bağlama maddeleri olarak tanımlanan sertleştiriciler, bir epoksi molekülünün uçlarındaki C-O-C halkasını kırabilir ve reçineyi bir termoset ağ yapısına dönüştürmek için kendilerini moleküllere bağlayabilir. Farklı kürleme ajanları, farklı özelliklere sahip kompozitler oluşturabilir çünkü kürleme ajanlarının farklı kimyasal reaksiyonlara yol açan farklı fonksiyonel bölgeleri vardır. İşleme koşullarına (viskozite, kap ömrü, karışım oranı ve sıcaklık) ve ürünün istenen özelliklerine (dayanım, kimyasal ve termal direnç, tokluk ve esneklik) göre belirli bir sertleştirici seçilmelidir.

Epoksi reçineler için en yaygın sertleştiriciler amin türleridir: (i) alifatik, (ii) aromatik ve (iii) sikloalifatik. Sertleştiricinin türü, miktarı, işlevselliği ve kürleme koşulları (sıcaklık ve kürleme süresi) sertleştirilmiş epoksi reçinelerin özelliklerini etkiler.

Epoksi reçineler için sertleştirici ajan olarak renksiz kokusuz toksit olmayan ve oda sıcaklığında kürleşme sağlayan sertleştiriciler öne geçmektedir. Sikloalifatik amin esaslı

sertleştiriciler, Bisfenol A bazlı epoksi reçinelerde kullanılmaktadır (Sukanto ve ark., 2023). Mekaniksel ve termal özelliklerinin iyileşmesinin yanı sıra kütle zamanının azlığı genelde oda sıcaklığında kütleme olması amin bazlı sertleştiricileri öne çıkarmaktadır (Patel, 2021).

Şekil 2.7’de sikloalifatik amin bazlı sertleştiriciler içinde en fazla kullanılan dört ana sikloalifatik amin moleküllerin (piperidin, N-aminoetilpiperazin, methanamine ve m-kisilendiamin) yapıları gösterilmiştir. Hem epoksiden hem de amin sertleştiricilerden gelen aromatik halka maddelere daha üstün kimyasal ve fiziksel özellikler kazandırmaktadır. Bu tez kapsamında sikloalifatik amin bazlı solventsiz sertleştirici kullanılmıştır.



Şekil 2.7. Sikloalifatik amin bazlı sertleştiriciler içinde en fazla kullanılan moleküllerin kimyasal yapıları

2.4. Takviye/Dolgu Malzemeleri

2.4.1. Karbon Esaslı Nano Malzemeler

Özellikle son 10-15 yılda, nükleer, havacılık, otomotiv, enerji, medikal alanlarda ve yarı iletken teknolojileri arařtırmalarında nano boyutta karbon temelli bir takviye malzemesi ile fonksiyonel kompozitlerin üretilmesine yönelik çalışmalar hız kazanmıştır (Chiou ve ark., 2019; Hou ve ark., 2020; Korusenko ve ark., 2021; Li ve ark., 2015; Othman ve ark., 2019; Sharma ve ark., 2017).

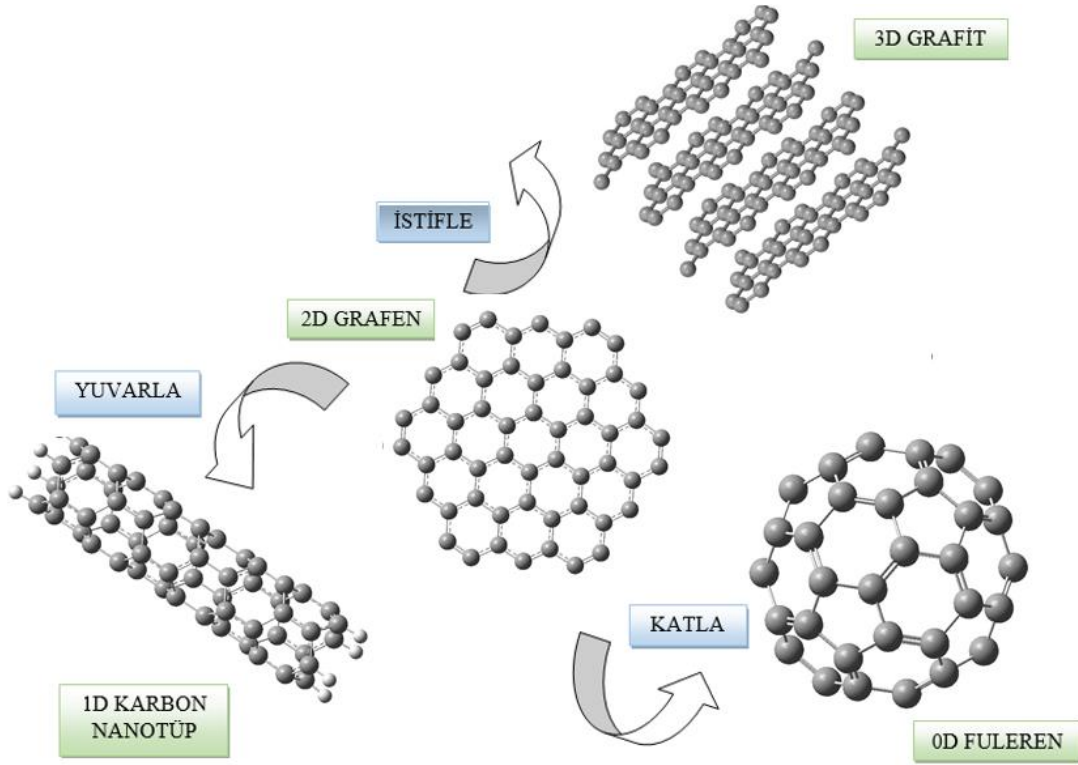
Bilinen karbon nanoyapılara örnek olarak, karbon allotropları (elmas, grafit, grafen ve fulleren), grafen oksit ve çeşitli tekniklerle üretilen karbon nanofiberler, karbon nanotüpler (CNT) sayılabilir. Karbon nanoyapılar benzersiz özellikleri ile (mekaniksel dayanıklılık, iletkenlik, optik ve manyetik), lityum iyon pillerde anod olarak, süper kapasitörler ve kompozitlerde takviye veya dolgu maddesi olarak ve son yıllarda elektromanyetik kalkanlama ve sensör materyali olarak aranan nanomalzemelerin başında gelmektedir (Abbasi ve ark., 2019; ACSMaterial, 2023; Joy ve ark., 2022; Liu ve ark., 2010).

Tez kapsamında yapılan çalışmamızda dolgu malzemesi olarak grafen nanoplatelet (GNP) kullanılmıştır. Grafen ve GNP hakkında kısa bilgiler aşağıda verilmiştir.

2.4.1.1. Grafen

2004 yılından beri grafenin, bilim ve teknoloji alanındaki önemi gittikçe artmaktadır. Şeffaf iletken filmler, ultra hassas kimyasal sensörler, ince film transistörler, kuantum nokta cihazları ve korozyon önleyici kaplamalar gibi geniş bir uygulama yelpazesi test edilmiş ve kanıtlanmıştır. Bununla birlikte, bu uygulamalar için endüstriyel ölçekte grafen üretimi, geçmişte bir darboğaz iken günümüzde geliştirilmiş olan grafen üretim yöntemleriyle bu zorluk aşılmıştır (Tiwari ve ark., 2020).

Grafen, iki boyutlu bir sp^2 -hibridize karbon tabakasına verilen isimdir. Genişletilmiş petek ağı, diğer önemli allotropların temel yapı taşıdır; üç boyutlu (3B) grafit oluşturmak için istiflenebilir, bir boyutlu (1B) nanotüpler oluşturmak için yuvarlanabilir ve sıfır boyutlu (0B) fullerenler oluşturmak için sarılabilir (Şekil 2.8). Grafendeki uzun menzilli π -konjugasyonu, uzun süredir birçok teorik çalışmanın ilgi alanı olan ve deneysel çalışmalar için heyecan verici bir alan haline gelen olağanüstü termal, mekanik ve elektriksel özellikler sağlar.

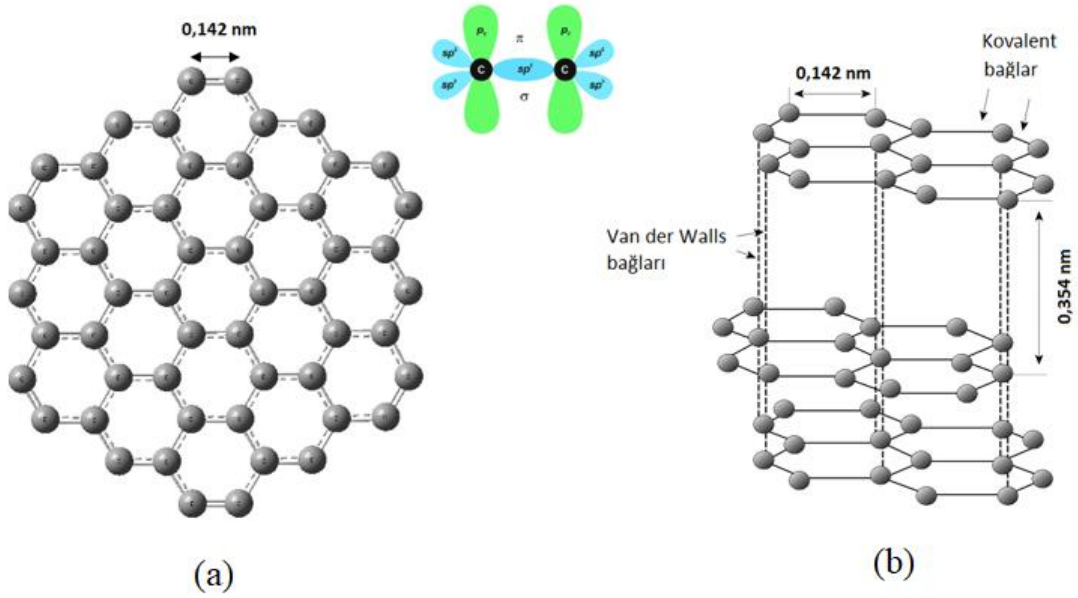


Şekil 2.8. Karbon allotopları

2010 yılında Nobel fizik ödülünü alan Manchester Üniversitesi'nden Andre Geim ve Konstantin Novoselov tarafından 2004 yılında tek katmanlı olarak sentezlenen grafen, kristal yapısı sayesinde dikkat çekici bir bant yapısına sahiptir. Karbon atomları, iki boyutlu bir düzlemde altıgen (bal peteği) kristal yapıda sp^2 hibridleşmesi yapar (1s ve 2p orbitallerinin birleşimi ile 120° açılı yapı). Her karbon atomu, 3 komşu karbon ile σ bağı paylaştığı her komşusundan yaklaşık 0.142 nm uzaklıktadır. Bu kısa mesafe grafeni daha sağlam yapmaktadır.

Karbon atomlarının bağ yapmasına sebep olan dört elektronundan üçü bağ yaptıklarından, bağ yapmayan elektron kristal yapıda serbestçe dolaşabilmektedir. Bu olay grafene yüksek iletkenlik kazandırmaktadır.

Grafen p_z orbitalleri ile z yönünde (düzlem dışında) yönlendirilmiş bir π bağı yapmaktadır (Şekil 2.9a). Bu bağlar, grafenin kendine özgü elektronik özelliklerinin çoğundan sorumludur.



Şekil 2.9. Tek katmanlı grafen tabakası (a) Çok katmanlı grafen (www.grapheene.weebly.com, 2023) (b)

Grafen tabakaları üst üste geldiğinde (Şekil 2.9b) iki grafen tabakası arasındaki mesafe 0,354 nm'dir. İki grafen tabakası arasındaki etkileşim zayıf olduğundan tabakalı yapı (grafit) tek tabakalı grafene göre daha kırılmandır. Grafen, 1 TPa'lık maksimum mekanik dayanım, %12'ye varan kopma gerilmesi ve 130 GPa'lık çekme dayanımı ile aynı ağırlıktaki çelikten 200 kat daha güçlü olan yüksek mekanik mukavemetine sahiptir. Grafenin sağlam olması, elektrik iletkenliği sayesinde, iletken kompozit, sensör ve pil teknolojilerinde uygulama alanı olarak büyük ilgi uyandırmıştır (Allen ve ark., 2010; Cooper ve ark., 2012).

Grafenin üstün mekanik özelliklerinden polimer matrisi güçlendirmek için yararlanılmıştır. Örneğin, grafen ve bir polimer matriste % 0,1'lik bir oranla katkılındığında, kompozit yapının gerilme mukavemeti ve Young modülü, başlangıç polimer matrisine göre önemli ölçüde iyileştirebilmektedir (Ashok Kumar ve ark., 2022).

Elektromanyetik radyasyonla etkileşime girdiğinde grafen geniş bir frekans aralığında ışığı emebilir (Shen ve ark., 2014; Yao, 2021). Grafenin elektromanyetik spektrumdaki birçok farklı bölgeden radyasyonu soğurma yeteneği, bant yapısına ve elektromanyetik radyasyon ile grafen tabakasındaki Dirac fermiyonları arasındaki etkileşime bağlıdır. Grafenin oda

sıcaklığında elektriksel iletkenliği yaklaşık 10^6 S/m'dir. Kompozit içinde grafen konsantrasyonuna bağlı olarak iletkenlik değişebilir.

Büyük ölçekli üretim teknikleri konusunda hâlâ eksiklikler olduğu için tek tabaka grafen henüz seri olarak üretilmemektedir. Bu konudaki asıl sınırlama yüksek maliyetleridir (Zhu ve ark., 2017).

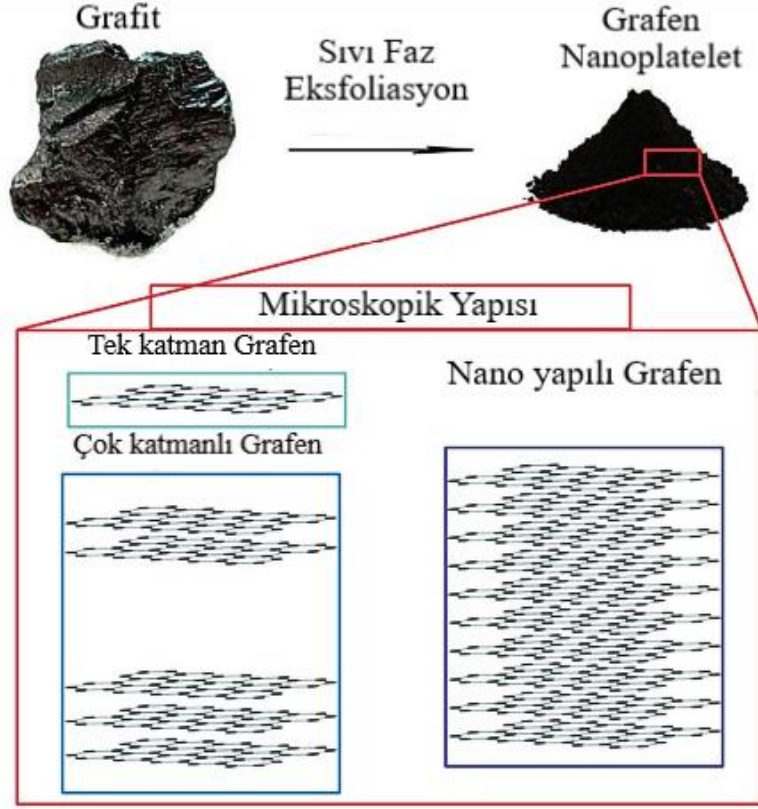
2.4.1.2. Grafen Nanoplateletler

Literatürde, grafen esaslı malzemeler kalınlıklarına, yanal boyutlarına ve karbon/oksijen atomik oranlarına göre (örneğin grafen oksit) sınıflandırılır. Morfolojik özellikler göz önüne alındığında, grafen ailesi tek katmanlı grafen, birkaç katmanlı grafen (2-10 katman) ve grafit nano- ve mikro-plateletler olarak sınıflandırılabilir.

Grafen nanoplateletler (GNP) çoklu fonksiyonel özelliklere sahip yeni sınıf karbon nanoparçacıklarıdır. GNP, iki boyutlu karbon esaslı tek veya çoklu grafit düzlemlerinden oluşmuş olup, morfolojisinden dolayı çok ince (ortalama kalınlık ~ 1-10 nm arasında) fakat geniş bir en boy oranına sahiptir. Yapısal olarak grafen ve grafit arasında değerlendirilebilir. (Kumar ve ark., 2021). Yüksek mekaniksel dayanıklılığı, yüksek elektrik ve termal iletkenliğinden ve büyük yüzey alanının olması dolayısıyla, diğer karbon allotropları arasında öne çıkmaktadır (Yang ve ark., 2011). Polimerik malzemelerin özelliklerini geliştirmek için son 5 yıldır GNP'ler ile çalışmalar hızlanmıştır. Otomotiv, havacılık sektöründe kullanımının yanı sıra bataryalarda ve süper kapasitörlerde kullanımı artmaktadır (Aruna and Mukasyan, 2008).

GNP'ler (ayrıca grafit nanoplateletler, olarak da bilinirler), büyük ölçekli üretimi ve düşük maliyetleri dikkate değer fiziksel özelliklerle birleştirildiğinde dikkat çekicidir. GNP'ler, normalde santrifüjleme adımları olmadan sıvı faz eksfoliasyon yöntemi (grafit-asit çözücü –saf su yıkama-süzme-ısıtma- kurutma) ile elde edilir (Şekil 2.10).

Diğer yaygın GNP üretim yöntemleri, bilyeli öğütme, asitle birleştirilmiş grafitin mikrodalga radyasyona maruz bırakılması, kesme-eksfoliyasyon ve ıslak jetli öğütmedir. Bu üretim tekniklerine göre GNP'lerin, kalınlık, yanal boyut, en boy oranı ve kusur konsantrasyonları değişmektedir.

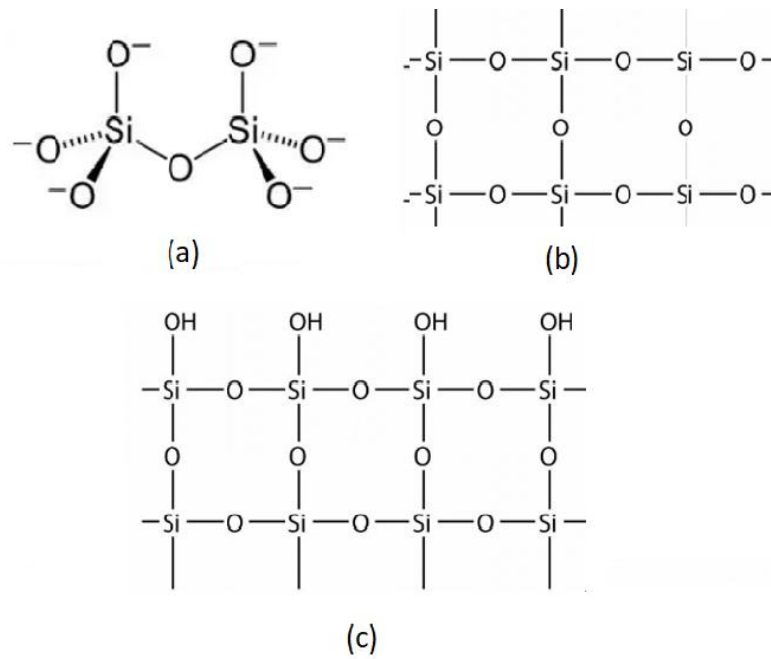


Şekil 2.10. Doğal grafitten grafen nanoplateletlerin elde edilme şeması (Cataldi ve ark., 2018)

GNP'lerin polimerler için etkili bir takviye olarak nanokompozitin elektriksel, termal, mekanik ve diğer temel özelliklerini artırmaktadır (Evgin ve ark., 2020; Zhao ve ark., 2021). Özelliklerin geliştirilmesi, polimer matrisindeki nano dolgu dağılımının derecesine bağlıdır. GNP'ler ve polimerler arasındaki arayüzey etkileşimleri, karşılık gelen nanokompozitin performansında ve bütünlüğünde etkilidir. GNP'lerin geniş yüzey alanı, van der Waals kuvvetleri tarafından GNP'ler ve polimer matris arasında arayüzey kuvvetini geliştirir. Polimer matris ve GNP'ler arasındaki güçlü arayüzey etkileşimi, polimerden GNP'lere verimli stres transferini mümkün kılar ve bu da nanokompozitlerin yüksek mekanik özelliklerine sahip olmasına imkân sağlar. Belirli bir termal iletkenliği elde etmek için gerekli GNP katkı oranının GNP/polimer nanokompozitlerde çok daha düşük olduğu bulunmuştur (Madhad ve ark., 2021). GNP'lerin kenarları, polimer kompozit içindeki dağılımın geliştirilmesi için bağlantı noktaları sunabilir.

2.4.1.3. Silika ve Silika jel

Silisyum (Si) yeryüzünde en fazla bulunan elementlerdendir. Nadiren saf halde bulunan silisyum doğada kararlı durumda silisyum dioksit (SiO_2) veya silika olarak isimlendirilen dioksit veya silikat asidi /tuzları formundadır. Silikada Si atomu dört oksijen atomu (O) ile kovalent bağ yaparken her oksijen atomu iki Si atomu ile bağ yapar (Şekil 2.11a ve b). Elektriği iletmez ve çok yüksek erime noktasına sahiptir. Suda ve organik çözücülerde çözünmez.



Şekil 2.11. Silisyum dioksit Lewis yapısı (a) Silisyum dioksit üç boyutlu ağ yapısı ve Silika jel ağ yapısı (c)

Silika, bilinen düzenli yapıları, büyük yüzey alanları ve ucuz maliyet ile diğer inorganik oksitler arasında öne geçmektedir (Lee and Yoo, 2016; Shafaamri ve ark., 2017). Silika-polimer kompozitlerde özellikle termal kararlılığın arttığı görülmüştür (Lee and Yoo, 2016). Silika-epoksi kompozitleri mikroelektronik endüstrisinde elektronik paketleme materyali olarak kullanılmaktadır.

İnorganik dolgu maddeleri ile yüksek performanslı polimer kompozit oluşturabilmek için parçacıkların matris içinde dispersiyonu yani homojen dağılımı ve arayüzey etkileşimleri anahtar süreçlerdir.

Ancak silikanın hidrofilik olması nedeniyle kompozit için kullanımı öncesinde bazı kimyasal yollarla hidrofobik silika elde edilmektedir (hydrophobic-fumed silica).

Nazir ve arkadaşları (2011) ağırlıkça %2, 5, 7 ve 10 silika nanoparçacıkları ile epoksi kompozitleri hazırlamışlar ve nanokompozitlerin termal ve mekaniksel özelliklerinin epoksiye göre daha iyi olduğunu belirlemişlerdir. Bir başka çalışmada ağırlıkça %0,1 grafen oksit (GO) nanotabakalar ve %5, 10,15 ve 20 silika ile hibrit (SiO₂-GO) epoksi kompozitleri hazırlamışlar ve %10 silika katkısının saf epoksiye göre en iyi mekaniksel etkisinin olduğunu belirlemişlerdir (Chen ve ark., 2012).

Tez çalışmasında, dolgu maddesi olarak kimyasal modifiye etmemiz gereken silika yerine toz formundaki silika jel'i kullanmak, daha önce çalışılmamış olan akustik performans özelliklerinin ölçümleri için tercih edilmiştir.

Sentetik olarak üretilen silika jel büyük çaplı, gözenekli (porosity) yapıya sahiptir ve kimyasal etkileşime girmez. Bu yapısal özeliği çok yüksek yüzey alanına sahip olmasına neden olur. Adsorpsiyon özelliğinden dolayı nem koruyucu olarak çok geniş kullanım alanı vardır.

Silika jel yüzeyi adsorpsiyon grubu olan silanol (Si-OH) ve hidrofobik grup olan siloksan (Si-O-Si) içerir (Şekil 2.11c). Mikro silika epoksi matris ile karıştırıldığında, silika yüzeyde silanol grupları ile epoksinin hidroksil grupları arasında hidrojen bağları nedeni ile çekme mukavemeti artan silika miktarı ile artacaktır. Hamza ve arkadaşları (2017) diş restorasyon çalışmalarında kullanmak için ağırlıkça yüzdeleri % 0,5, 1, 1,5, 3, 5 ve 10 silika jel tozunu PMMA ve akrilik reçineye katmış ve kompozitin mekanik özelliklerinin oldukça iyi etkilendiğini bulmuşlardır.

Silika jel ile karbon esaslı materyallerin kullanımı ile ilgili az sayıda çalışma vardır. Karbon tabakaların silika kanallarına girerek karbon-silika kompozitlerin yüzey alanlarını büyüteceği düşünülmektedir.

Karbon dispersiyonun daha homojen olması ayrıca adsorpsiyon özelliğinden dolayı kompozitte avantaj sağlanabileceği ifade edilmiştir (Wu ve ark., 2022). Ancak karbon esaslı matris dolgu/takviye malzemelerin silika jel gibi materyallerle kompozit oluşturmasının dezavantajı kompozit elektrik iletkenliğinin düşmesidir. Bu nedenle yalıtım özelliği üzerine çalışmak uygulama alanlarını artırmak için gereklidir. GNP ile kuartz ununu hibrit materyaller olarak kullanan ve epoksi resin matrisli kompozit üreten Rybak ve arkadaşları (2018), epoksinin termal ve mekaniksel özelliğini artırırken kompozitin elektriksel yalıtımını korumayı amaçladıklarını belirtmişlerdir.

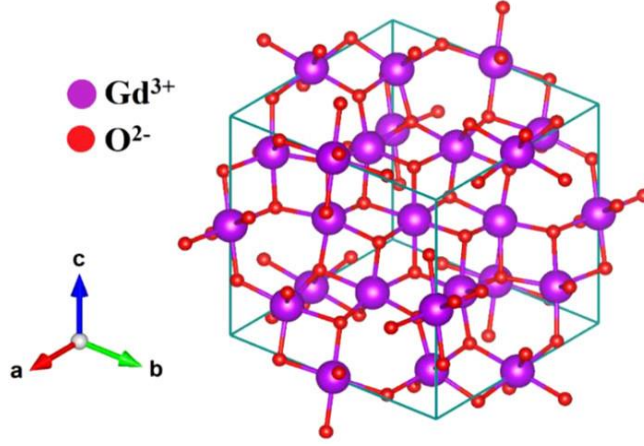
2.4.1.4. Gadolinyum Oksit

Gadolinyum (Gd) (Z=64) lantanit grubundan nadir toprak elementidir. Oda sıcaklığında 293 K(20°C) ferromanyetik olmasına rağmen, bu sıcaklığın üstünde kuvvetli paramanyetik özelliği gösterir. Gd tüm bileşiklerinde oksidasyon numarası +3'tür. En yaygın formu olan Gadolinyum Oksit (Gd₂O₃) inorganik bir bileşiktir. Yüksek termal direnci ve elektrik iletkenliği vardır.

Reaktör nükleer yakıt zincirinde nötron soğurucu olarak ve kırma indisi yüksek olduğundan özel optik cam yapımında kullanılmaktadır (Jamnezhad and Jafari, 2016).

Nanometre boyutlu Gd₂O₃'in manyetik özellikleri ile Manyetik Rezonans (MR) görüntüleme kontrast ajanı olarak kullanılmaktadır. Diğer kullanım alanları lüminesans, katod ışın tüpleri ve plazma ekranlar olarak sayılabilir.

Gd₂O₃ kristal yapıda, hekzagonal, monoklinik, kübik ve tetragonal fazlardan birinde olmakla beraber kararlı durumda genelde kübik yapıdadır (Şekil 2.12).



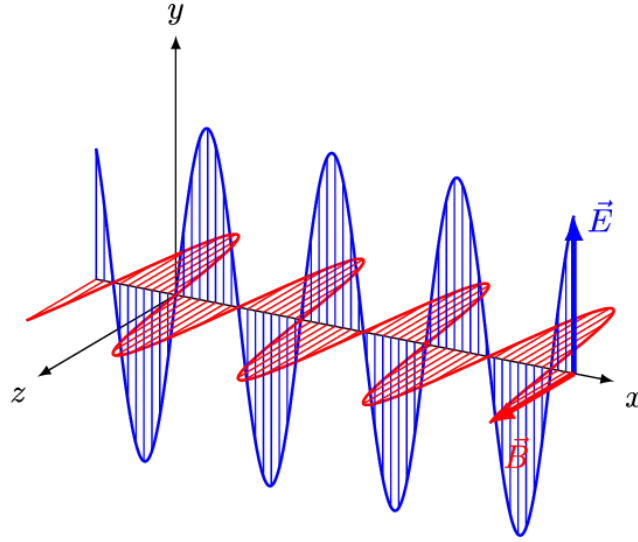
Şekil 2.12. Gadolinyum oksit (Gd_2O_3) kübik yapı (Abdelrehman ve ark., 2020)

Son yıllarda nano Gd_2O_3 parçacıkları dolgu maddesi olarak kompozitte kullanılarak elektromanyetik kalkanlama özelliği hakkında çalışmalar yapılmaktadır. Mikro ve nano Gd_2O_3 parçacıkları - epoksi nano kompozitlerin gama (γ) radyasyon kalkanlamayı artırdığı bulunmuştur (Li ve ark., 2017). 2018 yılında La ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada Gd_2O_3 / epoksi nano kompozitin toksik olmayan avantajı ile kurşun benzeri materyaller yerine X-ışını koruma malzemesi olarak (16 mm kalınlıktaki kompozitin $>99\%$ koruma özelliği) kullanılabileceği bulunmuştur (Ly ve ark., 2018).

2.5. Elektromanyetik Dalgalar

James Clerk Maxwell (1831-1879) tarafından sunulan klasik elektromanyetik kuramı bilimde en önemli buluşlardan birisidir. Maxwell, bir bölgede zamanla değişen elektrik ve manyetik alanlar nedeniyle, elektromanyetik bir bozulmanın uzayda bir bölgeden diğerine ilerleyebilmesinin mümkün olduğu fikrini ileri sürmüştü ve bu tür bozulmaların boşlukta da yayılabilir özelliği olan elektromanyetik dalgalar olduğunu belirlemiştir.

Elektromanyetik (EM) dalgalar uzayda enerji ve momentum taşıyan değişen elektrik ve manyetik alanlardan oluşur. \mathbf{E} ve \mathbf{B} sırasıyla elektrik alan ve manyetik alan vektörü olup, elektromanyetik dalgalarda \mathbf{E} ve \mathbf{B} her zaman birbirine ve yayılma yönüne diktir (Şekil 2.13).



Şekil 2.13. x doğrultusunda yayılan elektromanyetik dalga

Elektrik ve manyetik alanlar ile bunların kaynakları arasındaki bağıntılar Maxwell denklemleri olarak bilinen dört denklem ile verilmektedir (Çizelge 2.4 ve Çizelge 2.5).

Bu temel denklemler ışığın bir elektromanyetik dalga olduğunu göstermede kullanılmıştır.

Çizelge 2.4. Maxwell denklemleri

	İntegral Form	Diferansiyel Form
Faraday Yasası	$\oint_C \vec{E} \cdot d\vec{l} = -\frac{d}{dt} \int_S \vec{B} \cdot d\vec{s}$	$\nabla \times \vec{E} = -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t}$
Ampere Yasası	$\oint_C \vec{H} \cdot d\vec{l} = \int_S \vec{j} \cdot d\vec{s} + \frac{d}{dt} \int_S \vec{D} \cdot d\vec{s}$	$\nabla \times \vec{H} = \vec{j} + \frac{\partial \vec{D}}{\partial t}$
Gauss Yasası (Elektrik Alan)	$\oint_S \vec{D} \cdot d\vec{s} = \int_v \rho_v dv$	$\nabla \cdot \vec{D} = \rho_v$
Gauss Yasası (Manyetik Alan)	$\oint_S \vec{B} \cdot d\vec{s} = 0$	$\nabla \cdot \vec{B} = 0$

Maxwell'in denklemleri ortam için düzenlenirse;

$$\nabla \times \vec{E} = -\mu \frac{\partial \vec{H}}{\partial t} \quad 2.1$$

$$\nabla \times \vec{H} = \sigma \vec{E} + \epsilon \frac{\partial \vec{E}}{\partial t} + \vec{J}_s \quad 2.2$$

Madde içindeki elektriksel ve manyetik geçirgenlik, boş uzaydaki elektriksel ve manyetik geçirgenlikle orantılıdır:

$$\begin{aligned} \epsilon &= \epsilon_r \epsilon_0, & \epsilon_0 &= \frac{1}{36\pi} \times \frac{10^{-9} F}{m} \\ \mu &= \mu_r \mu_0, & \mu_0 &= 4\pi \times \frac{10^{-7} H}{m} \end{aligned} \quad 2.3$$

Burada ϵ_r bağıl elektriksel geçirgenliktir (genellikle dielektrik sabiti olarak adlandırılır) ve μ_r bağıl manyetik geçirgenliktir (Paul, 2005).

Çizelge 2.5. Elektromanyetik alan nicelikleri ve birimleri

Sembol	SI Birim	Nicelik
E	V/m	Elektrik alan şiddeti
D	C/m ²	Elektrik akı yoğunluğu
H	A/m	Manyetik alan şiddeti
B	Wb/m ²	Manyetik akı yoğunluğu
J	A/m ²	Elektrik akım yoğunluğu
ρ_v	C/m ³	Hacimsel serbest yük yoğunluğu
Boş uzay		
ϵ_o	F/m	Elektrik geçirgenlik $\vec{D} = \epsilon_o \vec{E}$
μ_o	H/m	Manyetik geçirgenlik $\vec{B} = \mu_o \vec{H}$
c	m/s	Işık hızı $ \vec{E} / \vec{B} $
Doğrusal, homojen ve izotropik ortam		
ϵ	F/m	Elektriksel geçirgenlik $\vec{D} = \epsilon \vec{E}$
μ	H/m H: henry	Manyetik geçirgenlik $\vec{B} = \mu \vec{H}$
σ	(S/m) S: siemens	Elektriksel iletkenlik $\vec{J} = \sigma \vec{E}$

2.6. Elektriksel İletkenlik

Bir maddenin veya ortamın elektriği iletme yeteneğini ifade eden iletkenlik, polimerlerdeki dolgu maddelerinden etkilenen en önemli elektriksel özelliktir.

İletken malzemede J akım yoğunluğu ile ortamdaki E elektrik alanı arasında lineer bir ilişki vardır:

$$\vec{E} = \rho \vec{J} \quad 2.4$$

ρ orantı sabitine iletkenin öz direnci denir SI sistemindeki birimi $\Omega \cdot m$ 'dir.

Böylece, akım yoğunluğu ile elektrik alan arasındaki eşitlik, iletkenlik cinsinden

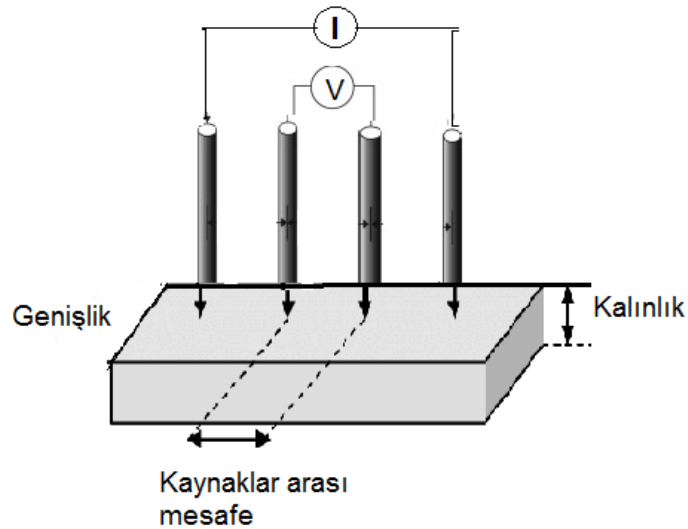
$$\vec{J} = \sigma \vec{E} \quad 2.5$$

formunda yazılabildiğinden σ elektriksel iletkenlik (conductivity) öz direncin tersidir ($1/\rho$) ve birimi (Siemens/m) 'dir.

Bir iletkenin içinden akım akışına ne kadar kolay izin verdiğinin bir ölçütü olan iletkenlik (conductance) G ; aşağıdaki gibi direncin tersi olarak da tanımlanabilir.

$$G = \frac{I}{V} = \frac{1}{R} = \frac{1}{\rho L} = \sigma \frac{A}{L} \quad 2.6$$

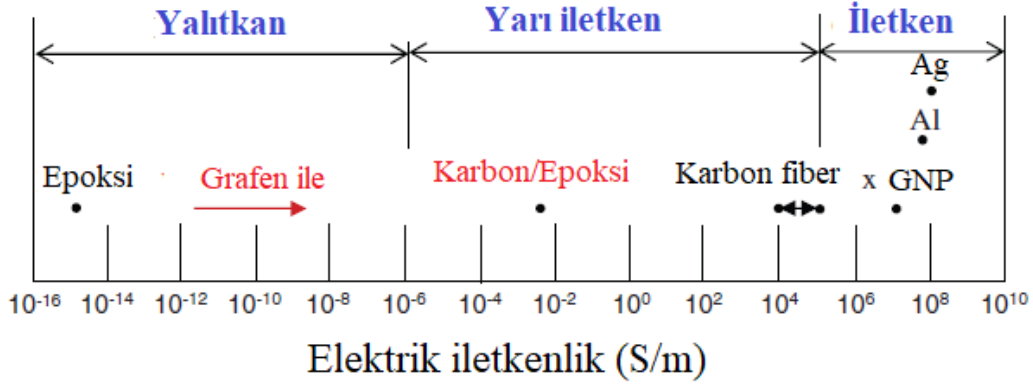
Burada G 'nin birimi SI birim sisteminde Siemens ($S=Siemens=Ohm^{-1}$)'dir. Direnci veya öz direnci ölçülen malzemenin uzunluğu L (m cinsinden) ve A (m^2 cinsinden) kesit alanıdır. Genellikle iletkenlik/elektriksel direnç ölçümleri iki nokta veya lineer dört nokta prob (Şekil 2.14) yöntemi ile yapılmaktadır. Dört prob ölçü yönteminde dört paralel problardan iki iç prob (uçları arası mesafe bilinen ve bu mesafe ölçüm örnek uzunluğu olarak alınan; Eşitlik 2.7) voltmetreye bağlıken direnç ölçen, 2 dış prob bir akım kaynağına bağlıdır.



Şekil 2.14. Dört nokta prob yöntemi

$$\sigma = \frac{1}{\text{Elektriksel direnç}} \times \frac{\text{Kontaklar arası mesafe}}{\text{Cismin alanı}} \quad 2.7$$

Polimerlerin büyük çoğunluğu mükemmel elektrik yalıtkanlarıdır ve bu, tel ve kablo yalıtımının yanı sıra çok sayıda diğer uygulamada yaygın kullanıma yol açar. Ancak bazı uygulamalarda, iletkenlik gereklidir ve buda iletken dolgu maddelerinin kullanılmasıyla sağlanmalıdır (Şekil 2.15).

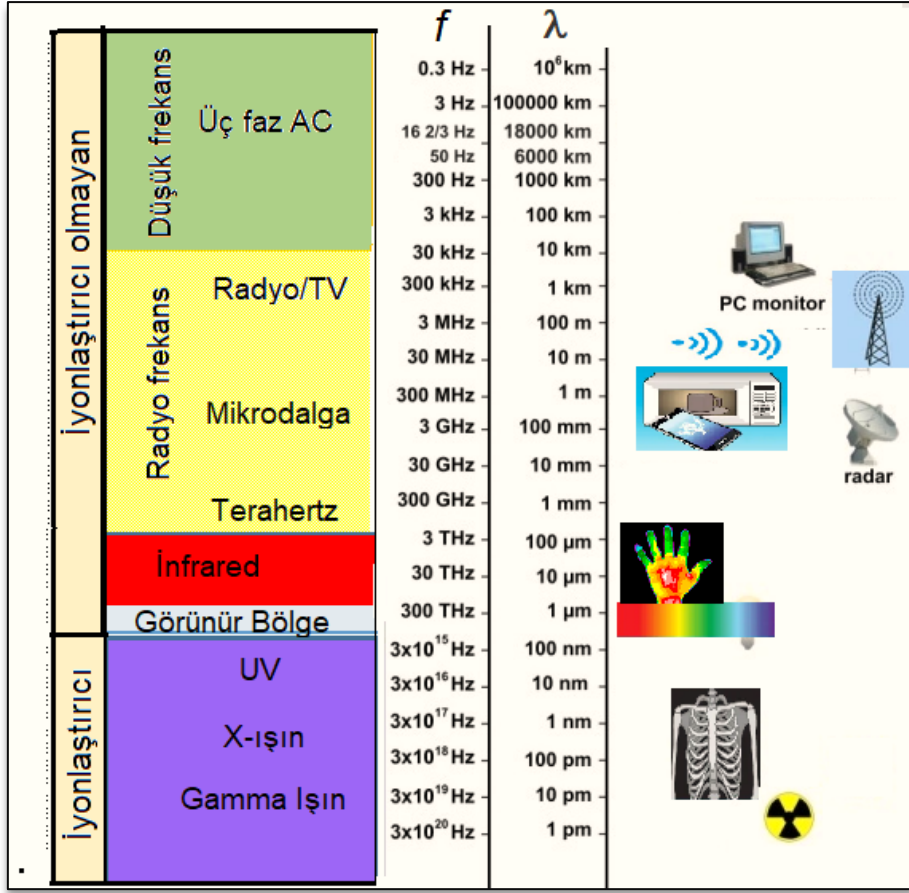


Şekil 2.15. Bazı materyallerin elektrik iletkenliği (Imran and Shivakumar, 2017)

Elektriksel olarak iletken dolgu maddelerine örnek olarak grafen, grafen nanoplatelet, karbon nanotüpler, nano killer ve metal (bakır, gümüş, çelik) verilebilir (Gojny ve ark., 2005; Imran and Shivakumar, 2017; Kausar and Taherian, 2019).

2.7. Elektromanyetik Spektrum

Bilinen tüm elektromanyetik radyasyonu ilgili dalğanın dalgaboylarına veya frekanslarına göre radyo dalgaları v gamma ışınları arasında kategorize eden spektrum elektromanyetik spektrum olarak tanımlanır (Şekil 2.16).



Şekil 2.16. Elektromanyetik spektrum

TV, GPS, Wifi (kablosuz iletişim), cep telefonları ve günlük hayatın vazgeçilmez olan birçok teknolojik cihazların yaydığı elektromanyetik dalgalar radyo frekans (RF) ve mikrodalga bölgelerindeki frekanslardır.

Radyofrekans (RF) radyasyonu, nispeten uzun dalga boyu, düşük frekans ve düşük foton enerjisi ile karakterize edilen iyonlaştırıcı olmayan elektromanyetik enerjidir. Elektromanyetik spektrumun RF bölgesi 30 kHz ile 300 GHz arasındadır (Yadava, 2018). Havacılık radyosu, navigasyon, yayın ve kişisel kablosuz iletişim hizmetleri gibi kullanımlar için spektrumun RF ve RF altı bölümlerinde farklı RF bantları belirlenir (Çizelge 2.6).

Çizelge 2.6. Elektromanyetik spektrum RF bölgesi isimlendirme ve uygulama alanları

		Band isimlendirme									
VHF	UHF	L	S	C,J	X	Ku	K	Ka	V	W	mm
MHz		GHz									
30-300	300 MHz-1 GHz	1-2	2-4	4-8.2	8.2-12.4	12.4-18	18-27	27-40	40-75	75-110	110-300
FM radyo TV	Mikrodalga fırın Mobil telefon	Wireless LAN, Radar, GPS	Bluetooth Kablosuz telefon	Wifi	Hava izleme Savunma Hava trafiği	Uydu haberleşme			Askeri alan		Araştırma

*UHF: Ultra Yüksek Frekans

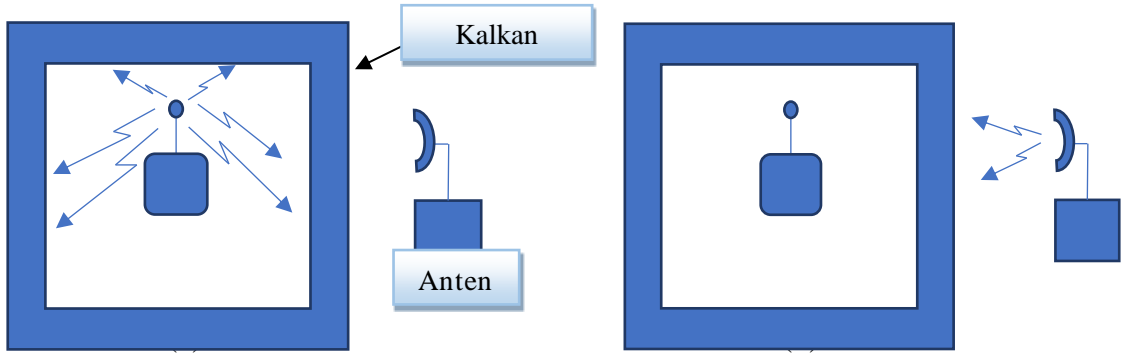
Telekomünikasyonda kullanılan ana radyo frekans bandlarını Uluslararası Telekomünikasyon Birliği (ITU) tanımlamıştır (Bilgi Teknolojileri ve İletişim Kurumu, 2018).

Mikrodalga (MW) radyasyonu, 300 MHz- 300 GHz frekansları ile RF radyasyonunun bir alt kümesi olarak kabul edilir. Mikrodalga frekans bandları 1 GHz ile 100 GHz arasında değişen bir frekans aralığında bir harf ile temsil edilen bir dizi frekans bandında kategorize edilirler.

Bunlardan biri olan X- bandı, frekans aralığı 8,0–12,0 GHz olarak Elektrik ve Elektronik Mühendisleri Enstitüsü (IEEE) tarafından belirlenmiştir. X- bandı radar, uydu iletişimi ve kablosuz bilgisayar ağları için kullanılır. Özellikle askeri alanlarda güvenli internet kullanımına uygun frekanslardadır. Bu nedenle elektromanyetik kalkanlama araştırmalarında X-band ölçümleri tercih edilmektedir

2.8. Elektromanyetik Kalkanlama

Elektromanyetik kalkanlama veya ekranlama terimi, bir cihazın çevresel etmenlerden korumak amacıyla iletken bir bariyer ile çevrenmesi anlamına gelir. Hata! Başvuru kaynağı bulunamadı. Şekil 2.17b’de gösterildiği gibi kalkanlamanın ikinci amacı, parazite neden olabilecek elektromanyetik dalganın, elektronik aksamına sızmasını önlemektir. Örnek olarak, yüksek güçlü radarlar veya radyo ve TV vericileri gibi harici sinyallere duyarlılığı azaltmak için kalkanlama kullanılabilir.



Şekil 2.17. Kalkanlama kullanımına ilişkin örnek: içeride yayılan dalgalar (a) ve dışarıdan gelen dalgalar (b)

Kalkanlama için genellikle uygun şekilde tasarlanmış iletkenliğe ve kalınlığa sahip metal malzemeler kullanılmaktadır. Daha hafif, korozyona ve diğer çevresel etkenlere karşı etkili ve ucuz maliyetli farklı malzemeler araştırılmaktadır. Özellikle kompozit ve tekstil türünde malzemeler bu araştırmalarda öne çıkmaktadır.

Bir malzemenin elektromanyetik dalgaları koruma etkinliği, Kalkanlama/Ekranlama Etkinliği (SE, ing. Shielding Effectiveness) cinsinden ölçülür (Paul, 2005). Kalkanlama etkinliğinin genel bir tanımı, bir kalkana çarpan bir elektromanyetik alanın yalnızca elektrik alanı dikkate alınırsa,

Gelen dalga E_i olarak gösterilirken, kalkandan geçen (istenmeyen) alan E_t olarak adlandırılır. Her iki alanın büyüklüğünü ölçmek mümkünse, kalkanlama etkinliği SE şu şekilde tanımlanır:

$$SE = \frac{\text{Bariyere gelen elektrik alanının büyüklüğü}}{\text{Bariyerden geçen elektrik alanının büyüklüğü}} \quad 2.8$$

Notasyonlar ile birlikte kalkanlama etkinliği şu şekilde gösterilir:

$$SE_E = \left| \frac{E_i}{E_t} \right| \quad 2.9$$

SE desibel cinsinden aşağıdaki şekilde ifade edilir:

$$SE_{E|dB} = 20 \log \left| \frac{E_i}{E_t} \right| \quad 2.10$$

Benzer durumu manyetik alan için de uygularsak:

$$SE_H = \left| \frac{H_i}{H_t} \right| \quad 2.11$$

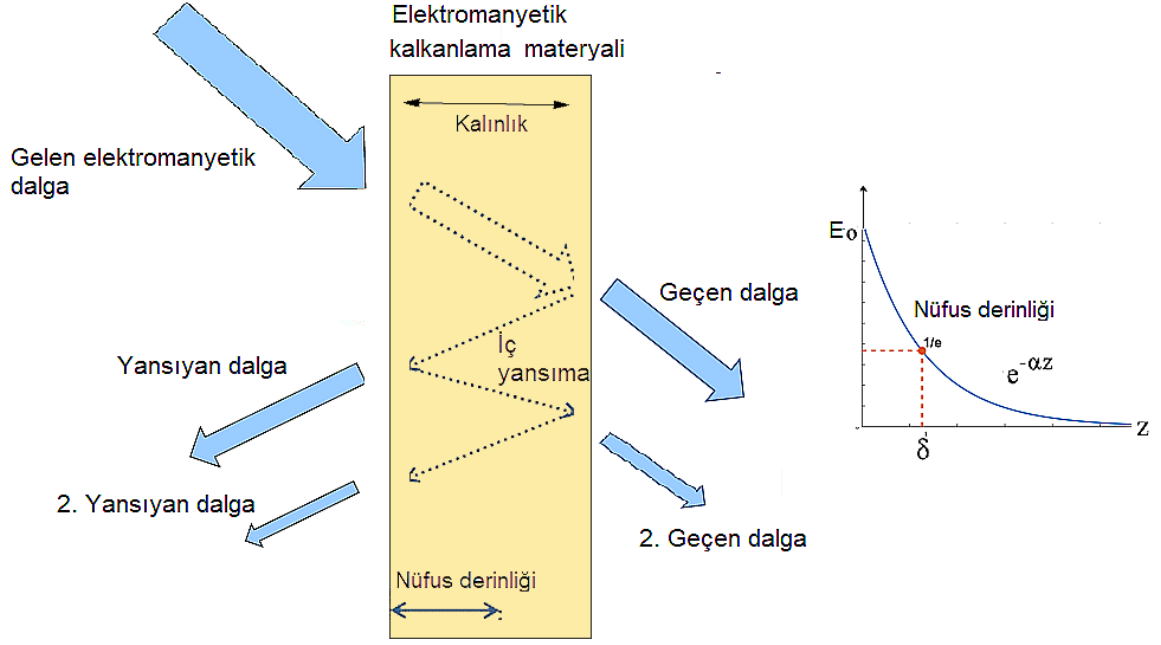
$$SE_{H|dB} = 20 \log \left| \frac{H_i}{H_t} \right| \quad 2.12$$

Bir diğer tanım, elektromanyetik alanın gelen gücü P_i ile iletilen güç P_t arasındaki oranı içerir.

$$SE_p = \left| \frac{P_i}{P_t} \right| \quad 2.13$$

$$SE_{p|dB} = 10 \log \left| \frac{P_i}{P_t} \right| \quad 2.14$$

Elektromanyetik dalganın kalkan-bariyer malzeme ile etkileşmesi, gelen dalganın kalkan yüzeyinden yansması, soğrulması ve içerde çoklu yansımalarla açıklanabilir (Şekil 2.18). Elektromanyetik dalga, malzemenin yansımaya katsayısı oranında yansır ve kalan kısmı malzeme içinden geçer. İletken malzeme içerisinden geçen elektromanyetik dalga $e^{-\alpha z}$ oranında sönümlenir. Burada α soğurulma katsayısıdır.



Şekil 2.18. Elektromanyetik dalganın kalkan malzeme ile etkileşmesi

İletken malzemeler için α genellikle nüfus etme derinliği δ (Skin depth) ile ilişkilidir;

$$\alpha = 1/\delta \text{ ve } \delta = 1/\sqrt{\pi f \mu \sigma} \quad 2.15$$

burada μ malzemenin manyetik geçirgenliği ve σ malzemenin iletkenliğidir. Dolayısıyla elektromanyetik dalga iletken malzeme içerisinde $e^{-z/\delta}$ faktörü ile sönümlenir. Bariyer kalınlığı (t) eğer yüzey derinliğinden çok büyükse sağ taraftaki arayüze geldiğinde büyük ölçüde sönümlenir. Sağ arayüze ulaşan elektromanyetik dalga o arayüz için gelen dalga olarak kabul edilir ve benzer süreç bu arayüzde de gerçekleşir. Sağ arayüzden yansıyan ve sol arayüze ulaşan dalga tekrar benzer süreçlere uğrar ve bu şekilde devam eder. Kalkanlama malzemesi, gelen elektromanyetik dalganın frekansına uygun olarak ve yüzey derinliğinden çok daha kalın tasarlanırsa bahsedilen bu çoklu yansımaların çok az etkisi olur.

Böylece kalkanlama etkinliği, *yansımaya kaybı*, *soğurma kaybı* ve *çoklu yansımalar* olmak üzere üç kısma ayrılabilir.

$$SE_{dB} = R_{dB} + A_{dB} + M_{dB} \quad 2.16$$

burada R , sol ve sağ arayüzlerdeki yansımanın neden olduğu yansıma kaybını temsil eder. A ise dalganın bariyer boyunca ilerlerken soğurma kaybını temsil eder ve M , çoklu yeniden yansıma ve iletimlerin ek etkilerini temsil eder. Yeniden yansımalar, sağ arayüz üzerinden iletilen ilk alana eklenecek alanlar oluşturur. Bu nedenle çoklu yansıma faktörü M negatif bir sayı olacak ve genel olarak kalkanlama etkinliğini azaltacaktır (çünkü R ve A pozitif olacaktır).

$$A_{dB} = 20 \log e^{t/\delta} \quad 2.17$$

Logaritma kurallarına göre düzenlenirse:

$$A_{dB} = \frac{t}{\delta} 20 \log e \approx 8.686 \frac{t}{\delta} \quad 2.18$$

Burada kalkanlama malzemesinin kalınlığının (t), yüzey derinliğine karşı önemi vurgulanmaktadır. Malzemenin görevini yerine getirmesi için kalınlığının yüzey derinliğinden daha büyük olması gerekmektedir.

Daha önce belirtildiği üzere malzeme içinde meydana gelen çoklu yansımalarından dolayı ayrıca elektromanyetik dalganın sönümlenmesi gerçekleşir. Malzeme içinde çoklu yansımalarından kaynaklanan **Çoklu Yansıma Kaybı** (M_{dB}) şu şekilde ifade edilir:

$$M_{dB} = 20 \log (1 - e^{-2t/\delta}) \quad 2.19$$

Malzeme kalınlığı t 'nin yüzey derinliği δ 'dan çok büyük ve dalga empedansları ile ilgili kabuller göz önüne alınırsa elektrik alan ve manyetik alan için yansıma kaybı tamamen aynı olur. Ancak burada önemli bir fark manyetik alanın birincil iletimi sol arayüzde gerçekleşirken, elektrik alanının birincil iletimi sağ arayüzde gerçekleşir. Bu nedenle, sınırdan

geçerken manyetik alanın zayıflaması, elektrik alanın zayıflamasından daha önemlidir. Bu, "kalın" sınırların manyetik alanlara karşı koruma üzerinde elektrik alanlardan daha fazla etkiye sahip olduğuna işaret eder.

Elektrik alanın birincil iletimi ikinci sınırdaki meydana geldiğinden, malzeme kalınlığı, birincil iletimin birinci sınırdaki gerçekleştiği manyetik alan koruması için olduğu kadar önemli değildir. Bu nedenle, elektrik alanları için etkili kalkanlama, elektrik alanını ilk sınırdaki etkili bir şekilde "kısa devre yapan" ince bir malzemedeki yapılabilir.

Özetle, elektrik alanın kalkanlama etkinliği, esasen malzeme ile dalga yayıldığı ortam arasındaki empedans uyumsuzluğundan kaynaklanır. Maksimum empedans uyumsuzluğuna sahip olmak için, malzemenin dalga empedansı mümkün olan en yüksek olmalıdır. Diğer bir ifadeyle malzemenin yüksek bir σ değerine sahip olması tercih edilmelidir.

Manyetik alanın kalkanlama etkinliği ise, esas olarak soğurma mekanizmasından kaynaklanır, bu nedenle malzeme kalınlığı (t), nüfus derinliğinden (δ) daha büyük olmalıdır. Ancak, çok kalın malzeme üretmekten kaçınmak için düşük yüzey derinliği penetrasyonu olan bir malzeme seçilmelidir, yani iyi bir iletken malzeme ve yüksek manyetik geçirgenliğe sahip olmalıdır.

2.9. Elektromanyetik Kalkanlama Etkinliği Ölçüm Yöntemleri

Elektromanyetik kalkanlama etkinliğini (shielding effectiveness, SE) tekrar tanımlarsak belirli frekans aralıklarında girişimlere- parazitlere karşı koruyucu malzemenin ne kadarlık bir koruma yaptığının bir ölçüsüdür. Aynı geliş güç değerinde koruyucu varken ve yokken ölçülen güç oranı olarak da tanımlanabilir (Eşitlikler 2.11 ve 2.12).

Bu ölçümleri yapabilmek amacıyla 4 yöntem sayılabilir (Violette, 1987).

Bu yöntemler:

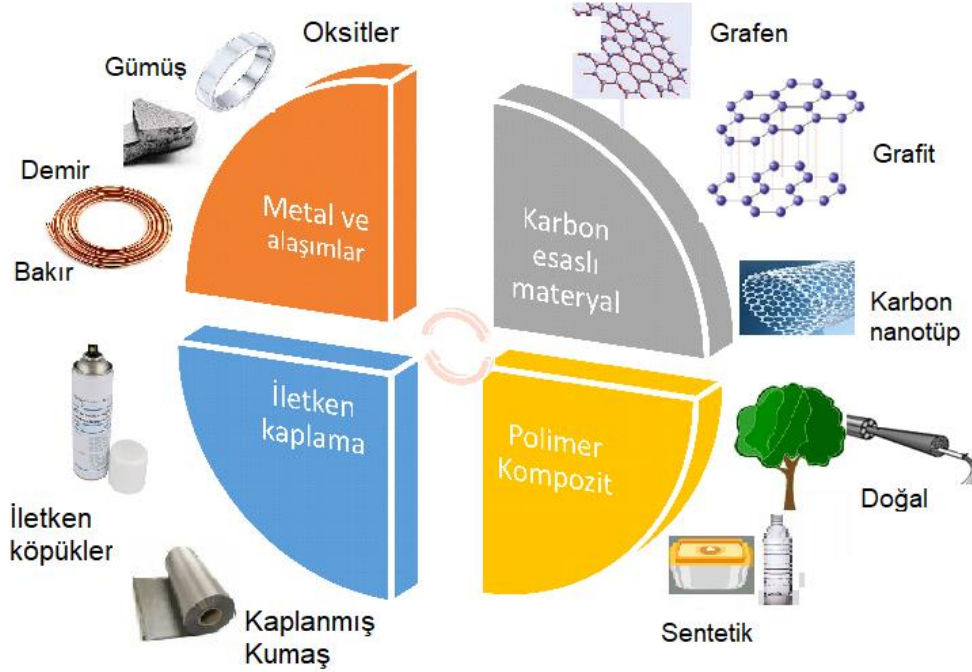
- Açık Alan veya Boş Uzay Yöntemi (*Open Field or Free Space Method*)
- Ekranlı Kutu Yöntemi (*Shielded Box*)
- Ekranlı Oda Yöntemi (*Shielded Room Method*)
- Eş eksenli-Koaksiyel İletim Hattı Yöntemi (*Coaxial Transmission Line Method*)

Bu tez kapsamında SE ölçümleri için Koaksiyel İletim Hattı Yöntemi” ve ASTM D4935-10 Standardı (*Standard Test Method for Measuring the Electromagnetic Shielding Effectiveness of Planar Materials*) kullanılmıştır. Test düzeneği ve örnek büyüklük ve geometriler ile ilgili bilgiler tezin deneysel ölçümler kısmında ayrıntılı olarak verilmiştir.

2.10. Kalkanlama Malzemeleri

EMI kalkanlama malzemelerinin en önemli özelliği iyi iletken ve düşük manyetik geçirgenliğe sahip olmasıdır. Kalkanlama malzemeleri 4 ana grupta toplanabilir (Şekil 2.19). EMI kalkanlama çalışmalarında en fazla kullanılan materyaller; yüksek iletken metaller (bakır, gümüş), alüminyum köpükler, demir, nikel ve bunların alaşımları, cam fiberler, karbon nanotüp, grafen, grafen oksit olarak sayılabilirken matris olarak polimerler son yıllarda öne geçmektedir (Madinehei ve ark., 2021a; Wanasinghe ve ark., 2020; Yousefi ve ark., 2014).

Bakır, alüminyum gibi metaller yüksek EMI kalkanlama sağlamakta ancak, ağırlık, korozyon, oksidasyon ve maliyet açısından uygun değildir. İletken polimerler (polianilin gibi), iletken kumaşlar veya elektrik iletken ve manyetik özellikli dolgu maddelerinin polimer matrise eklenerek kompozit üretilmesi, mekaniksel ve termal dayanıklılık artırması gibi avantajlar açısından son yıllarda EMI kalkanlama çalışmalarında öne geçmiştir.



Şekil 2.19. Elektromanyetik kalkanlama malzemeleri

Polimer esaslı malzemeler işleme kolaylığı, maliyet düşüklüğü ile ilgi çekici iken düşük elektriksel iletkenliğe sahip olduğundan düşük elektromanyetik kalkanlama özelliği gösterir. Bu nedenle elektromanyetik dalgalar için daha etkili soğurma yapabilecek iletken malzemelerle kombinasyonları gerekmektedir. EMI kalkanlama çalışmalarının başladığı 1933 ve 1981 yılları arasında ortalama yılda 200 çalışma makaleye dönüşmüş ve 1981-2014 arasında artarak (ortalama 600 çalışma) 2020 yılında 1146 çalışmanın sonuçları yayımlanmıştır (Ayub ve ark., 2021).

Ancak özellikle askeri ve sivil amaçlı birçok uygulamada kullanılan X-band frekanslarında tam verim alınamadığından yeni kombinasyonlu materyallere ihtiyaç devam etmektedir (Gupta and Tai, 2019).

Metalik dolgu maddelerinin, fiberlerin, mikro/nano parçacıkların polimer matrisli kompozit içinde homojen dağılımı / dispersiyonu EMI kalkanlama özelliğini artırmaktadır. Polimer kompozitlerde düşük miktarlardaki CNT, karbon fiber, grafen, grafen oksit, GNP gibi üstün elektriksel özellikli karbon temelli dolgu maddelerinin eklenmesi mikrodalga zayıflatma ve elektromanyetik girişim (EMI) kalkanlama etkinliğinin geliştirilmesini sağlamaktadır (Omana ve ark., 2022).

Ağırlıkça %15 tek duvarlı CNT- epoksi nano kompozitte, X-band bölgesinde 18 dB lik bir kalkanlama etkinliği (Huang ve ark., 2007), 10 MHz–1,5 GHz frekans aralığında (10 MHz'te) 49,2 dB ve 1 GHz'de ise kalkanlama etkinliği değeri 20 dB olarak ölçülmüştür (Li ve ark., 2006).Ağırlıkça %7,7 grafen nanotabakalar / su bazlı poliürotan kompozitte X-band bölgesinde 32 dB'lik bir kalkanlama olduğu ölçülmüştür (Hsiao ve ark., 2013).

Liang ve arkadaşları grafen-epoksi kompozitlerinin 8,2–12,4 GHz (X-bandı) frekans aralığında yüksek elektromanyetik girişim (EMI) kalkanlama etkinliği sergilediğini ve ağırlıkça %15 grafen katkılama için maksimum 21 dB kalkanlama etkinliği elde edildiğini göstermiştir (Liang ve ark., 2009).

Ayrıca, 30 MHz–1,5 GHz frekans aralığında 30 dB ve X-band frekans aralığında 20 dB kadar kalkanlama etkinliğine sahip hafif ve esnek bir grafen-köpük kompozitin geliştirildiği bildirilmiştir (Chen ve ark., 2013).

Epoksi içinde ağırlıkça %0,5, 1, 1,5, 2, 2,5 nano grafen dolgu olarak kullanılmış ve %2.5 katkılı nano kompozitin kalkanlama etkinliğinin X-band aralığı için yaklaşık 27 dB olduğu bulunmuştur (Santhosi ve ark., 2020).

Karbon elyaf - epoksi kompozite demir, kobalt ve onların oksit nano taneciklerini katkılayarak elde edilen nanokompozitlerin kalkanlama etkinliği X-band aralığında ölçülmüştür. En büyük kalkanlama etkinliği (45 dB) hacimce %4 demir içeren örnekte bulunmuştur (Jalali ve ark., 2011).

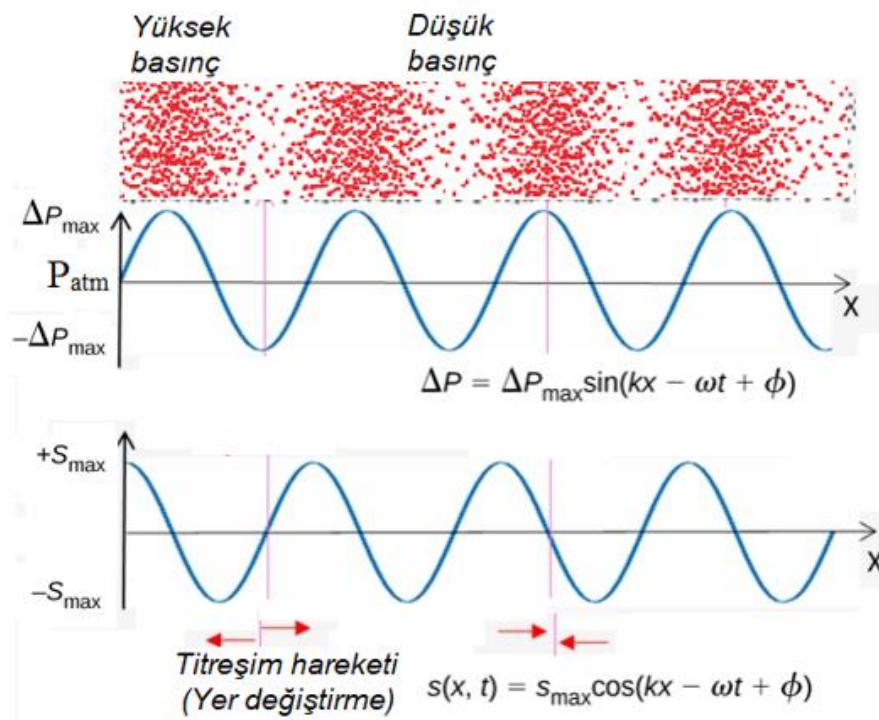
Ağırlıkça %0,1 indirgenmiş grafen oksit köpüğü ve ağırlıkça % 20,4 GNP kullanılan epoksi nanokompozitte kalkanlama etkinliği X-band bölgesinde 51 dB olarak hayli yüksek değerde bulunmuştur (Liang ve ark., 2019). Büyük en-boy oranına ve yüksek içsel elektrik iletkenliğine sahip GNP katkılı kompozitlerin mikrodalga soğurması için gelişme sağlaması beklenmektedir(Tahalyani ve ark., 2022; Wang ve ark., 2014).

2.11. Ses Dalgası

Ses, gaz, sıvı veya katı gibi bir iletim ortamında parçacıkların denge konumlarından olan yer değiştirme salınım (titreşim) hareketi, ortamdaki yoğunlukta dolayısıyla basınçta küçük değişiklikler üretir.

Daha yüksek bir parçacık yoğunluğu daha yüksek bir basınca karşılık gelirken daha düşük bir yoğunluk daha düşük bir basınca karşılık gelmektedir (Şekil 2.20).

Bu nedenle ses dalgası ortamdaki ortalama basınçtan değişim yani basınç değişim dalgası olarak modellenebilir. İşitilebilen ses, canlıların işitme organları tarafından algılanabilen periyodik basınç değişimleridir.



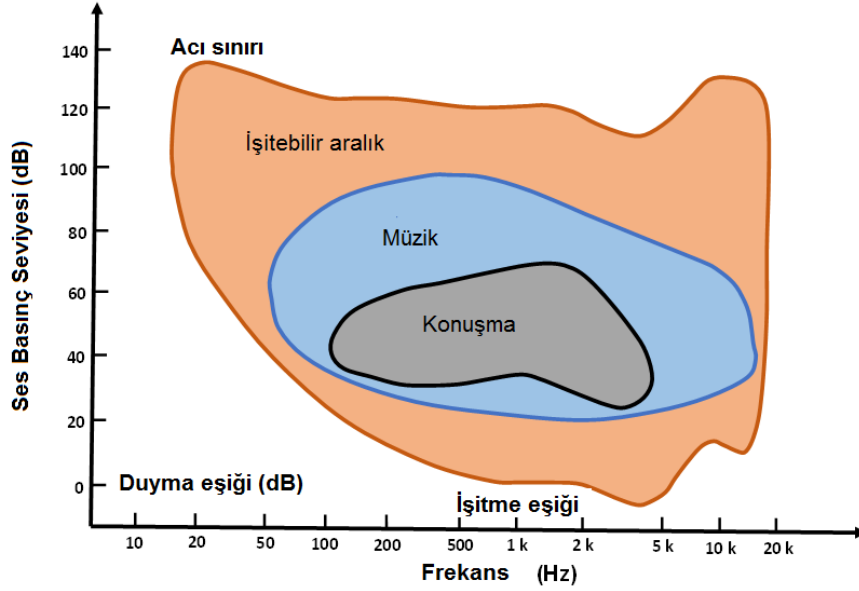
Şekil 2.20 Ses dalgası (k dalga sayısı, ω : açısal frekans)

Ses dalgası basitçe sinüzoidal dalga formunda tanımlanabilir ve frekans, genlik, ses hızı, ses basıncı veya şiddeti ile karakterize edilmektedir.

Ses bilimi olarak da tanımlanan “Akustik”, sesi, gürültüye yol açan titreşimleri ve gürültü kontrolünü ve akustik sinyal işleme süreçlerini inceleyen fizik bilim dalıdır.

İşitme, ses algısıdır (perception of sound). İnsanların standart sıcaklık ve basınçta işitme aralığı, yaklaşık olarak 20 Hz-20 kHz aralığındadır.

Genç sağlıklı bir insan kulağının dedekte edebildiği minimum basınç farkı 1000 Hz'lik frekansta ve 25 °C'de 20 µPa (Ses şiddet karşılığı 0,98 pW/m²) işitme eşiği olarak tanımlanır. İnsan kulağının duyarlılığın en iyi olduğu frekans aralığı 2-5 kHz olarak tanımlanmıştır (Şekil 2.21)



Şekil 2.21. İnsanın duyabileceği ses frekans aralığı

2.11.1. Akustik Parametreler

Enerji taşıyan ses dalgaları belirli bir kalınlıktaki bir bariyer-malzeme ile karşılaştıklarında üç fiziksel olay gerçekleşebilir.

- Soğurma (A; Absorption) – Ses enerjisi soğrulur, malzemeyi oluşturan atom/moleküllerin titreşimine neden olur, ısı enerjisi artar ve sonra ısı yayılır.
- Geçiş-İletim (T; Transmittance) – Ses bariyer malzemedен geçebilir.
- Yansıma (R; Reflection) – Geldiği ortama geri dönebilir.

Gürültü gibi istenmeyen sesleri engellemek veya içerden dışarıya ses gitmesinin istenmemesi, eko, yankı süresi (reverberation time) yansıma ile ilgili akustik parametreler için malzemeler tasarlanmaktadır.

Bazı gerekli akustik kavramların aşağıda kısaca tanımları verilmiştir.

- Eko, ses dalgasının bir engele çarpıp geri yansması ile duyulan sestir.
- Yankı süresi (Reverberation), genellikle akustik mimaride farklı yüzeylerin oluşturdukları çoklu yansımaların kontrolü veya belirli bir hacim içinde bulunan malzemelerin soğurucu katsayılarına bağlı ses kaynağından çıkan sesin şiddetinde 60 dB'lik düşme için geçen (s cinsinden) zaman olarak tanımlanır.
- Bir malzemenin ses yansımamı kapalı bir ortam da ekoyu/yankı süresini azaltma kabiliyeti ses soğurma olayı olarak tanımlanabilir.
- Ses yalıtımı (soundproofing), bir kaynaktan gelen sesin izolasyon malzemeleri tarafından soğrulması, dışarı çıkmaması veya içeri girmemesidir. Genellikle ağır-yoğun ve katı malzemeler kullanılır.

Akustik mühendislikteki mimari paneller ve ses yalıtım panelleri arasındaki önemli fark akustik paneller gözenekli veya fiber yapısı ile ses soğurmayı hedeflerken, ses yalıtımda yüksek yoğunluklu malzemeler ses dalgalarını yansıtmak için tercih edilir.

Ses şiddeti, ses kaynak gücü ve basınç ölçümlerinin kendilerini doğrudan ölçebilmek çok daha zor olduğundan referans bir değere göre sesle ilgili önemli nicelikleri ölçmek için logaritmik skala daha etkin bir yoldur. Bulunan konumdaki sesi, referans bir sese kıyasla ölçebilmek amacıyla ölçüm cihazları geliştirilmiştir.

Desibel (dB), ses seviyelerini ölçmek için Watt, Watt/m² gibi birimler yerine kullanılan logaritmik birimdir. Örneğin insan kulağının duyabileceği en düşük ses şiddeti 10⁻¹² W/m²'dir ve dB skalasında bu 0 dB olarak alınır.

Ses basınç seviyesi (SPL), kaynağın konumuna, kaynaktan uzaklığa ve çevresel etkilere bağlıdır.

$$SPL (dB) = 10 \log_{10} \left(\frac{p_{rms}}{p_{ref}} \right)^2 \quad 2.20$$

Basınç referans değeri $p_{ref} = 20 \mu\text{Pa}$ (0 dB) ve $p_{rms} = p_{max}/\sqrt{2}$ 'dir.

Ses güç seviyesi (SWL), kaynak tarafından oluşturulan toplam akustik enerjidir. Kaynağın konumuna, kaynaktan uzaklığa ve çevresel etkilere bağlı değildir. Doğrudan ölçülemez.

$$SWL (dB) = 10 \log_{10} \left(\frac{W}{W_{ref}} \right) \quad 2.21$$

Güç referans değeri $W_{ref} = 1 \times 10^{-12} \text{ W} = 1 \text{ pW}$

Ses şiddet seviyesi (SIL), uzayda bir alandan geçen akustik enerjinin miktarıdır.

$$SIL (dB) = 10 \log_{10} \left(\frac{I}{I_{ref}} \right) \quad 2.22$$

Ses şiddet referans değeri (İşitme eşik değeri), $I_{ref} = 1 \times 10^{-12} \text{ (W/m}^2\text{)}$

Herhangi bir konumdaki gürültü seviyesi için ses kaynaklarının tüm verileri logaritmik skalada çok daha kolay toplanabilir (veya çıkarılabilir).

Akustik parametrelerden en önemlileri **ses soğurma katsayısı** ve **ses iletim kaybı**dır.

- Ses soğurma katsayısı (α , sound absorption coefficient), ses frekansına ve sesin geliş doğrultusuna bağlı olan gelen ses enerjisinin ne kadarının bir yüzey/malzeme tarafından soğrulduğunu belirleyen yani malzemenin soğurma kapasitesi ile ilgili niceliktir.
- Ses iletim kaybı (TL veya STL; Sound Transmission Loss), verilen bir frekansta malzemenin, panelin veya duvarın bir ortamdan diğer ortama ses geçişini engelleme yeteneğidir.

Bu nedenle ses soğurma katsayısı ve ses iletim kaybı ölçümlerinin yapılması önemlidir. Aşağıda bu parametreler hakkında daha ayrıntılı bilgi verilmiştir.

2.11.1.1. Soğurma Katsayısı

Bir odadaki yerleşik bir dağınık ses alanında, ses akla gelebilecek her yönde hareket eder. Birçok hesaplamada, olası tüm geliş açılarının ortalaması alınan ses soğurma katsayılarına ihtiyacımız vardır. Soğurma katsayısı, α tüm geliş açıları üzerinden ortalaması alınan bir katsayıdır. Örneğin, gelen ses enerjisinin %55'i bir frekansta emilirse, o frekansta soğurma katsayısı α 'nın 0,55 olduğu söylenir. Mükemmel bir ses emici, gelen sesin %100'ünü emer; dolayısıyla $\alpha = 1,0$ 'dir. Mükemmel şekilde yansıtan bir yüzeyin α değeri sıfır olacaktır.

Belirli bir malzeme alanı tarafından sağlanan sesin soğurulması (A), ses soğurulma katsayısının (α) sese maruz kalan malzemenin yüzey alanı (S) ile çarpılmasıyla elde edilir.

$$A = S\alpha \quad 2.23$$

S = yüzey alanı

α = soğurma katsayısı

Ses soğurma katsayısı 1 değeri malzemenin tüm gelen ses enerjisini %100 soğurduğunu, 0 değeri ise tüm sesin yansıdığını göstermektedir. Ses soğurulması, Amerikan fizikçisi Wallace Clement Sabine onuruna sabine cinsinden ölçülür.

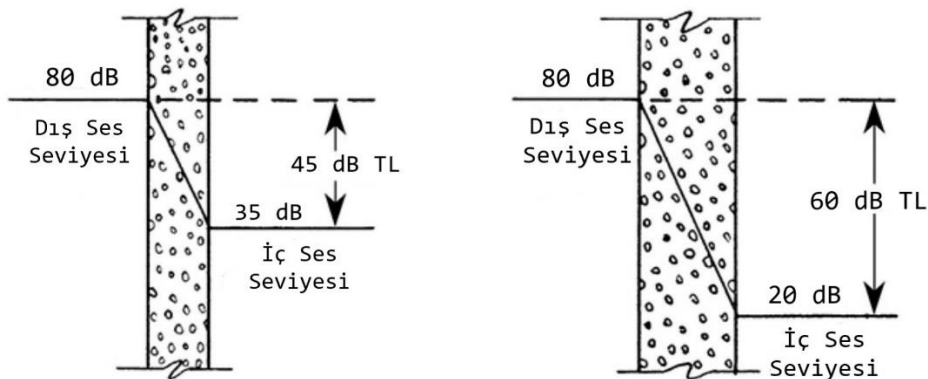
2.11.1.2. Ses İletim Kaybı

Bir bariyerin içinden geçen gürültüyü azaltma yeteneği, ses iletim kaybı (TL), W_0 başlangıç ses gücü ve W_t iletilen ses gücü olmak üzere aşağıdaki eşitlikle belirlenebilir.

$$TL (dB) = 10 \log_{10} \left(\frac{W_0}{W_t} \right) = 10 \log_{10} \left(\frac{P_0}{P_t} \right) \quad 2.24$$

TL , bir başka ifadeyle bariyerin kaynak tarafındaki ses basıncı seviyesi (SPL) ile alıcı tarafındaki SPL arasındaki fark olarak tanımlanabilir (dB cinsinden):

$$TL = SPL_{kaynak} - SPL_{alıcı} \quad 2.25$$



Şekil 2.22. Ses iletim kaybı

Örneğin, Şekil 2.22’de gösterildiği gibi, bir duvarın iletim kaybı 45 dB ise, 80 dB’lik bir dış gürültü seviyesi içeride 35 dB’ye düşürülür, yani $(80 \text{ dB} - 45 \text{ dB} = 35 \text{ dB})$. 60 dB TL’lik bir duvar, aynı 80 dB’lik gürültü seviyesini 20 dB’ye düşürür. TL değeri ne kadar yüksek olursa, bariyer tarafından sağlanan zayıflama da o kadar büyük olur. Bu değerlendirmeler duvarda sesin geçebileceği başka herhangi akustik bir yolun olmadığı durumda geçerlidir. Sağlam bir duvardaki küçük bir çatlaktan veya açıklıktan bile büyük miktarda ses geçebilir çünkü hava sızıntısının iletim kaybı sıfırdır. Soğurma katsayısının (α) lineer bir ölçüğe ve TL değerlerinin logaritmik bir ölçüğe dayalı olduğuna dikkat edilmelidir. Bu nedenle, onları karşılaştırmak yanıltıcı olabilir.

TL’yi ölçmek için iki deneysel sistem kullanılabilir.

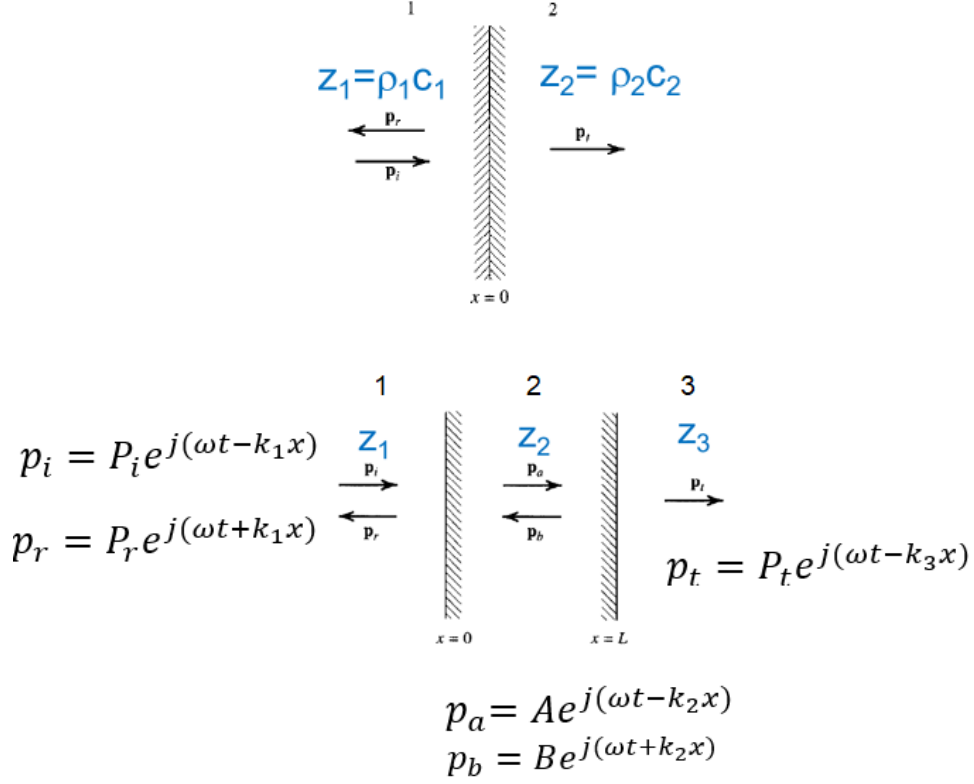
-Empedans tüpü

-Çınlama Kabini (Reverberation room)

Çınlama kabini frekans aralığı daha geniş ancak daha büyük boyutlu örneklerde ölçüm yaptığından tez kapsamında örneklerimizin TL değerleri empedans tüpü (SCS 9020B-Kundt tube impedance) ile ölçülmüştür. İlgili teorik bilgiler sonraki kısımlarda verilmiştir.

2.12. Sesin Bir Arayüzeyden Yansıması ve Geçmesi

Yansıtılan ve iletilen dalgaların basınç genliklerinin ve yoğunluklarının (ρ) gelen dalganinkine oranları, iki ortamdaki seslerin karakteristik akustik empedanslarına (z), hızlarına (c) ve gelen dalganın arayüzle yaptığı açığa bağlıdır.



Şekil 2.23. Normal doğrultuda gelen ve geçen dalgalar bir arakesit (üst) L kalınlıklı bir bariyer (alt)

Şekil 2.23'te L kalınlığında bariyere gelen, geçen ve yansıyan dalgaların sürekliliği için sınır koşulları ($x=0$ ve $x=L$) uygulanıp yansıma ve geçiş katsayıları bulunabilir (Çizelge 2.7) (Lawrence E. Kinsler, 2000).

Empedans tüpünde sesin düzlemsel yayıldığı, normal doğrultuda örneğe geldiği kabul edilerek, basınç genlikleri ve geçiş katsayılarını bulabilmek için matematiksel **transfer matris yöntemi** uygulanır (Song and Bolton, 2000).

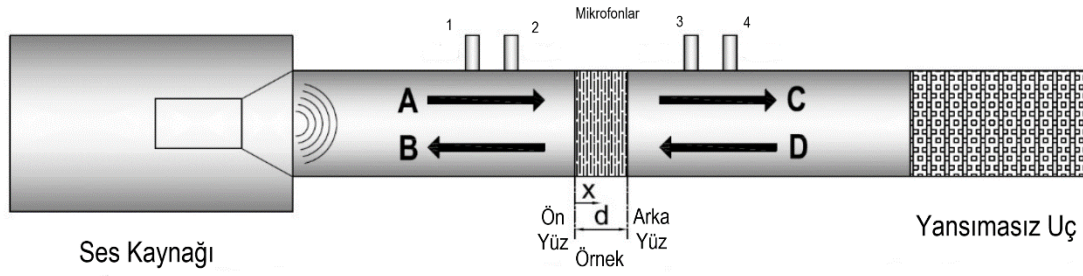
Çizelge 2.7. Ses dalgası empedans, yansıma ve geçiş katsayıları

Karakteristik empedanslar	Kompleks basınç genliği	Geçme (T) ve yansıma (R) katsayıları		
Gelen dalg $z_1 = \rho_1 c_1$	P_i			Empedansa bağlılık
Yansıyan dalg $z_1 = \rho_1 c_1$	P_r	Basınç $R = P_r/P_i$	Şiddet $R_I = \frac{I_r}{I_i}$ $= R ^2$	$R_I = \left(\frac{z_2 - z_1}{z_2 + z_1}\right)^2$ $= \left(\frac{z_2/z_1 - 1}{z_2/z_1 + 1}\right)^2$
Geçen dalg $z_2 = \rho_2 c_2$	P_t	Basınç $T = P_t/P_i$		$T_I = \frac{I_t}{I_i} = \left(\frac{z_1}{z_2}\right) R ^2$
				$T_I = \frac{4z_1 z_2}{(z_2 + z_1)^2}$ $= \frac{4z_2/z_1}{(z_2/z_1 + 1)^2}$

2.13. Empedans Tüpü

Empedans tüpü (duran dalg tüpü veya Kundt tüpü olarak da adlandırılır), malzemelerin soğurma katsayısı ve TL ölçümünde kullanılır (Şekil 2.24). Bu yöntemle ses soğurma katsayısı ve iletim kaybı değerleri hızlı ve doğru bir şekilde belirlenebilir. Ayrıca örnekler için küçük boyut avantajına sahiptir, destekleyici ekipman açısından uygun maliyetler vardır.

Sistemde düşük frekans alt limitini mikrofonlar arasındaki mesafe belirlerken, yüksek frekans üst limitini tüp çapı belirlemektedir. Ölçümler için 2 farklı çapta tüp (100 mm, 29 mm çaplı) bulunmaktadır. 100 mm'lik tüp 50-1200 Hz arasında 29 mm çaplı tüp 800-6300 Hz aralığında çalışır. Düzlem dalg formunda ilerlemesi istenen ses dalgalarının dalg boyu yüksek frekanslarda küçülür, tüpün çapına oranla dalgaboyunda küçülme fazla olursa bu durum düzlem dalg formunda bozulmalar yaratabilir. Bu sebeple yüksek frekanslarda küçük çapta tüp kullanılır. Mikrofonlar arası mesafenin alt frekansa karşı gelen dalgaboyunun ise (en az bir tam dalg oluşması istenir) %5'ini aşması istenmektedir. Empedans tüpünün düz ve iç duvarlarının düzgün ve gözeneksiz olması gerekmektedir.



Şekil 2.24. Dört mikrofonlu empedans tüpü şematik gösterim (Levi ve ark., 2021)

Ses kaynağı ile gönderilen ses birinci tüp içinde düzlem dalga formunda örneğe dik olarak ilerlerken, örneğe gelen ses dalgaları geçebilir ve yansiyabilir. Mikrofonların görevi buldukları konumda ses basınç değişimi ölçümlemlerini (algılayarak elektrik sinyale çevirir) yapmaktır. İkinci tüpte örnekten geçen ve ayrıca yansıtıcı yüzeyden yansıyan ses dalgalarının davranışı incelenmektedir (Labašová and Ďuriš, 2019).

Şekil 2.24'te A-B örneğe ses kaynağından gelen ve geçen, C-D ise örnekten geçen ve tüp ucundan yansıyan dalgaların basınç kompleks genliklerini vermektedir. Öncelikle gelen, geçen yansıyan dalgalar için basınç dalgalarının kompleks matematiksel ifadeleri yazılır. Daha sonra mikrofonların biri referans olmak üzere (genelde ilk mikrofon seçilir) referansla diğer mikrofonlar arasında akustik basınç alanı kompleks transfer fonksiyonlarından (H) genliklere bağlı yansıma ve geçme katsayıları bulunmaktadır (Song and Bolton, 2000).

Ses soğurma katsayısı ve ses iletim kaybı ölçümleri frekans ayarlaması, mikrofonların yerleşim düzeni ve hesaplamaların anlatıldığı uluslararası standartlarla yapılmaktadır. Ölçümler oda sıcaklığı ve nem faktörleri kontrol edildikten ve mikrofonların kalibrasyonları yapıldıktan sonra yapılmalıdır. Özellikle ses iletim kaybı ölçümleri yapılırken transfer fonksiyonlarının doğru çözümlenmesi için örnek kalınlığının veri olarak programda girilmesi gerekir.

2.14. Akustik Parametreler ile İlgili Çalışmalar

Ses yalıtımı, duvarları ağır ve yoğun malzeme ile kaplayarak her iki taraftan geçen ses seviyesini en aza indirmeyi amaçlar. Akustik yalıtım ise genellikle daha iyi sesli kayıtlar yapmak için odanın içindeki ses yansımalarını kontrol etmeye yöneliktir.

Bina / mimari akustik için ses yalıtım malzemesi seçerken en iyi yalıtım malzemeleri, fiberler, mineral yünler, piramit sünger, bariyerli sünger, yumurta sünger, labirent sünger, ahşap akustik paneller, kauçuk grubu ürünler, poliüretan köpükler ve akustik kumaşlar olarak sayılabilir. Bina ve mimari akustik çalışmalarının dışında özellikle otomobil ve havacılık sektöründe dışardan, motordan gelen gürültüyü azaltmak amacıyla yalıtım malzemeleri çalışmaları yapılmaktadır (Shaid Sujon ve ark., 2021).

Ses soğurucu malzemelerin geniş frekans aralığında iş görmesi, yanıcı ve toksik olmaması, kalınlığı az ve kütlece düşük olması, estetiklik, dayanıklılık, bakım şartları ve uygun maliyet gibi özelliklere sahip olması istendiğinde yeni malzemelerin geliştirilmesine ihtiyaç duyulmaktadır. Kompozitler / nanokompozitlerin diğer özelliklerinin yanı sıra ses yalıtım özellikleri daha çok son yıllarda dikkat çekici oranda çalışılmaya başlanmıştır (Shaid Sujon ve ark., 2021). Dolgu materyalleri olarak doğal odun fiberler, mantar, at kılı, ısırgan otu, yaprak, öğütücüde kesilmiş kâğıt, ince talaş ve samanın doğal lifleri kullanılmaktadır. Yeşil kompozitlerde matris materyali olarak da polilaktid, poli-hidroksibutirat, nişasta, kitosan, arap zamkı ve epoksi reçinesi kullanılmaktadır (Gliścińska ve ark., 2019; Tiuc ve ark., 2018). Bir çalışmada ise sentetik liflerin daha ince çapları ve antifungal kaliteleri nedeniyle doğal liflere göre daha iyi ses soğurucu bir malzeme olduğunu belirtilmiştir (Mamtaz ve ark., 2016). Keten ve cam yünü /epoksi kompozitlerde keten/epoksi kompozitin ses soğurmasının daha yüksek olduğu bulunmuştur (Lee ve ark., 2016). Otomotiv sektöründe kullanılan lifli yapıdaki gözenekli malzemelerin (dokusuz kumaş ürünler ve mineral katkılı malzemeler), ağırlık ve kalınlık değişiminin, ses soğurma katsayısı ve ses iletim kaybı üzerindeki etkisi incelenmiş, gözenekli ve lifli yünlerin, düşük maliyet ve hafiflikleri ile ses emici yapılar için uygun malzemeler olduğu rapor edilmiştir (Doğru, 2020).

İçi boş silika nanoküreler, katı silika nanoküreler ve epoksi kompozitlerinin (kalınlık 3 mm) empedans tüpü ile ses iletim kaybı (TL) ölçülmüştür. Saf epoksi için TL değeri 17,2 dB iken ve hacimce %2 katı silika nanoküre/epoksi için TL değeri 33,9 dB olarak ölçülmüştür. Aynı içerikle içi boş silika nanoküre/epoksi için TL değeri 44,3 dB ölçülmüştür (Shi ve ark., 2017).

Makro gözenekli seramik GO ve SBR ile kaplanarak elde edilen kompozit filmde, kaplamadan sonra gözenekli kompozit malzemenin ses soğurma katsayısının 200–800 Hz frekans aralığında %30,4 arttığı bulunmuştur (He ve ark., 2021).

Sonuç olarak sesin bir malzeme tarafından soğurulma özellikleri frekansa bağlı olarak malzemenin yapısına, yoğunluğa ve kalınlığına göre değişmektedir.

2.15. X-Işını Kırınım Yöntemi

X-ışını toz kırınımı (XRD), yaygın bir karakterizasyon tekniğidir. Bir örneğin XRD analizi, örnek saflığı, faz tanımlaması, birim hücre boyutları hakkında önemli bilgiler sağlar.

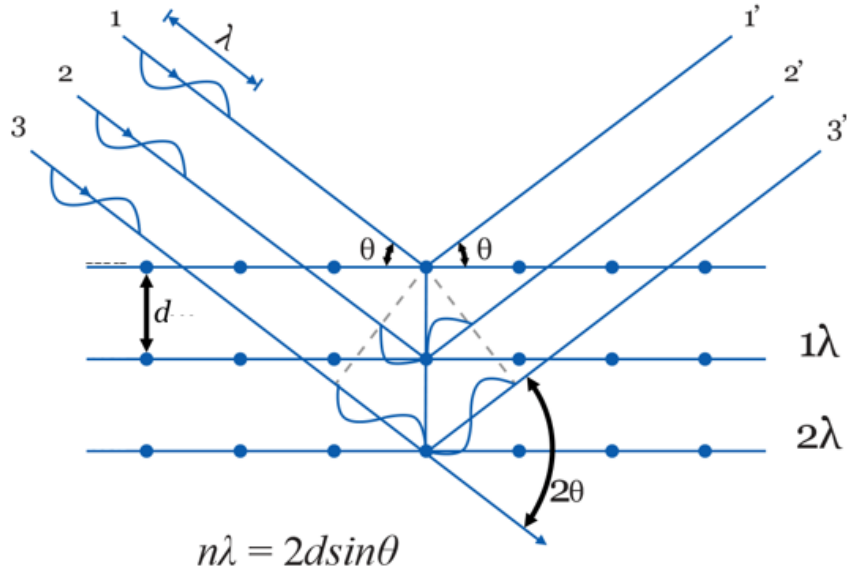
X-ışınları, elektromanyetik spektrumun kısa dalgaboylu (0,01-10 nm) ve yüksek frekans bölgesinde ($3 \times 10^{16} - 3 \times 10^{19}$ Hz) olan iyonize ışınlardır. X-ışınları ışın enerjisine bağlı olarak maddeyle dört yolla etkileşir: Fotosoğurma, Compton saçılması, Rayleigh saçılması ve çift oluşumu.

Etkileşimler soğurma (X-ışınlardan maddeye enerji transferi) veya X-ışın fotonlarının geliş doğrultularına göre farklı açılarda ve şiddetlerde yönlendirilmesi olan saçılma olayları ile açıklanabilir.

Monokromatik X-ışını demeti düzenli bir kristal yapıya gönderildiğinde saçılan ışın dalgalarının yapıcı girişimi için ardışık düzlemlerden yansıyan demetlerin kristal yüzeyinden ayrıldıktan sonra aynı fazda olmaları gerekmektedir. X-ışınımı kırınımı olarak bilinen bu olayda parametreler, kristal birim hücre boyutlarına bağlıdır.

Bragg yasası, X-ışınları kırınımı basitçe anlatan ve yaygın kullanılan teorilerden biri olup ilk olarak L. Bragg ve W.H. Bragg tarafından 1913'te önerilmiştir.

Laue kırınımın özel bir yorumu olan Bragg Yasası'nda, d mesafeli kristal düzlemlerinde kırınımına uğrayan X-ışınlarının yapıcı girişimi geometrik yolla yorumlanmıştır (Şekil 2.25).



Şekil 2.25. Bragg yasası (Veqter, 2023)

Kırınım piklerinin konumu atomların bulunduğu paralel düzlemler arasındaki mesafeye bağlıdır. Gelen X-ışınları dalgaboyu (λ) sabittir ve Bragg kırınımının olabilmesi için dalgaboyunun büyüklüğü atomlar arasındaki aralıkla kıyaslanabilir ($\lambda < 2d$) olmalıdır

$$n\lambda = 2d\sin\theta$$

2.26

Burada n kırınım mertebesidir. İncelenecek malzeme kristal yapılı ise Bragg yasasına göre X-ışını kırınım deseninde farklı 2θ değerlerinde belirgin Bragg pikleri gözlenirken amorf yapılarda daha küçük açılarda keskin olmayan geniş pik gözlenmektedir. Malzemelerin çoğunluğu benzersiz kırınım desenlerine sahiptir. Birçok bilinen malzemeye ait kırınım desenleri bir veri tabanında toplanarak incelenecek malzemeler tanımlanabilir (C. Suryanarayana 1998).

2.16. İnfrared Spektroskopisi

Elektromanyetik dalgaların maddeyle etkileşmeleri, etkileştikleri madde ile ilgili farklı bilgilerin elde edilmesini sağlar. Moleküler Spektroskopi, madde ile elektromanyetik

ışınımın etkileşmesini (soğurulması, yayılması ve saçılması) inceler. Moleküler yapıyla ilgili (moleküler simetri, bağ uzunlukları, açıları, kuvvet alanı, dipol momentleri, molekül içi ve dışı etkileşmeler gibi) detaylı bir bilgi moleküler spektrumlarından elde edilebilir (Roeges, 1994; Stuart, 2004).

İnfrared (IR) spektroskopisi, moleküler titreşimleri analiz eden spektroskopik bir tekniktir. Bu spektroskopi dalında, örnek IR bölgesinde tüm frekansları içeren (spektroskopi sisteminin kaynağına bağlı olarak) elektromanyetik dalga ile ışınlanır, geçen, soğrulan veya yansıyan ışınım incelenir.

IR ışınım bölgesi $12800-10\text{ cm}^{-1}$ dalgasayısı aralığını kapsar ve bu bölge üçe ayrılmaktadır; yakın IR bölgesi ($12000-4000\text{ cm}^{-1}$), orta IR bölgesi ($4000-400\text{ cm}^{-1}$) ve uzak IR bölgesi ($400-10\text{ cm}^{-1}$). Burada dalgasayısı birimi cm^{-1} , doğrudan enerji ile orantılıdır.

Uygulamalarda en çok kullanılan infrared bölge $4000-450\text{ cm}^{-1}$ dalgasayısı aralığındaki orta IR bölgesidir.

İnfrared spektroskopi kullanılarak, moleküler yapı analizi, moleküller arası etkileşme, farklı fazlar ve formlarda molekül yapısı, molekülün içinde bulunduğu ortam ve bunun moleküle etkisi gibi moleküller hakkında bilmek istenilen birçok nicelik, kısa zaman ve diğer tekniklere göre daha ucuz bir şekilde belirlenebilir. Katı sıvı ve gaz formdaki örnekler analiz edilebilir. En büyük dezavantajı, su molekülü içeren örneklerde su molekülünün bandlarının çok geniş ve şiddetli olmasının diğer moleküler gruplara ait bilgileri gizlemesidir.

Bir molekül IR ışınımına maruz kaldığında molekül eğer dipol momentini değiştirecek bir belirli frekanstaki ışınımı soğurursa, yani IR aktif ise, molekül temel titreşim enerji düzeyinden uyarılmış enerji düzeyine geçer bu durum titreşim esnasında molekülün atom grupları arasındaki bağların veya açıların denge konumuna göre olan değişimdir. Homonükleer iki atomlu moleküller örneğin O_2 , N_2 IR aktif moleküller değildir. Bunlar dışında birçok molekülün IR spektrumu değerlendirilebilir.

Spektrumda oluşan bir titreşim bandının şiddeti, dipol momentinin değişiminin büyüklüğü ile orantılıyken (spektrumda y-ekseni), x- eksteni ise moleküldeki fonksiyonel grupların titreşim frekansı (dalga sayısı ile aynı olmamakla beraber yaygın olarak kullanılmaktadır) ile ilgilidir. Titreşim frekansı bağ kuvvetine ve indirgenmiş kütleyle bağlı olduğundan titreşim bandlarının x- eksenindeki yeri moleküldeki fonksiyonel gruplara ait özel bilgiler verir.

Bir moleküldeki her fonksiyonel grup (örneğin O-H, C-H, N-H, Metal-O) farklı atomlarla ve farklı bağ kuvvetleri /dipol momentleri ile farklı frekanslarda/şiddetlerde titreşim bandı vereceğinden grup frekans çizelgeleri ve bilinen molekül spektrumlarından IR kütüphaneleri oluşturulmuştur (NIST, 2023; Roeges, 1994; Stuart, 2004). Bunlardan yararlanarak spektrumların analizleri kolaylaşmaktadır.

Molekülün kütle merkezi değişmeden atomların birbirine göre periyodik hareketi moleküler titreşim olarak tanımlanır. N atomlu bir molekülde tüm N atom çekirdeklerinin konumu 3N koordinatla verilir ve molekül ötelenme, dönme ve titreşim hareketleri dahil olmak üzere 3N serbestlik derecesine sahiptir. N atomlu lineer moleküllerde 3N-5 diğerlerinde, 3N-6 normal titreşim modu vardır (dönü ve ötelenme hareketine ait modlar çıkarıldığında).

Gaz fazında, lineer olmayan izole bir molekülün 3N-6 titreşim mod sayısı ile aynı sayıda IR spektrumunda titreşim bandı beklenir. Ancak bu bir ideal durumdur. Katı ve sıvıda moleküler etkileşimler ve anharmoniklik etkisi ile farklı sayıda band gözlenmektedir.

Moleküler titreşimler iki temel sınıfta toplanır:

1. Asimetrik ve Simetrik gerilme (stretching) titreşimleri: Bir gerilme titreşimi iki atom arasındaki uzaklığın, atomların bağ eksenini boyunca sürekli olarak değişmesiyle ilişkilidir.
2. Açık bükülme (bending) titreşimleri: iki bağ arasındaki açının değişmesi ile tanımlanır ve dört tiptir: Makaslama (scissoring), Bükülme (rocking), Sallanma (wagging) ve Burulma (twisting).

Basit bir iki atomlu veya üç-atomlu moleküldeki titreşimlerin türü ve sayısını hesaplamak ve bunların soğrulan enerjiyle ilişkilerini çıkarmak oldukça kolaydır. Çok atomlu moleküller için ise bu hesaplamalar zordur. Bunun için Gaussian, Hyperchem gibi programlar geliştirilmiştir.

Fourier Dönüşümü Infrared Spektroskopisi, moleküler titreşimlerden yararlanır. Örnek üzerine IR ışınım uygulayarak, örneğin moleküler yapısını ve bileşenlerin miktarının belirlenmesi için hızlı, kolay ve güvenilir bir tekniktir

3.DENEYSEL ÇALIŞMALAR

3.1. Kullanılan Malzemeler

Bu çalışmada nanokompozitlerin üretilmesi amacıyla matris malzemesi olarak solventsiz, şeffaf epoksi ve sertleştirici seti Ekopoks Kimya'dan satın alınmıştır. Katkı malzemesi olarak kullanılan grafen nanoplatelet ve gadolinyum oksit nano tozu, Nanografi firmasından alınmıştır. Silika jel (Boyut 10-40 µm / bağlayıcı CaSO₄) Sigma-Aldrich Chemie GmbH firmasından temin edilmiştir.

Ultrasonik karıştırıcı için damıtık su kullanılmıştır. Ayrıca, kalıp ayırıcı spreylere ve kalıp temizleme işlemleri için etanol kullanılmıştır.

3.1.1. Epoksi Reçine

A bileşeni olarak (BR-14) düşük viskoziteli C12-C14 alifatik gilisidil eterle seyreltilmiş sıvı bisfenol A bazlı epoksi kullanılmıştır. C12-C14 alifatik gilisidil eterle seyreltilme sebebi yüzey geriliminin (surface tension) azaltılması, daha fazla dolgu kapasitesinin sağlanması ve epoksi reçinenin uygulanabilirliğinin kolaylaştırılması olarak belirtilmiştir. B Bileşeni (TN-60) sikloalifatik amin esaslı, solventsiz epoksi sertleştiricidir. Epoksi reçinenin özellikleri Çizelge 3.1'de kısaca bilgi verilmiştir.

Çizelge 3.1. Tezde kullanılan epoksi reçinenin özellikleri

Sertleşme:	Oda sıcaklığında
A ve B bileşenlerinin ağırlıkça karışım oranı:	%60 (5:3)
Karışım süresi:	4-5 dakika / 25°C
Karışım ömrü:	40 dak. /25°C
Kalıptan çıkarma süresi:	8-10 saat /30°C
Kuruma Süresi:	24 saat / 25°C

3.1.2. Grafen Nanoplatelet ve Gadolinyum Oksit

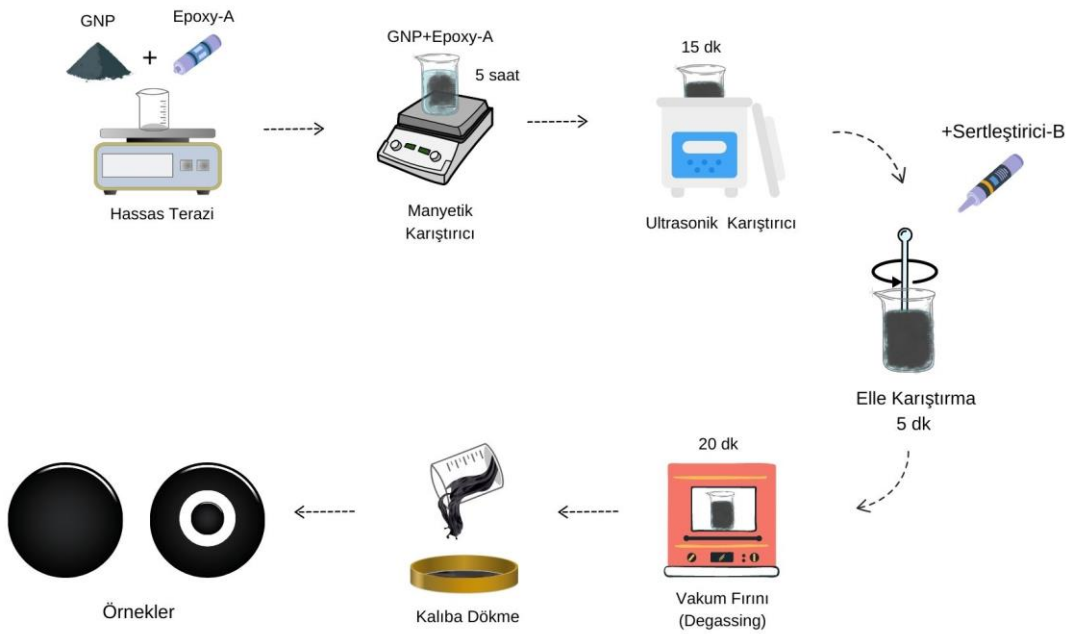
Dolgu olarak kullanılan GNP ve Gd₂O₃'in özellikleri hakkında firmanın internet (Nanografi, 2023a, b) sayfasındaki bilgiler Çizelge 3.2'de verilmiştir.

Çizelge 3.2. Grafen nanoplatelet ve nano gadolinyum oksit'in özellikleri (Nanografi, 2023a, b)

Teknik özellikler	GNP	Nano Gd ₂ O ₃
Safılık	99,9+%	99.99%
Ortalama Boyut/Kalınlık (nm)	5	13-95
Belirli Yüzey Alanı (m ² /g)	135	>50
Çap (µm)	18	-
İletkenlik (s/m)	1100-1600	-
Gerçek Yoğunluk (g/cm ³)	-	7,5
Renk	Gri	Beyaz

3.2. Örnek Kalıpları ve Örneklerin Hazırlanması

Örneklerin hazırlanması ile ilgili izlenen yol şematik olarak Şekil 3.1'de verilmiştir.



Şekil 3.1. Kompozit örneklerin hazırlanma aşamalarının şeması

Detaylı olarak örneklerin hazırlanışı aşağıdaki kısımlarda verilmiştir.

3.2.1. Akustik Ölçümleri İçin Kalıpların Hazırlanması

Empedans tüpü ile ses iletim kaybı 800-6300 Hz arası ölçümleri için 10 cm çapında ve 50-1200 Hz, arasındaki ölçümler için ise 3 cm çapında örneklerin hazırlanması gerekmektedir. Bu nedenle derinliği 5 mm olmak üzere çapı 10 ve 3 cm olan silikon kalıplar yaptırılmıştır (Şekil 3.2). Kalıplar kullanılmadan önce etanol ile yıkanmış, kurduktan sonra kalıp ayırıcı sprey sıkılarak 1 gün bekletilmiştir.



Çap: 10 cm Kalınlık: 5 mm



Çap: 3 cm Kalınlık: 5 mm

Şekil 3.2. Akustik örnekler için kullanılan silikon kalıplar

3.2.2. Akustik Ölçümler İçin Örnek Hazırlanması

Empedans tüpü ile ses iletim kaybı ölçümleri için hazırlanan 12 örnek (GNP, Silika jel ve nano Gd_2O_3 katkılı epoksi kompozitler) için ağırlıkça oranlar (%) Çizelge 3.3'te verilmiştir.

Çizelge 3.3. Empedans tüpü ile ses iletim kaybı ölçümleri için hazırlanan 12 örnek

(Toplam örnek miktarı: 70 g, Epoksi A/B oranı= 5:3)

No	Örnek	GNP (%)	GNP (g)	Si (%)	Si (g)	Gd ₂ O ₃ (%)	Gd ₂ O ₃ (g)	A+B (g)	A (g)	B (g)
1	Epoksi	0	0	0	0	0	0	70.00	43.75	26.25
2	%5 Si + Epoksi	0	0	5	3.5	0	0	66.50	41.56	24.94
3	%10 Si + Epoksi	0	0	10	7	0	0	63.00	39.38	23.63
4	%15 Si + Epoksi	0	0	15	10.5	0	0	59.50	37.19	22.31
5	%20 Si + Epoksi	0	0	20	14	0	0	56.00	35.00	21.00
6	%0,5 GNP + Epoksi	0.5	0.35	0	0	1	0	69.65	43.53	26.12
7	%0,5 GNP + %5 Si + %1 Gd ₂ O ₃ + Epoksi	0.5	0.35	5	3.5	1	0.7	65.45	40.91	24.54
8	%0,5 GNP + %10 Si + %1 Gd ₂ O ₃ + Epoksi	0.5	0.35	10	7	1	0.7	61.95	38.72	23.23
9	%0,5 GNP + %15 Si + %1 Gd ₂ O ₃ + Epoksi	0.5	0.35	15	10.5	1	0.7	58.45	36.53	21.92
10	%0,5 GNP + %20 Si + %1 Gd ₂ O ₃ + Epoksi	0.5	0.35	20	14	1	0.7	54.95	34.34	20.61
11	% 5 GNP + Epoksi	5	3.5	0	0	0	0	66.50	41.56	24.94
12	% 10 GNP + Epoksi	10	7	0	0	0	0	63.00	39.38	23.63

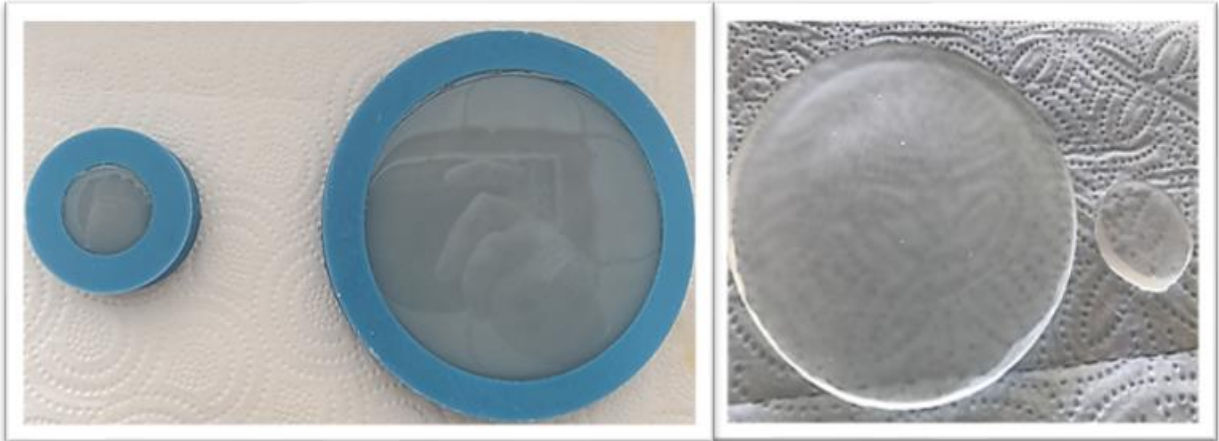
İlk olarak katkısız epoksi referans örnek (1 nolu örnek) olarak hazırlandı. A ve B bileşenleri uygun oranlarda tartıldıktan sonra gaz çıkartma butonu (degassing) kullanılarak 5 dakika Branson marka ultrasonik banyoya (Şekil 3.3) ve daha sonra Nüve marka vakum fırınında (Şekil 3.4) 20 dakika bekletilerek hava kabarcıkları ve baloncuklarının yok olması sağlanmıştır. Daha sonra 10 cm ve 3 cm çaplı kalıplara dökülerek oda sıcaklığında bir gün kürlenme için bekletilmiştir (Şekil 3.5)



Şekil 3.3. Bronson ultrasonik banyo



Şekil 3.4. Nüve-EV 018 vakumlu fırın



Şekil 3.5. Silikon kalıp içinde epoksi reçine (sol) ve kalıptan çıkarıldıktan sonra (sağ)

GNP katkılı epoksi hazırlanması iki farklı süreçte gerçekleşmiştir. GNP'nin matris içinde homojen karışımın sağlanabilmesi için ilk olarak ağırlıkça 0,5 GNP tozu 10 ml saf etanol içinde çözülmüştür. 1 gün boyunca manyetik karıştırıcıda karıştırılan GNP+etonol karışımına uygun oranda Epoksi A bileşeni katılmış daha sonra yine 1 gün karıştırılmaya devam edilmiştir. Elde edilen karışım bir hafta oda sıcaklığında bekletilmiş ve daha sonra tartarak etanolun uçtuğu anlaşılmıştır. Bu aşamadan sonra, önce ultasonik banyoda karıştırılmış daha sonra sertleştirici konularak vakum fırında 20 dakika işlem yapılmıştır.

İkinci yol olarak; GNP katkılı (ağırlıkça %0,5, %5 ve %10) epoksi nanokompozit hazırlanırken tartılan GNP tozu, tartılan uygun miktardaki Epoksi A bileşeni içine konulmuştur. Karışım içine teflon balık konularak 5 saat manyetik karıştırıcıda (Şekil 3.6) karıştırılmaya bırakılmıştır.



Şekil 3.6. GNP ve epoksinin manyetik karıştırıcıda karıştırılması

Bu işlemden sonra yarım saat ultrasonik banyoda homojen karışım olabilmesi için işlem yapılmıştır. Epoksi içinde GNP'nin dağılımı sağlandıktan sonra uygun miktarda sertleştirici (oran 5:3) ilave edilmiştir. Yaklaşık 3 dakika tahta spatülle karıştırılarak hava kabarcıkların giderilmesi için vakum fırınında oda sıcaklığında 20 dakika vakum yapılmıştır. Yüzeyde

kalan birkaç baloncuk uzun ocak çakmağıyla yok edilmiştir. Örnek daha sonra kalıplara homojen bir şekilde dökülmüş ve 1 gün kürlenmeye bırakılmıştır.

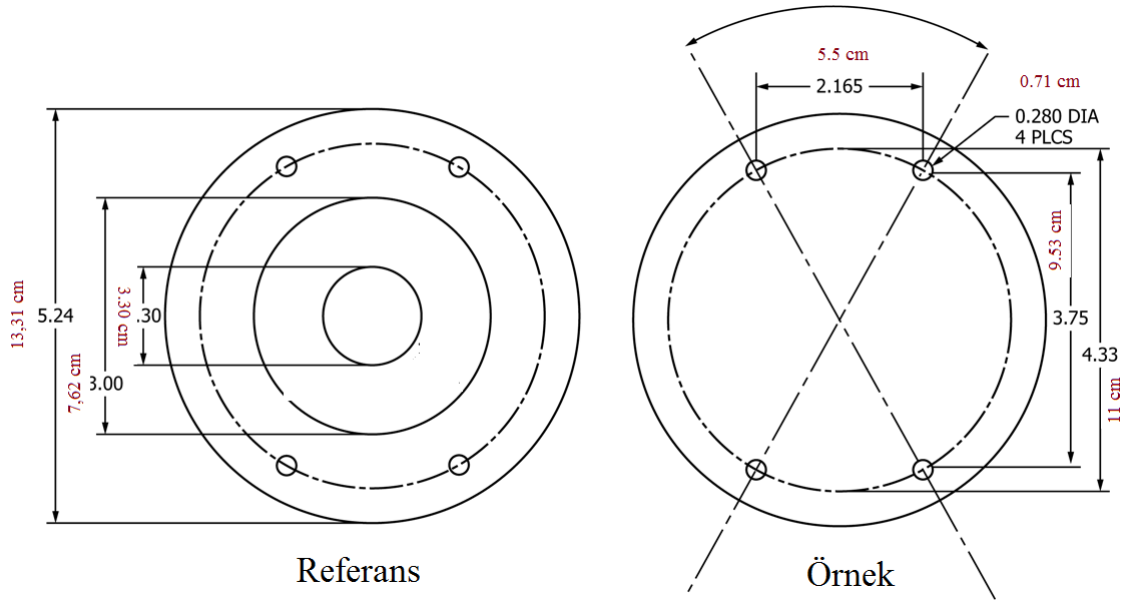
Alınan ilk EMI ölçümleri sonunda her iki farklı süreçte hazırlanan örneklerin farkı görünmediğinden daha pratik ve kısa süreli olan ikinci yol yani Epoksi A'ya direkt katkı malzemesinin eklenmesi, daha sonraki aşamalarda izlenen deneysel yol olmuştur.

Silika jel-epoksi örnekleri ve Gd_2O_3 -epoksi katkılı örnekler aynı süreç izlenerek hazırlanmıştır. Her katkı örneği ayrı ayrı tartılarak bir beherde önce spatülle iyice karıştırılmış daha sonra Epoksi A bileşeni eklenerek aynı süreçler uygulanmıştır.

3.2.3. Elektromanyetik Kalkanlama Testi İçin Kalıp Hazırlanması

ASTM D4935-10 standardında 30 MHz-1,5 GHz ve 1,5-10 GHz arası ölçümler için iki farklı kalıp seti Şekil 3.7, Şekil 3.9'da verilen teknik çizimlere uygun olarak hazırlanmıştır.

Her bir sette referans ve örnek kalıplar için ayrı çizimler yapılarak, silikon kalıp Şekil 3.8, Şekil 3.10 görüldüğü şekilde yaptırılmıştır. 30 MHz-1,5 GHz ölçümleri için gereken kalıplar bilgisayar destekli nümerik kontrol sistemi CNC (Computer Numeric Control) ile silikonun işlenmesi sonucu kalıp haline getirilmiştir. 1,5-10 GHz için gereken kalıp boyutlarının çok küçük olması nedeniyle CNC ile işlenememiş ve silikon üzerine lazer kesim ile işlenerek kalıp haline getirilmiştir.

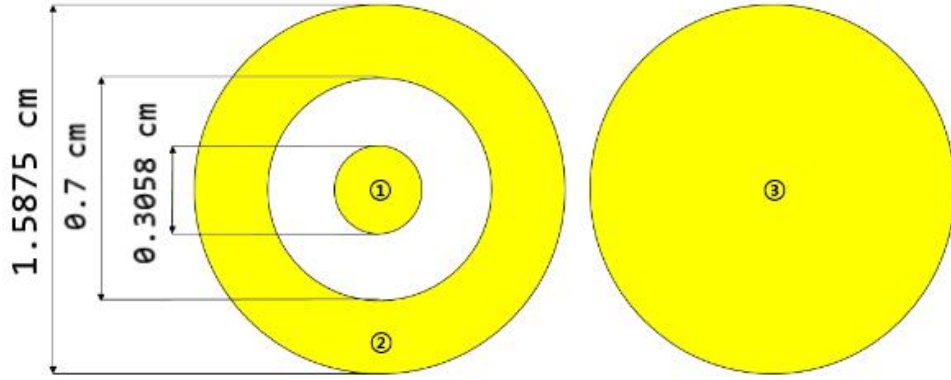


Şekil 3.7. EMI testi kalıbı teknik çizimi (30 MHz-1,5 GHz için, Kalınlık: 5 mm)

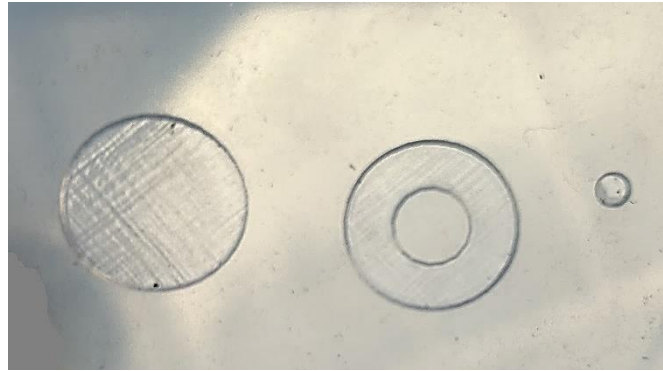


Şekil 3.8. EMI testi için üretilen silikon kalıplar (30 MHz-1,5 GHz)

Kalıplar kullanılmadan önce etanol ile yıkanmış, kuruduktan sonra ise kalıp ayırıcı sprey sıkılarak bir gün oda sıcaklığında bekletilmiştir.



Şekil 3.9. EMI testi kalıbı teknik çizimi (1,5-10 GHz için, Kalınlık: 1.5 mm)



Şekil 3.10. EMI testi için üretilen silikon kalıplar (1,5-10 GHz)

3.2.4. Elektromanyetik Kalkanlama Testi İçin Örnek Hazırlanması

EMI düşük frekans 30 MHz-1,5 GHz arası ölçümler için hazırlanan 10 örnek (GNP, Silika jel ve Gd_2O_3 katkılı epoksi kompozitler) için ağırlıkça oranlar (%) Çizelge 3.4'te verilmiştir. EMI düşük ve yüksek frekans için hazırlanan örnekler, akustik ölçüm için hazırlanan örnekler ile aynı yol izlenerek hazırlanmıştır (Şekil 3. 11).

Çizelge 3.4. Düşük frekans EMI (30 MHz-1.5 GHz arası) ölçümleri için hazırlanan 10 örnek (Toplam örnek miktarı: 110 g Epoksi A/B oranı= 5:3)

No	Örnek	GNP (%)	GNP (g)	Si (%)	Si (g)	Gd ₂ O ₃ (%)	Gd ₂ O ₃ (g)	A+B (g)	A (g)	B (g)
1	Epoksi	0	0	0	0,00	0	0,00	110,00	68,75	41,25
2	%5 Si + Epoksi	0	0	5	5,50	0	0,00	104,50	65,31	39,19
3	%10 Si + Epoksi	0	0	10	11,00	0	0,00	99,00	61,88	37,13
4	%15 Si + Epoksi	0	0	15	16,50	0	0,00	93,50	58,44	35,06
5	%0,5 GNP + Epoksi	0,5	0,55	0	0,00	0	0,00	109,45	68,41	41,04
6	%1 Gd ₂ O ₃ + Epoksi	0	0	0	0,00	1	1,10	108,90	68,06	40,84
7	%0,5 GNP+%1 Gd ₂ O ₃ + Epoksi	0,5	0,55	0	0,00	1	1,10	108,35	67,72	40,63
8	%0,5 GNP+ %5 Si +%1 Gd ₂ O ₃ + Epoksi	0,5	0,55	5	5,50	1	1,10	102,85	64,28	38,57
9	%0,5 GNP + %10 Si +%1 Gd ₂ O ₃ + Epoksi	0,5	0,55	10	11,00	1	1,10	97,35	60,84	36,51
10	%0,5 GNP + %15 Si +%1 Gd ₂ O ₃ + Epoksi	0,5	0,55	15	16,50	1	1,10	91,85	57,41	34,44

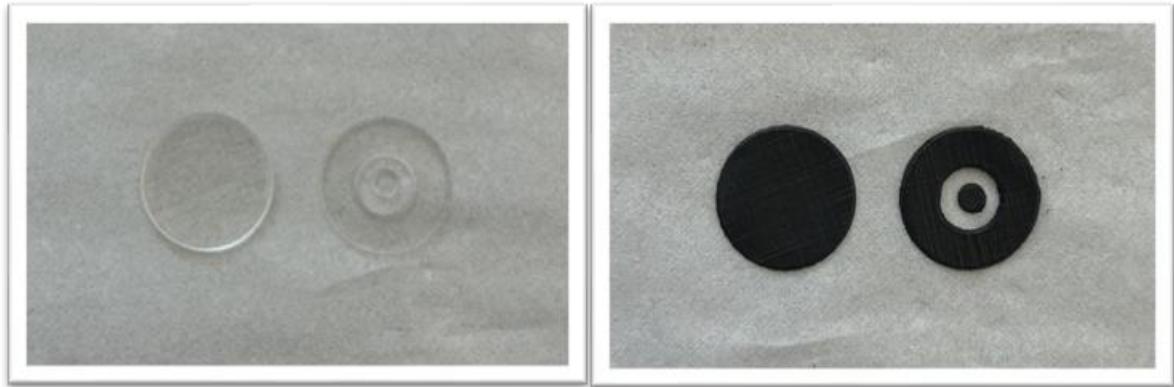


Şekil 3. 11. 30 MHz-1,5 GHz EMI testi için hazırlanan örnekler

Düşük frekanslarda alınan EMI ölçümlerde ağırlıkça % 0,5 GNP ve % 1 Gd₂O₃ katkısının kalkanlama özelliğinin ölçülememiş olması nedeniyle, yüksek frekanslar için ağırlıkça % katkı oranları artırılarak (%5 ,10) GNP ve Gd₂O₃ epoksi nanokompozitler hazırlanmıştır (Çizelge 3.5)

Çizelge 3.5. Yüksek frekans EMI (1,5-10 GHz arası) ölçümleri için hazırlanan 9 örnek (Toplam örnek miktarı: 5 g Epoksi A/B oranı= 5:3)

No	Örnek	GNP (%)	GNP (g)	Si (%)	Si (g)	Gd ₂ O ₃ (%)	Gd ₂ O ₃ (g)	A+B (g)	A (g)	B (g)
1	Epoksi	0	0,000	0	0,00	0,00	0	5,00	3,13	1,88
2	%0,5 GNP+Epoksi	0,5	0,025	0	0,00	0,00	0	4,98	3,11	1,87
3	%5 GNP+Epoksi	5	0,250	0	0,00	0,00	0	4,75	2,97	1,78
4	% 10 GNP+Epoksi	10	0,500	0	0,00	0,00	0	4,50	2,81	1,69
5	%10 GNP+%1 Gd ₂ O ₃ +Epoksi	10	0,500	0	0,00	1,00	0,05	4,45	2,78	1,67
6	%10 GNP+%5 Gd ₂ O ₃ +Epoksi	10	0,500	0	0,00	5,00	0,25	4,25	2,66	1,59
7	%10 GNP+%10 Gd ₂ O ₃ +Epoksi	10	0,500	0	0,00	10,00	0,5	4,00	2,50	1,50
8	%15 Si+Epoksi	0	0,000	15	0,75	0,00	0	4,25	2,66	1,59
9	% 10 GNP+%15 Si +Epoksi	10	0,500	15	0,75	5,00	0,25	3,50	2,19	1,31



Şekil 3.12. 1,5-10 GHz EMI ölçümleri için hazırlanan örnekler

3.3. Karakterizasyon

3.3.1. X-Işını Toz Kırınımı (XRD) Desenleri

Örneklerin XRD (toz kırınım) desenleri oda sıcaklığında, Hacettepe Fizik Mühendisliği X-Işını laboratuvarında RIGAKU marka DMAX2200 model toz difraktometre sisteminde ve $Cu - K_{\alpha}$ ışınımı [$\lambda_{Cu-K_{\alpha}} = 1,54056 \text{ \AA}$] kullanılarak, 40kV/30mA'de $2\theta=5-70,0^{\circ}$ tarama aralığında ve $0,02^{\circ}/\text{dak}$ tarama hızında alınmıştır.

3.3.2. ATR-FTIR Spektrumlarının Kaydedilmesi

Örneklerin ATR-FTIR (Fourier dönüşümlü kızılötesi (FTIR)- Zayıflatılmış toplam yansıma (Attenuated Total Reflectance) spektrumları kaydedilmeden önce katı örneklerden az bir miktar rendelendi. Daha sonra çelik bıçaklı öğütücüyle (Cole Parmer Kat. No. TW-04305-00 Analytical Mill) mümkün olacak en küçük boyutta öğütüldü. Epoksi A ve B bileşenleri sıvı olduklarından bir işlem yapılmamıştır.

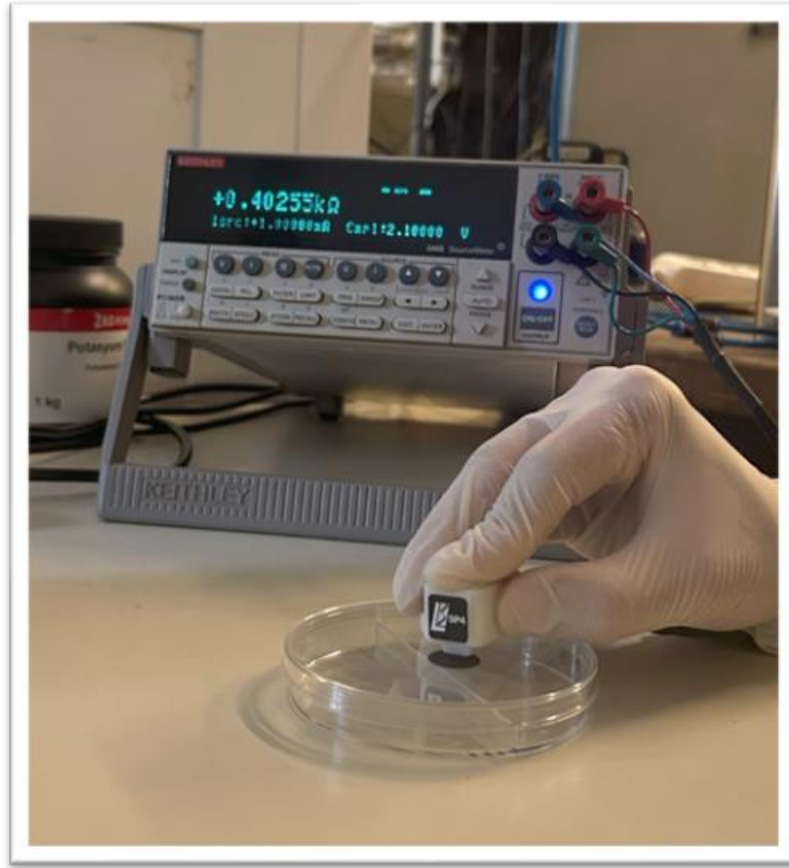
ATR-FTIR spektrumları iki farklı FTIR spektrometresinde kaydedildi. Epoksi A ve B bileşeni, kürlenmiş epoksi, GNP, silika jel ve Gd_2O_3 nanotozu, Hacettepe Üniversitesi Fizik Mühendisliğinde Kızılötesi laboratuvarında Perkin Elmer Spectrum One spektrofotometresi ve ATR (Elmas uçlu Pike marka Gladi- ATR) birimi ile kaydedildi. Spektrofotometrede hemen çözilemeyen bir sıkıntı nedeniyle bu örnekler ve daha sonra hazırlanan tüm örnekler Yüksek İhtisas Üniversitesi, Tıp Fakültesi, Biyofizik Anabilim Dalı'nda Dr Öğretim Üyesi Dilek Yonar sorumluluğunda bulunan Perkin Elmer Frontier model FTIR spektrometresi (Perkin Elmer Inc., ABD), Quest tek yansıma zayıflatılmış toplam yansıtma (ATR) aksesuarı (Specac Ltd., BK) ile kaydedildi.

Küçük bir miktar örnek, elmas ATR kristal plakasına yerleştirildi. Aynı spektrumların tekrar edilebilirliğini kontrol etmek için, her örnekten üç spektrum, $4000-450 \text{ cm}^{-1}$ dalga sayısı aralığında (4 cm^{-1} ayırma gücü ve 64 eklenmiş tarama (scan) ile) geçirgenlik modunda ve oda sıcaklığında kaydedildi. Örnek ölçümünden önce, Perkin Elmer Spectrum yazılımı (sürüm 10.03.06) kullanılarak örneklerin kaydedilen spektrumlarından otomatik olarak çıkarılan boş, temiz ATR kristalinin bir arka plan spektrumu (background spectrum) kaydedildi.

3.3.3. İletkenlik Ölçümleri

İletkenlik ölçümleri, Hacettepe Üniversitesi, Fizik Mühendisliği, Süper İletkenlik ve Nanoteknoloji Grubu (SNTG) laboratuvarında 4 nokta prob tekniği ile alınmıştır. KEITHLEY 2400 Sourcemeter cihazı ve Labview ortamında yazılan program yardımıyla örneklerin Akım-Gerilim (I-V) grafikleri elde edilmiştir.

Her bir örnek için iki kenar ve orta olmak üzere 3 adet ölçüm alınmıştır. Bunun için Şekil 3.13'te gösterildiği gibi öncelikle bilgisayar sistemine bağlanmadan cihaz, direnç ölçüm moduna alınarak örneklerin direnç değerleri ölçülmüştür. Cihazda gerilim veya akım ayarı yapılmamaktadır, cihaz tarafından otomatik olarak belirlenmektedir. I-V ölçümlerinde 1-5 V aralığı kullanılmıştır.



Şekil 3.13. İletkenlik ölçümü düzeneği ve testin gerçekleştirilmesi

3.3.4. Ses İletim Kaybı Ölçümleri

Ses iletim kaybı (TL) ölçümleri, düşük frekanslar için 10 cm çaplı, yüksek frekanslar için ise 2,8 cm çaplı Kundt tüpü ile (S.C.S 9020B İmpedance Kundt tube, MEZZO Stüdyo, Akustik Mimarlık Proje Limited Şirket, Ankara) gerçekleştirildi. Ses iletim kaybı ölçümlerinde, ses kaynağından amplitifikatör ile hoparlöre iletilen ve yansıyan ses 1 ve 2 numaralı mikrofonlar ile geçen ses ise 3 ve 4 numaralı mikrofonlar ile ölçülerek ses kartı üzerinden test sistemine ait yazılıma kaydedildi (Şekil 3.14 ve Şekil 3.15). İletilen, yansıyan ve geçen ses şiddeti bu yazılımda işlenerek ses iletim kaybı hesaplandı. Bu ölçüm, her numune için 10 kez tekrar edildi ve ortalaması alındı.



Şekil 3.14. Ses iletim kaybı ölçüm örneklerinin yerleşimi

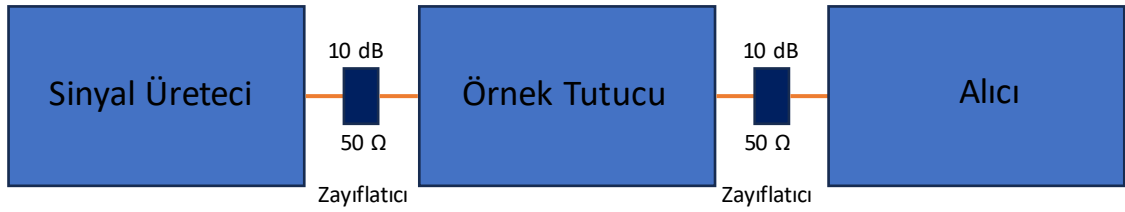


Şekil 3.15. Ses iletim kaybı ölçümünde kullanılan empedans tüpü

3.3.5. Elektromanyetik Kalkanlama Ölçümleri

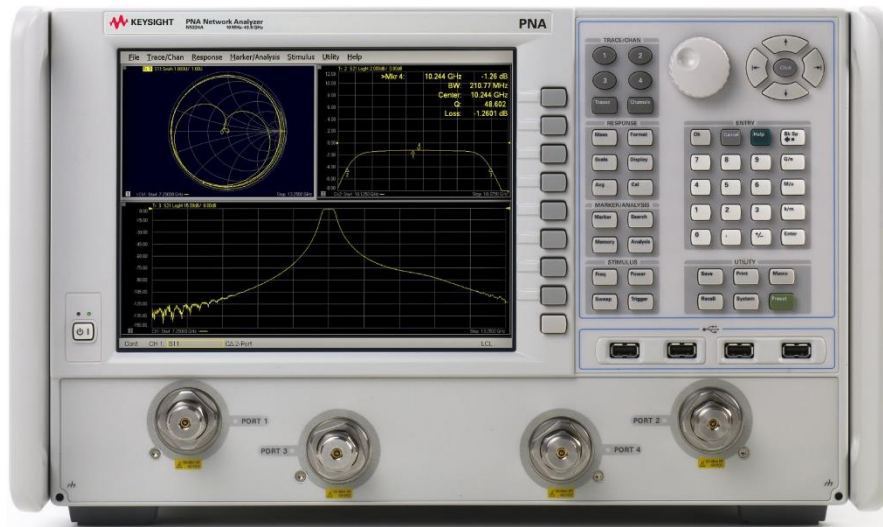
Elektromanyetik kalkanlama testleri, 30 MHz-1,5 GHz için Electro-Metrics EM-2107A, 1,5-10 GHz için Electro-Metrics EM-2108 ve her iki frekans aralığında Keysight PNA Network Analyzer (N5224A) kullanılarak gerçekleştirildi.

EM kalkanlama testleri, American Society for Testing and Materials (ASTM) D4935-10 Standard Test Method for Measuring the Electromagnetic Shielding Effectiveness of Planar Materials (ASTM, 2017) prosedürüne göre gerçekleştirilmiştir. Standartta genel test düzeneği Şekil 3.16’da verildiği gibidir.



Şekil 3.16. ASTM D4935-10 test düzeneği

Bu sistemde Sinyal Üretici ve alıcı olarak Keysight Ağ Analizörü, Örnek Tutucu olarak ise Electro-Metrics Test Fikstürleri kullanılmıştır. Ürünlere ait görseller Şekil 3.17 ve Şekil 3.18’de verilmiştir.



Şekil 3.17. EM kalkanlama ölçümü için kullanılan ağ analizörü (Keysight, 2023)



Şekil 3.18 EM kalkanlama test fikstürleri EM-2107A (Electro-Metrics, 2023a) solda ve EM-2108 (Electro-Metrics, 2023b) sağda

Her sistem kurulumunda ölçüm öncesinde, sistem kablolarının da dahil olduğu kalibrasyon işlemi gerçekleştirildi. Test sisteminin ölçüm doğruluğunun belirlenmesi amacıyla altın plaka örnekler ile 32 ± 3 dB kalkanlama etkinliği gözlemlendi. Ayrıca, alüminyum plaka örnekler kullanılarak sistemin ölçebileceği en yüksek elektromanyetik kalkanlama etkinliği (dinamik aralık ölçümü) belirlenmiştir.

Kalkanlama etkinliği SE, yansıma, geçirgenlik ve soğurmayı temsil eden S_{11} (veya S_{22}) ve S_{21} (veya S_{12}) saçılma parametrelerinin fazı ve büyüklüğü ile elde edilir.

Gelen sinyalin gücü P_i , soğrulan, yansıyan ve geçen güçler sırasıyla, P_a , P_r ve P_t ise

$$Yansima = |S_{11}|^2 = \frac{P_a}{P_i} \quad Geçirgenlik = |S_{21}|^2 = \frac{P_t}{P_i} \quad 3.1$$

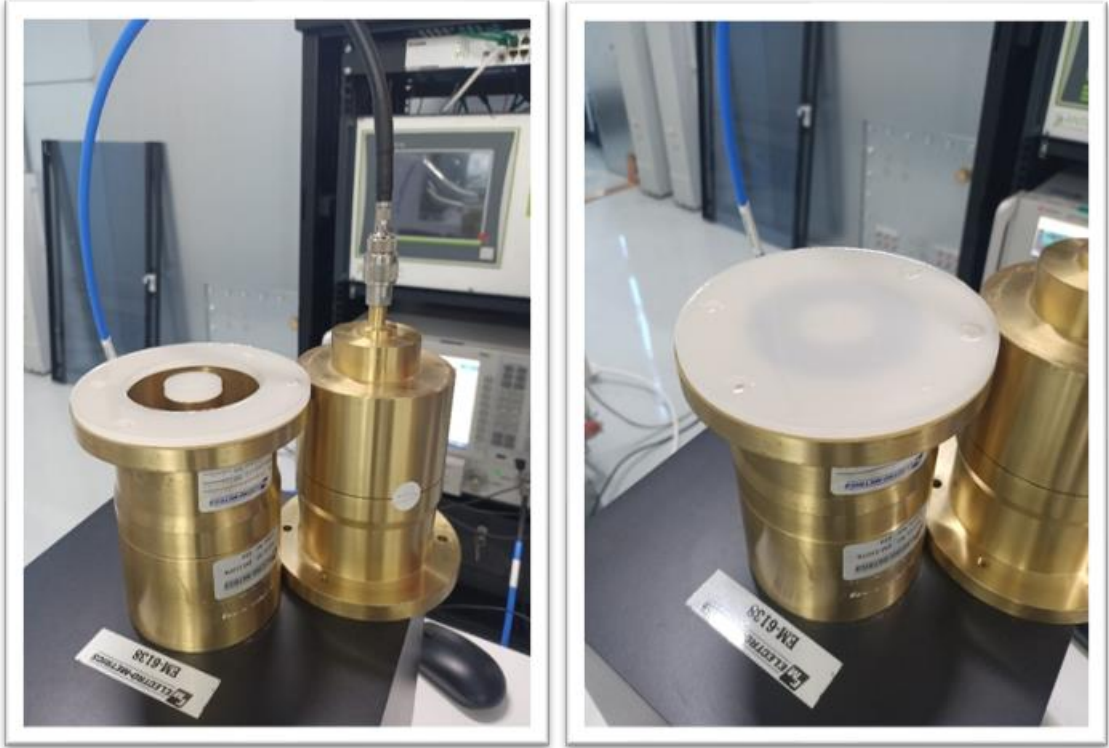
$$Soğurma = 1 - |S_{11}|^2 - |S_{21}|^2 \quad 3.2$$

Ölçümlerde ağ analizöründe yer alan 1 ve 2 nolu portlar kullanılmıştır. Üretilen sinyal (R_1 olarak belirtilir), 1 nolu port üzerinden örnek tutucuda yer alan örnek üzerine gönderilir. Örnekten yansıyan ve 1 nolu porta geri dönen sinyal (A olarak belirtilir) ve örnekten geçip 2 nolu porta giden sinyal (B olarak belirtilir) kaydedilir. Bu veriler ile yansıma S_{11} (A/R_1) ve geçme S_{21} (B/R_1) değerleri hesaplanır. A ve B sinyallerinden ayrıca soğurma katsayısı da Eşitlik 3.2’de verilen denklem ile hesaplanır.

Her bir ölçüm iki kısımdan oluşmaktadır:

- Öncelikle, test fikstürüne referans ölçümün yapılacağı örnek (reference specimen) yerleştirilir (Şekil 3.19a ve Şekil 3.20a). S_{11} , S_{21} , A ve B değerleri kaydedilir.
- İkinci olarak, test fikstürüne kalkanlama etkinliğinin görülmek istendiği yük örneği (load specimen) yerleştirilir (Şekil 3.19b ve Şekil 3.20b). S_{11} , S_{21} , A ve B değerleri kaydedilir.

Referans ve yük örneklerinin aynı malzeme olduğu varsayılarak sinyalin örnek tutucu içinde aynı yoldan geçtiği, sadece referans örneğin ortasında bulunan boşluk ile yük örneği koyulduğunda o kısma denk gelen malzemenin sinyal yolunu farklılaştırdığı kabul edilir. S_{11} , S_{21} , A ve B değerleri, ağ analizörüne kaydedildikten sonra ağ analizörü yük örneğinden alınan değerleri referans örnekten alınan değerlerden çıkararak gerçek kalkanlama etkinliği, yansıma, geçme ve soğurma grafiklerini çizdirir.



(a)

(b)

Şekil 3.19. 30 MHz-1,5 GHz için örnek ve test fikstürü



(a)

(b)

Şekil 3.20. 1,5-10 GHz için örnek ve test fikstürü

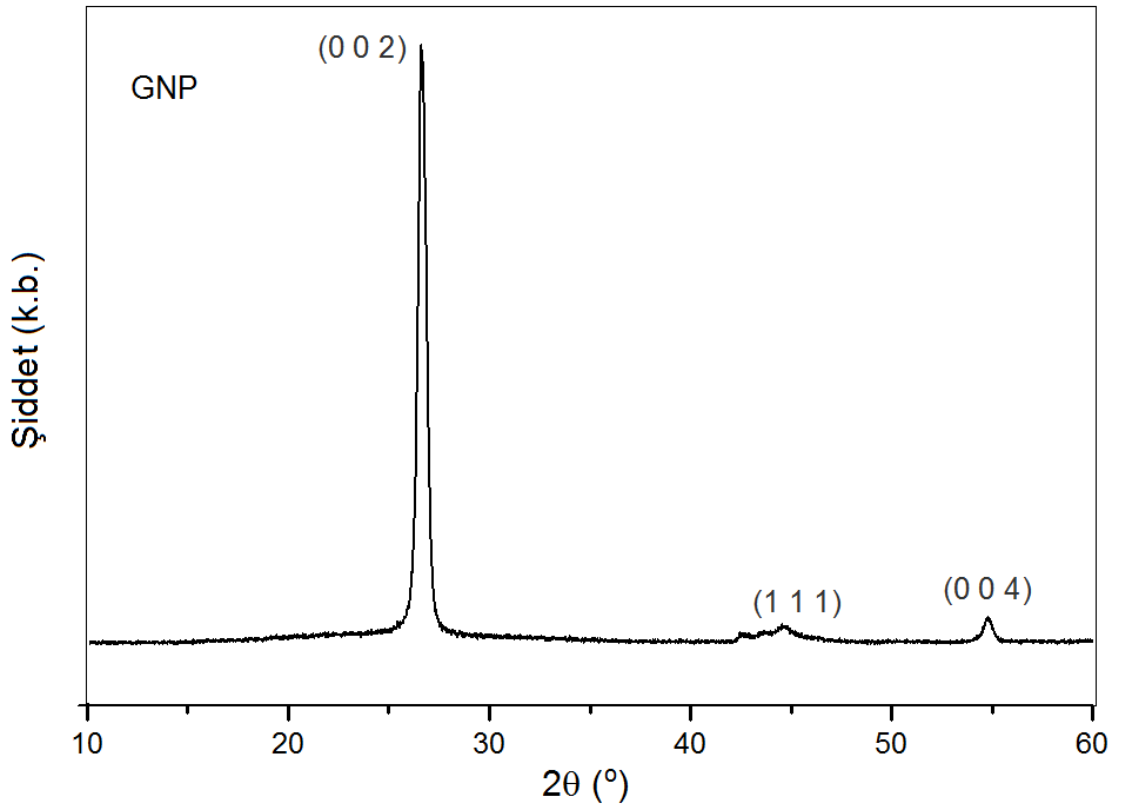
4.SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Tez çalışması kapsamında kullanılan GNP, silika jel, Gd_2O_3 nano tozu kompozit katkı malzemelerinin ve kürlenmiş epoksinin karakterizasyonu X-ışınımı toz kırınım (XRD) yöntemi ile, matris olarak kullanılan epoksi reçine bileşenlerinin (sıvı formda epoksi ve sertleştirici) moleküler yapıları ve üretilen kompozitlerdeki epoksi kürlenme süreçleri ATR–FTIR spektroskopisi ile incelenmiştir.

Tez çalışması kapsamında üretilen ağırlıkça farklı % oranlarda GNP, silika jel ve Gd_2O_3 nano tozu katkılı epoksi matrisli kompozit malzemelerin akustik özelliği olarak ses iletim kaybı, elektromanyetik kalkanlama ve elektriksel iletkenlik özellikleri incelenmiştir.

4.1. XRD Desenlerinin İncelenmesi

Şekil 4.1’de grafen nanoplatelet (GNP) örneğinin XRD toz kırınım deseni verilmiştir.

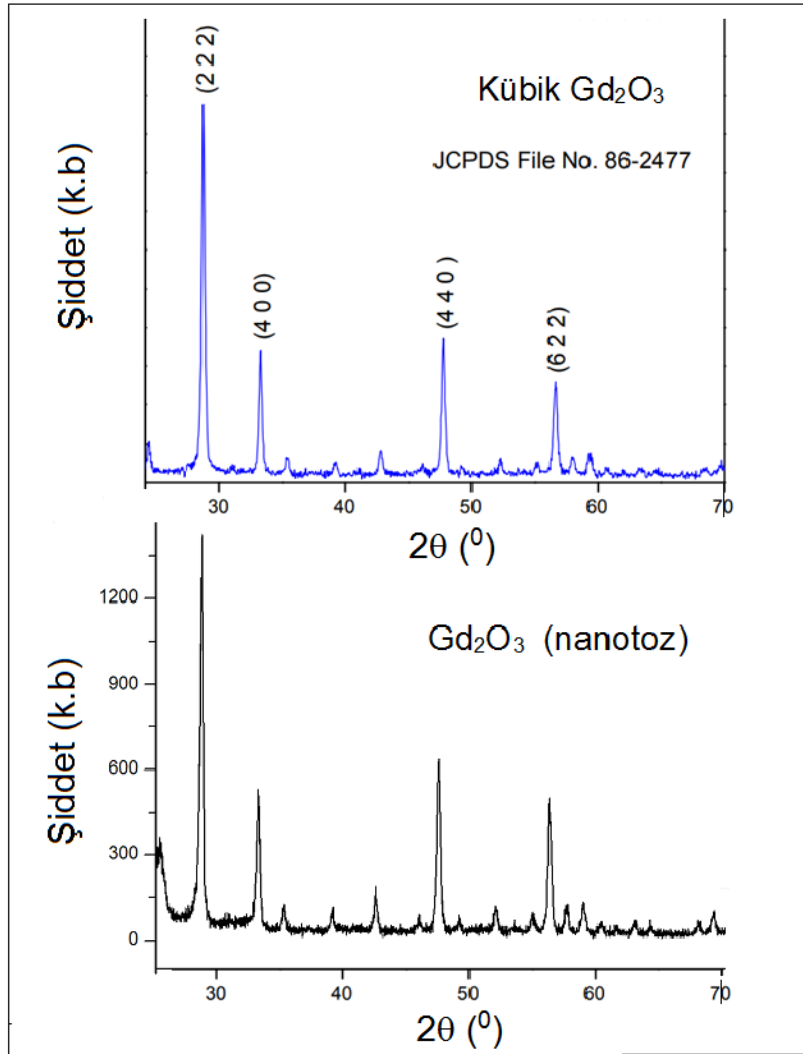


Şekil 4.1 Grafen nanoplatelet (GNP)'in XRD deseni

GNP örneğinin XRD toz kırınım deseninde maksimum şiddetteki pik, $2\theta=26,6^\circ$ ve daha düşük şiddetteki bir diğer pik ise $2\theta=54,8^\circ$ 'de gözlenmiştir.

XRD desenindeki karakteristik kırınım piklerinin varlığı [(002), (111) ve (004)] literatürde bulunan GNP' ye ait XRD desenleriyle karşılaştırıldığında, çalışmamızda kullandığımız GNP örneğinin saf olduğunu göstermiştir (Albetran, 2020; Ghahremani ve ark., 2022; Li ve ark., 2007b; Low ve ark., 2020).

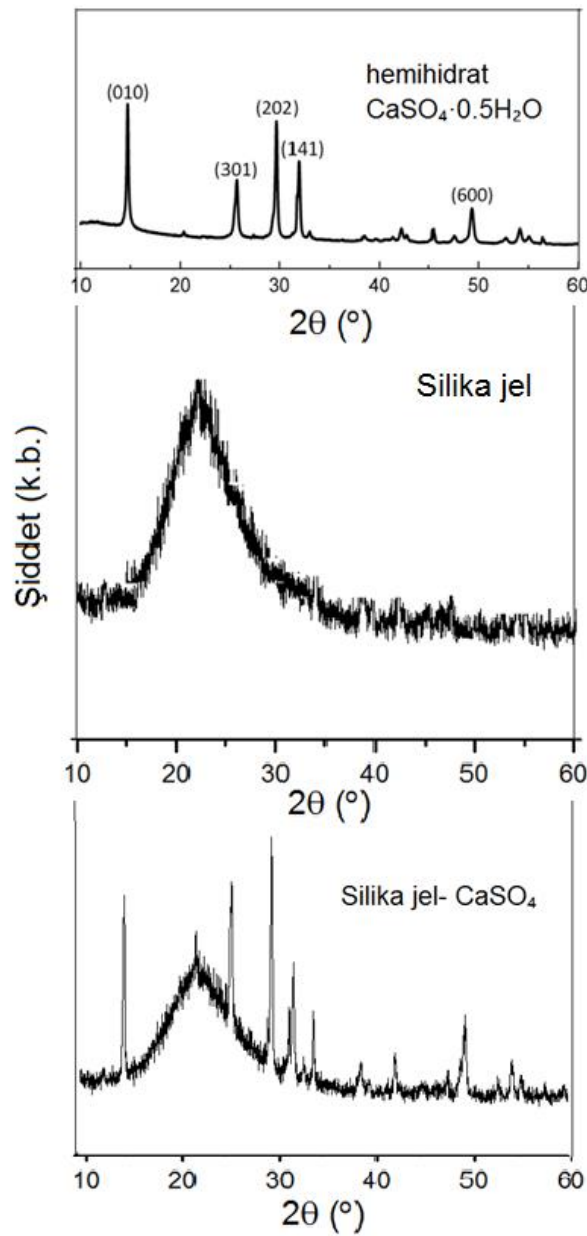
Uluslararası kırınım verileri merkezi, (ICDD) toz kırınım dosyası olan örneklerin verilerini JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) dosyaları halinde veri tabanında standart analiz için tutmaktadır. Şekil 4.2'de Gadolinyum Oksit (Gd_2O_3) örneğinin XRD toz kırınım deseni verilmiştir. Şekil'de üstte JCPDS 86-2477 kartıyla tanımlanan kübik Gd_2O_3 nano tozuna ait 2θ değerleri örneğimizin XRD deseninde de gözlenmektedir,



Şekil 4.2 Gadolinyum oksit (Gd_2O_3) nano tozunun XRD deseni

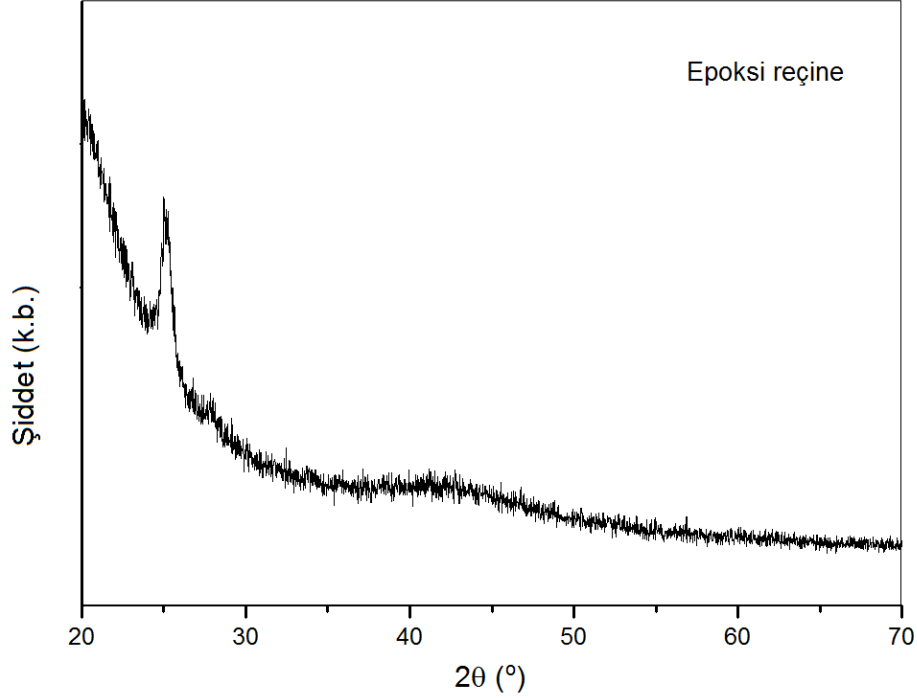
Whba ve arkadaşları (2021) Gd_2O_3 nanoparçacıklarının sentezini yaparak XRD yöntemi ile kristal yapıyı kontrol etmişlerdir. Buldukları XRD deseni tezimizde kullandığımız Gd_2O_3 ile aynıdır. Dolayısıyla, kullandığımız Gd_2O_3 'in saf olduğu belirlenmiştir.

Şekil 4.3'te bu çalışmada kullanılan silika jel hemihidrat [bağlayıcı kalsiyum sülfat, $CaSO_4$ (% 12-15)] beyaz toz formundaki örneğin XRD deseni verilmiştir. Bu deseni karşılaştırmak amacıyla hemihidrat $CaSO_4$ (Wang ve ark., 2012) ve amorf saf silika jel örneklerinin de XRD desenleri aynı şekilde verilmiştir. Kullandığımız örneğin silika jel hemihidrat ve içerikte $CaSO_4$ olduğu bu desenlerden anlaşılmaktadır.



Şekil 4.3. Silika Jelin (bağlayıcı $CaSO_4$) XRD deseni

Şekil 4.4'te bu çalışmada referans olarak elde edilen kürlenmiş epoksi reçinenin toz haline getirildikten sonraki XRD deseni verilmiştir. Şekilden görüldüğü gibi $2\theta=20^\circ$ civarında tipik geniş pik literatürde homojen amorf epoksi olarak tanımlanmaktadır (Alhumade ve ark., 2019).



Şekil 4.4. Epoksi XRD deseni

4.2. ATR-FTIR Spektrumlarının Değerlendirilmesi

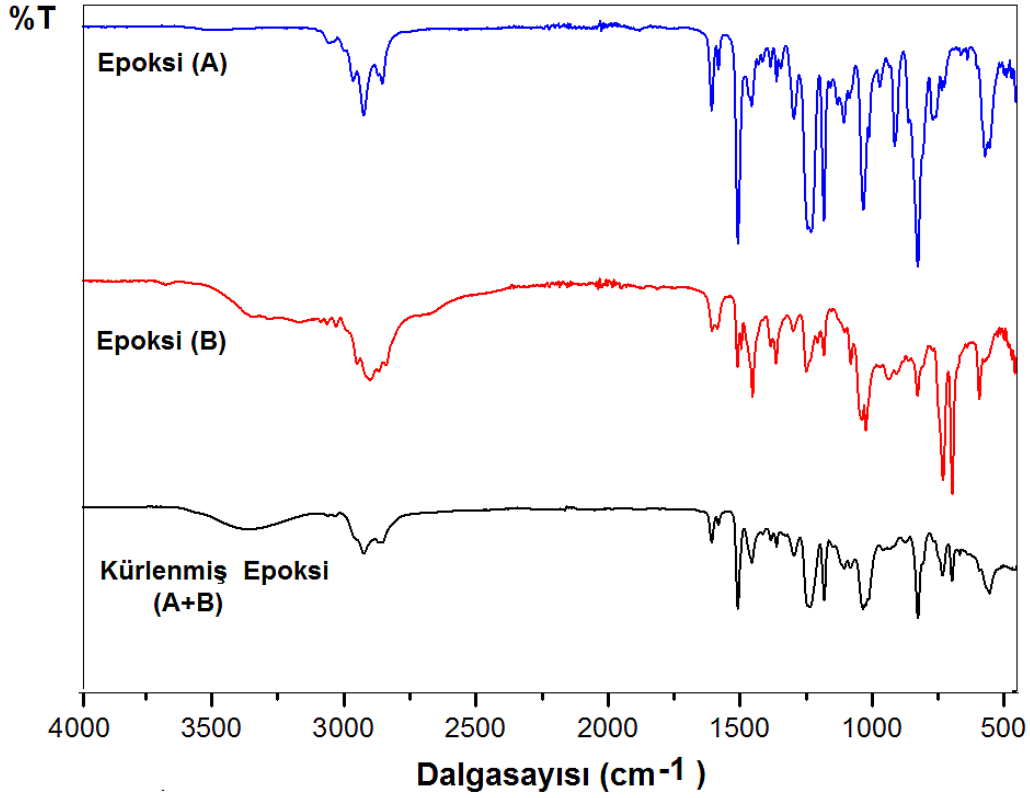
Tez kapsamında elde edilen; silika jel-epoksi, GNP -epoksi, silika jel-GNP-epoksi, Gd_2O_3 -epoksi ve GNP- Gd_2O_3 -epoksi kompozit örneklerinin, ATR-FTIR spektrumları ve spektrumlarda gözlenen titreşim bantlarına ait değerlendirmeler verilerek, moleküler düzeyde karakterizasyon ve özellikle kürlenme olup olmadığının incelenmesi amaçlanmıştır.

4.2.1. Epoksi Bileşenlerinin ve Kürlenmiş Epoksi Reçinenin ATR-FTIR Spektrumları

Tez kapsamında kullanılan, C12-C14 alifatik glisidil eter içinde seyreltilmiş sıvı formda Bisfenol A diglisidil eter (DGEBA) epoksi reçinenin (A bileşeni), sıvı formda sikloalifatik amin bazlı sertleştiricinin (B bileşeni) ve kürlenmiş katı formda epoksi reçinenin 4000-450

cm^{-1} dalga sayısı aralığındaki ATR-FTIR spektrumları karşılaştırmalı olarak Şekil 4.5'te verilmiştir.

Epoksi reçine bileşenleri ve kürlenmiş epoksinin kaydedilen ATR-FTIR spektrumlarında gözlenen bazı temel titreşimsel modlara ait bandların dalga sayıları (cm^{-1}) ve bu bandların tanımlanması (titreşimsel işaretleme) Çizelge 4.1'de verilmiştir.



Şekil 4.5. Sıvı formda epoksi reçine (A Bileşeni), sıvı formda sertleştirici (B Bileşeni) ve kürlenmiş katı formda epoksi reçinenin ATR-FTIR spektrumları

Çizelge 4.1. Epoksi reçine bileşenleri ve kürlenmiş epoksinin ATR-FTIR spektrumlarında gözlenen dalgasayıları (cm^{-1}) ve işaretlenmesi (Braun ve ark., 2014; Cholake ve ark., 2014; Nikolic ve ark., 2010)

Epoksi -A Bisfenol A diglisidil eter+ C12-C14 alifatik glisidileter		Epoksi- B (Sertleştirici) Sikloalifatik amin esaslı sertleştirici		Kürlenmiş Epoksi Reçine	
Dalgasayısı (cm^{-1})	İşaretleme ^a	Dalgasayısı (cm^{-1})	İşaretleme ^a	Dalgasayısı (cm^{-1})	İşaretleme ^a
3507	O-H gerilme			3365	Hidrojen bağı- OH
		3168	-NH ₂ , -NH gerilme		
		3087			
	-CH-(O-CH ₂) epoksi	3029	C-H gerilme aromatik halka		
3056	-C-H -(O- CH ₂) gerilme Oksiran halka				
				3034	-CH gerilme aromatik halka
2965	CH ₂ ve CH gerilme aromatik ve alifatik gruplar				
2925	CH ₂ ve CH ₃ gerilme			2924	CH ₂ ve CH ₃ gerilme
2855	CH ₂ veCH gerilme	2840			
1607	C=C gerilme aromatik halka	1607	C=C gerilme aromatik halka	1607	C=C gerilme aromatik halka
1582	C=C-H gerilme aromatik halka	1585	C=C-H gerilme aromatik halka	1582	C=C-H gerilme aromatik halka
1508	C-C gerilme aromatik halka	1510	C-C gerilme aromatik halka	1508	C-C gerilme aromatik halka
		1496	-NH ₂ , -NH bükülme		
1456	CH ₂ ve CH ₃ bükülme	1452	CH ₂ ve CH ₃ bükülme	1455	CH ₂ ve CH ₃ bükülme
1384	CH ₃ bükülme C-(CH ₃) ₂ grup	1385	isopropyl grubu	1383	
1362	CH ₃ bükülme C-(CH ₃) ₂ grup	1364	isopropyl grubu	1362	
1346	CH ₂ -CH ₃ bükülme				
1231	C-C-O-C- gerilme	1249	C-C-O-C- gerilme	1236	C-C-O-C- gerilme
1183	C-C-O-C- gerilme	1183	C-C-O-C- gerilme	1181	C-C-O-C- gerilme

Çizelge 4.1. (Devam)					
Epoksi -A Bisfenol A diglisidil eter+ C12- C14 alifatik glisidileter		Epoksi- B (Sertleştirici) Sikloalifatik amin esaslı sertleştirici		Kürlenmiş Epoksi Reçine	
Dalgasayısı (cm ⁻¹)	İşaretleme ^a	Dalgasayısı (cm ⁻¹)	İşaretleme ^a	Dalgasayısı (cm ⁻¹)	İşaretleme ^a
1107	C-O gerilme aromatik halka				
		1082	C-N gerilme	1082	C-N gerilme
1034	C-O-C gerilme (-O-CH ₂ -) eter	1039	C-O-C gerilme (-O-CH ₂ -) eter	1035	C-O-C gerilme (-O-CH ₂ -) eter
915	Oksiran CH ₂ -O-CH				
828	C-H aromatik halka	828	C-H aromatik halka	827	C-H aromatik halka
771	CH ₂ bükülme				
737	C-H aromatik halka	732	C-H aromatik ring	734	C-H aromatik halka
		697	C-H aromatik ring	697	C-H aromatik halka
		595	C-H, -N-H bükülme	593	C-H, -N-H bükülme
557	C-H bükülme			556	C-H bükülme

DGEBA epoksi reçinenin (A bileşeni) uç kısımlarında bulunan kimyasal aktif oksiran (epoksitler) grupları kürlenme sırasında aminlerle reaksiyona gireceğinden, bu gruba ait titreşim bandlarının kürlenmiş epoksinin FTIR spektrumunda gözlenmemesi beklenir.

Oksiran, tepesinde oksijen atomu bulunan üç atomlu bir halka yapısına sahiptir (Şekil 2.2 ve Şekil 4.6). Çizelge 4.1'den görüldüğü gibi epoksi A bileşenindeki bu halkanın en önemli titreşim bandı kızılötesi spektrumunda 915 cm⁻¹'de gözlenmektedir. Aynı grubun C-H gerilme titreşim bandı epoksi A bileşeninde 3056 cm⁻¹'de gözlenmiştir. Bu bantların kürlenmiş epoksi reçinede gözlenmemesi aminlerle reaksiyon sonucu oksiran halkasının açılması ve çapraz bağlanmanın olduğu olarak bilinmektedir (Cholake ve ark., 2014; Nikolic ve ark., 2010; Tcharkhtchi ve ark., 2015).

Oksiran oksijenine, amin grubunun (NH₂) bir hidrojeni (H bağlanarak) OH grubu oluşturması ve halkanın açılması mekanizması Şekil 4.6'da özetlemiştir.

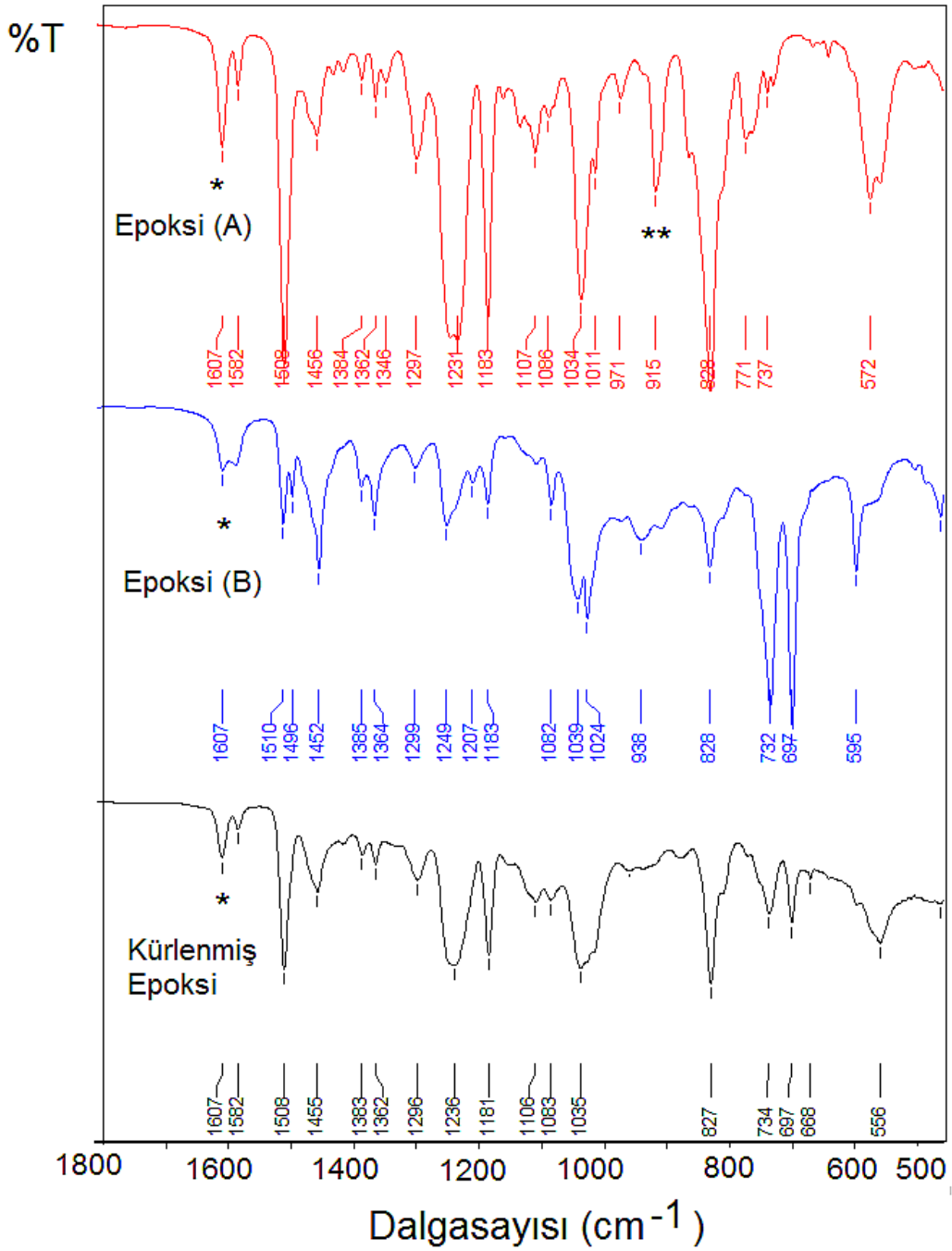


Şekil 4.6. Oksiran halkasının aminle açılma mekanizması

DGEBA epoksi reçinelerde, sıcaklığa bağlı kinetik kürlenme reaksiyonlarını bu titreşim band ile izlemek mümkündür (María González ve ark., 2012).

Epoksi A'da 1607 cm^{-1} ve 1510 cm^{-1} 'de gözlenen aromatik halkaya ait titreşim bandları reaksiyonla değişmediğinden genelde kürlenme takiplerinde *standart-referans* bandlar olarak alınmaktadır.

Değişimleri daha iyi gözleyebilmek amacıyla sıvı formda epoksi reçinenin (A bileşeni), sıvı formda sikloalifatik amin bazlı sertleştiricinin (B bileşeni) ve kürlenmiş katı formda epoksi reçinenin $1800\text{-}450 \text{ cm}^{-1}$ dalga sayısı aralığındaki ATR-FTIR spektrumları ve gözlenen titreşim bandlarının dalga sayıları karşılaştırmalı olarak Şekil 4.7'de verilmiştir.



Œekil 4.7. Sıvı formda epoksi reinenin (A bileŒeni), sıvı formda sikloalifatik amin bazlı sertleŒtiricinin (B bileŒeni) ve k rleŒmiŒ katı formda epoksi reinenin 1800-450 cm⁻¹ dalga sayısı aralıėındaki ATR-FTIR spektrumları ve g zlenen bantların dalga sayıları (cm⁻¹).

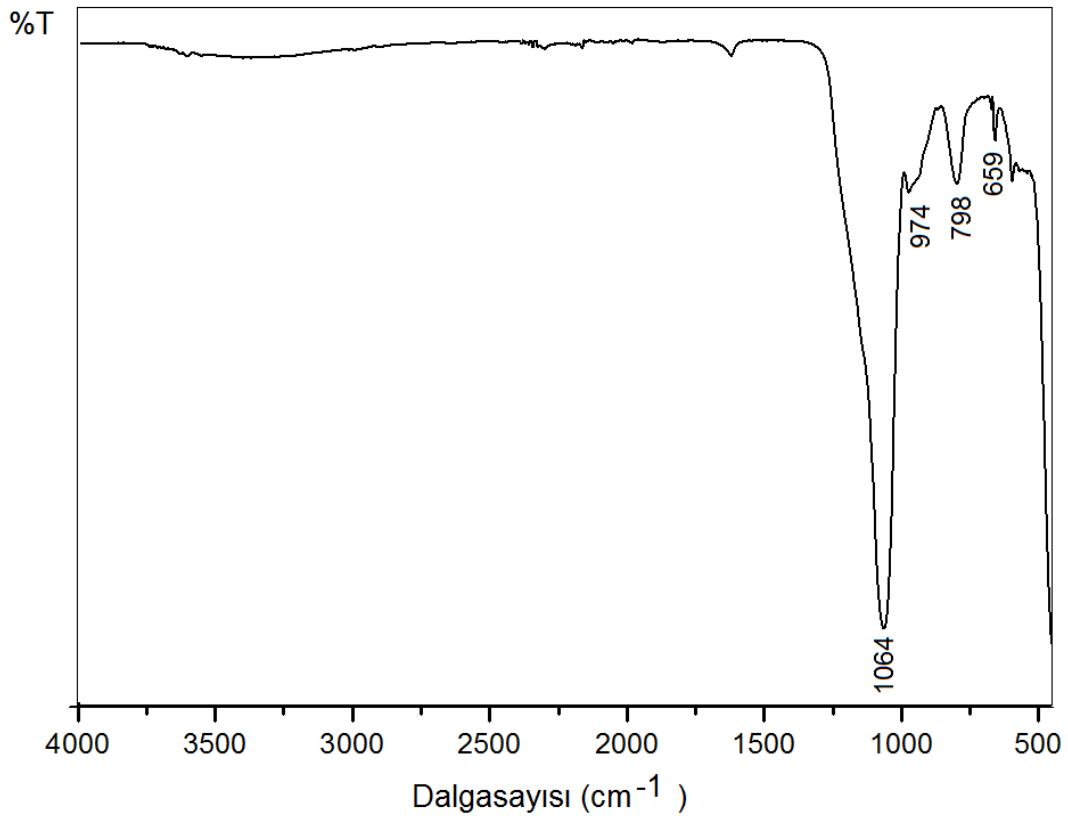
* T m  rneklerde standart olan titreŒim bandı

** Oksiran bandı

Sonuç olarak krlenmiř epoksi reinede oksiran halkaya ait 3056 cm^{-1} ve 915 cm^{-1} 'deki bantların kaybolması ve 1082 cm^{-1} de gzlenen C-N gerilme titreřimine ait bandın varlıęı apraz baęlanmanın/polimerleřmenin olduęunu bize gstermektedir (María Gonzlez ve ark., 2012).

4.2.2. Silika Jel ve Silika Jel - Epoksi Kompozit rneklerinin ATR-FTIR Spektrumları

Tez kapsamında retilen kompozitlerde kullanılan beyaz toz formundaki silika jelin ATR-FTIR spektrumu ve spektrumda gzlenen titreřim bantlarının dalga sayıları (cm^{-1}) Őekil 4.8'de verilmiřtir.



Őekil 4.8. Toz formundaki silika jelin ATR-FTIR spektrumu

Saf silikanın (SiO_2) FTIR spektrumunda, 3 titreřim moduna ait bandlar $1500\text{-}450\text{ cm}^{-1}$ aralıęında gzlenir. $1100\text{-}1080\text{ cm}^{-1}$ dalga sayısı aralıęında geniř ve řiddetli bir band olarak gzlenen Si-O-Si antisimetrik gerilme titreřimi olarak tanımlanırken, yaklařık 800 cm^{-1} ve 475 cm^{-1} de gzlenen titreřim bandları ise sırasıyla Si-O-Si simetrik gerilme ve aı bklme titreřimleri olarak tanımlanır (Bayari ve ark., 2018; Capeletti ve ark., 2014).

Tez kapsamında kullanılan silika jelin spektrumunda 1064 cm^{-1} 'de gözlenen şiddetli band Si–O–Si antisimetrik gerilme titreşimi olarak, 798 cm^{-1} 'de gözlenen bant ise Si–O–Si simetrik gerilme titreşimi olarak işaretlenmiştir (Larissa Brentano and João Henrique, 2016).

Silika jelin içinde adsorber olarak katılan inert hemihidrat kalsiyum sülfatın [$\text{CaSO}_4 \cdot 0.5\text{ H}_2\text{O}$ (%5-13)] moleküler düzeyde silika jele etkisine bakabilmek için kalsiyum sülfatın FTIR spektrumları literatürden araştırılmıştır (Alegbe M.J, 2019; Liu ve ark., March 23-27, 2009; Ramachandran ve ark., 2007).

Kalsiyum sülfatın infrared spektrumunda sülfat- SO_4 grubunun S-O antisimetrik gerilme titreşimi olan şiddetli ve geniş bir bant yaklaşık 1140 cm^{-1} 'de beklenmektedir. Bunların dışında yaklaşık 670 cm^{-1} ve 600 cm^{-1} civarında ise sülfat grubuna ait bükülme titreşimleri vardır (Bartram, 1969).

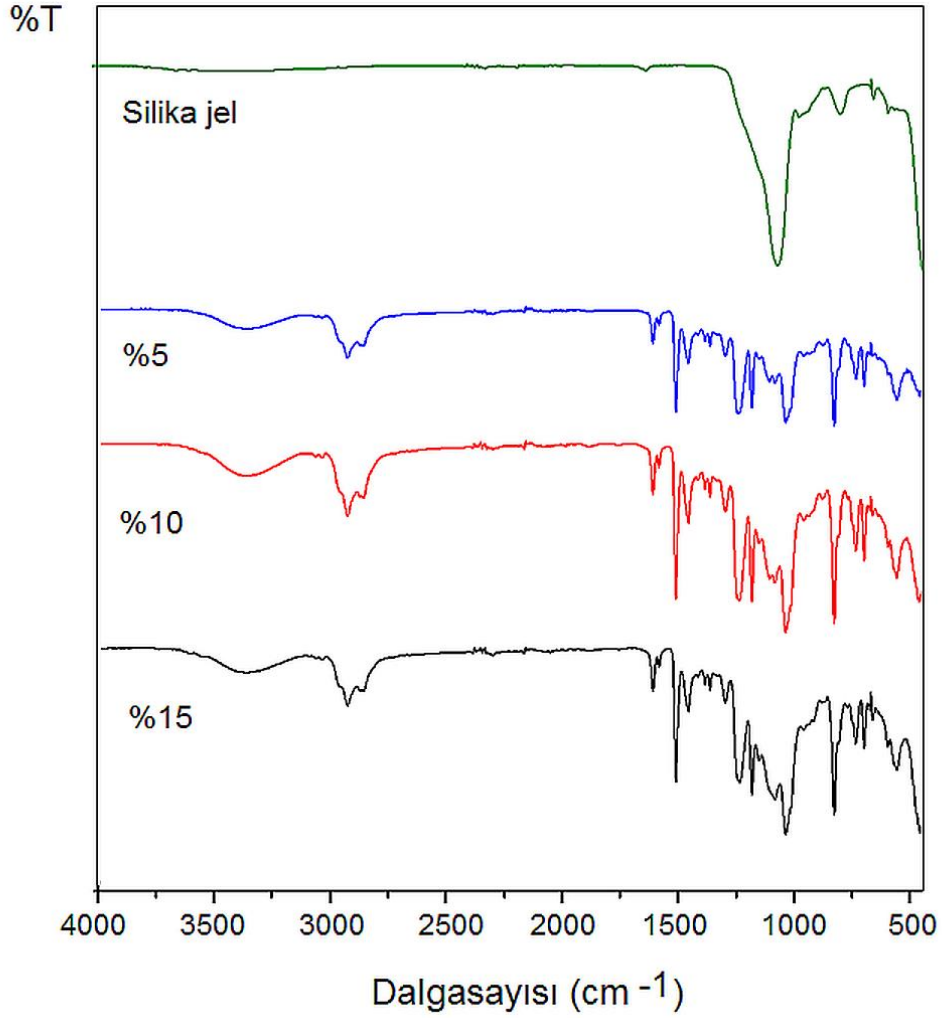
Tez çalışmasında kullanılan silika jelin Şekil 4.8'de verilen ATR-FTIR spektrumuna bakıldığında, moleküler düzeyde 980 cm^{-1} de ve 659 cm^{-1} civarında zayıf şiddette gözlenen bantların varlığı silika jel içinde az da olsa CaSO_4 grubunun varlığını göstermektedir.

Ağırlıkça %5, %10 ve %15 inorganik silika jel dolgulu epoksi kompozitlerin $4000\text{-}450\text{ cm}^{-1}$ dalga sayısı aralığındaki ATR-FTIR spektrumları karşılaştırmalı olarak Şekil 4.9'da verilmiştir. Saf silika jelin spektrumu da karşılaştırma amacıyla Şekil 4.9'da verilmiştir.

Silika jel (Ağırlıkça %5, %10 ve %15) dolgulu epoksi kompozitlerin ATR-FTIR spektrumlarında oksiran halkaya ait 3056 cm^{-1} ve 915 cm^{-1} 'deki bandların kaybolması ve 1183 cm^{-1} 'de gözlenen C-N gerilme titreşimine ait bandın varlığı epoksi kürleşmesi yani çapraz bağlanmanın/polimerleşmenin oluştuğunu bize göstermektedir. Ayrıca silika jelin en şiddetli bandı olan 1064 cm^{-1} 'deki band, silika jel-epoksi örneklerin spektrumlarında aynı bölgede epoksinin geniş ve şiddetli bandının olması nedeniyle gözlenmemiştir.

İki bileşenli kimyasal yapılarda van der Waals kuvvetleri, hidrojen bağı ya da zayıf elektrostatik etkileşimler olabilir veya bileşenler, kovalent bağ gibi güçlü etkileşimle birbirine bağlanabilir.

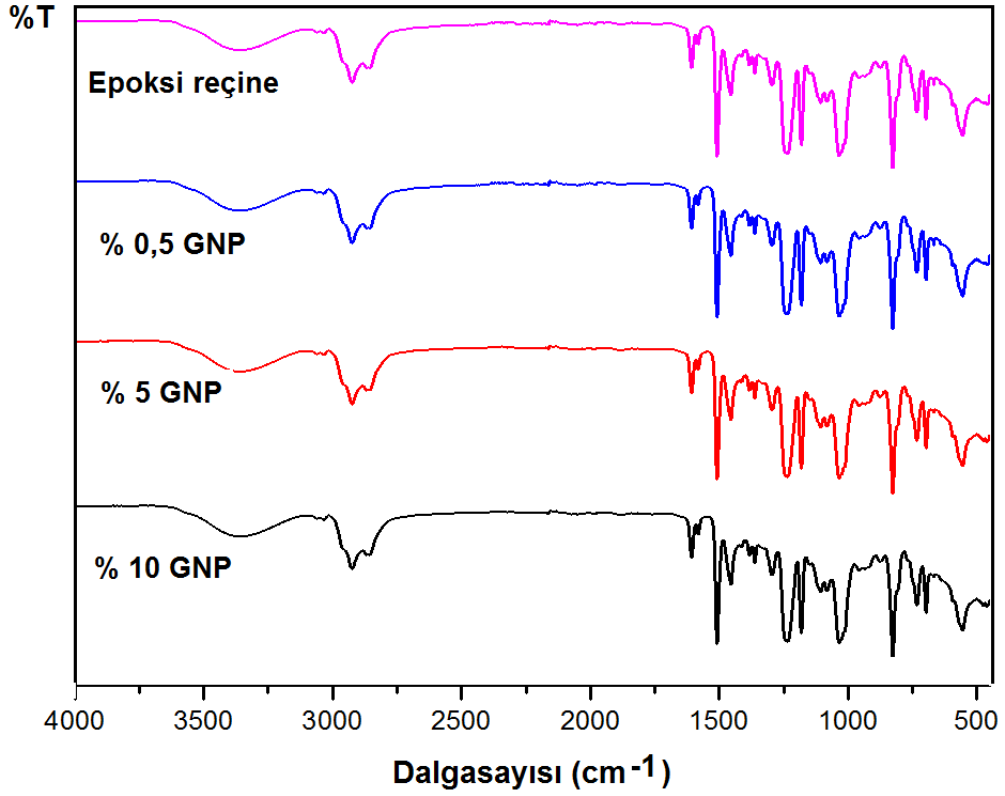
Ancak burada beklentimiz kovalent bağlanmanın görülmesi değildir, silika jelin epoksiye katılanması nedeni ile silikanın yüzey OH grupları ile epoksinin oksijen içeren grupları arasında H-bağlanması yani adezyon olayıdır. Silika katkılı epoksi kompozitte 1105 cm^{-1} 'de normal şartlarda epoksidede olmayan bir bandın varlığı bunu göstermektedir.



Şekil 4.9. Silika jel (Ağırlıkça %5, %10 ve %15) dolgulu epoksi kompozitlerin ATR-FTIR spektrumları

4.2.3. GNP - Epoksi ve Silika Jel - GNP- Gd_2O_3 - Epoksi Kompozitlerin ATR-FTIR Spektrumları

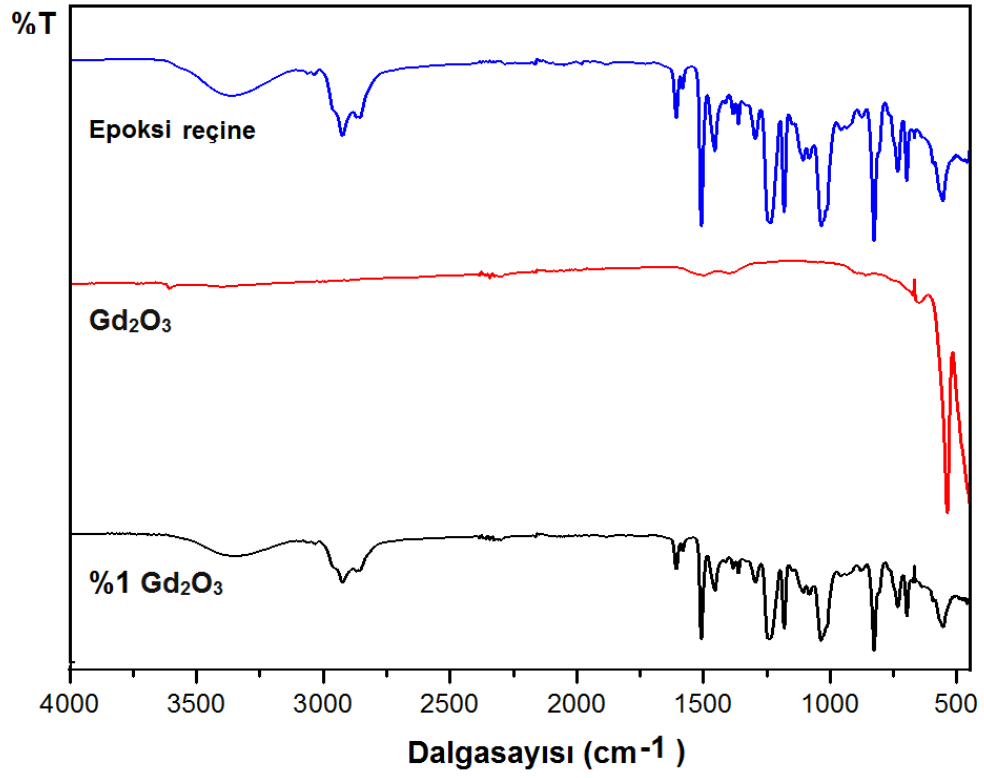
Grafen nanoplatelet (GNP) toz örneğinin ATR-FTIR spektrumunda infrared aktif herhangi bir band bulunmadığından spektrumu kaydedilmiş ancak verilmemiştir. Ağırlıkça %0,5, %5 ve %10 GNP katkılı epoksi kompozitlerin 4000-450 cm^{-1} dalgasayısı aralığındaki ATR-FTIR spektrumları karşılaştırmalı olarak Şekil 4.10'da verilmiştir. Kürlenmiş epoksinin spektrumu da referans olarak ve karşılaştırma amacıyla Şekil 4.10'da verilmiştir.



Şekil 4.10. GNP (Ağırlıkça %0,5, %5 ve %10) katkılı epoksi kompozitlerin ATR-FTIR spektrumları

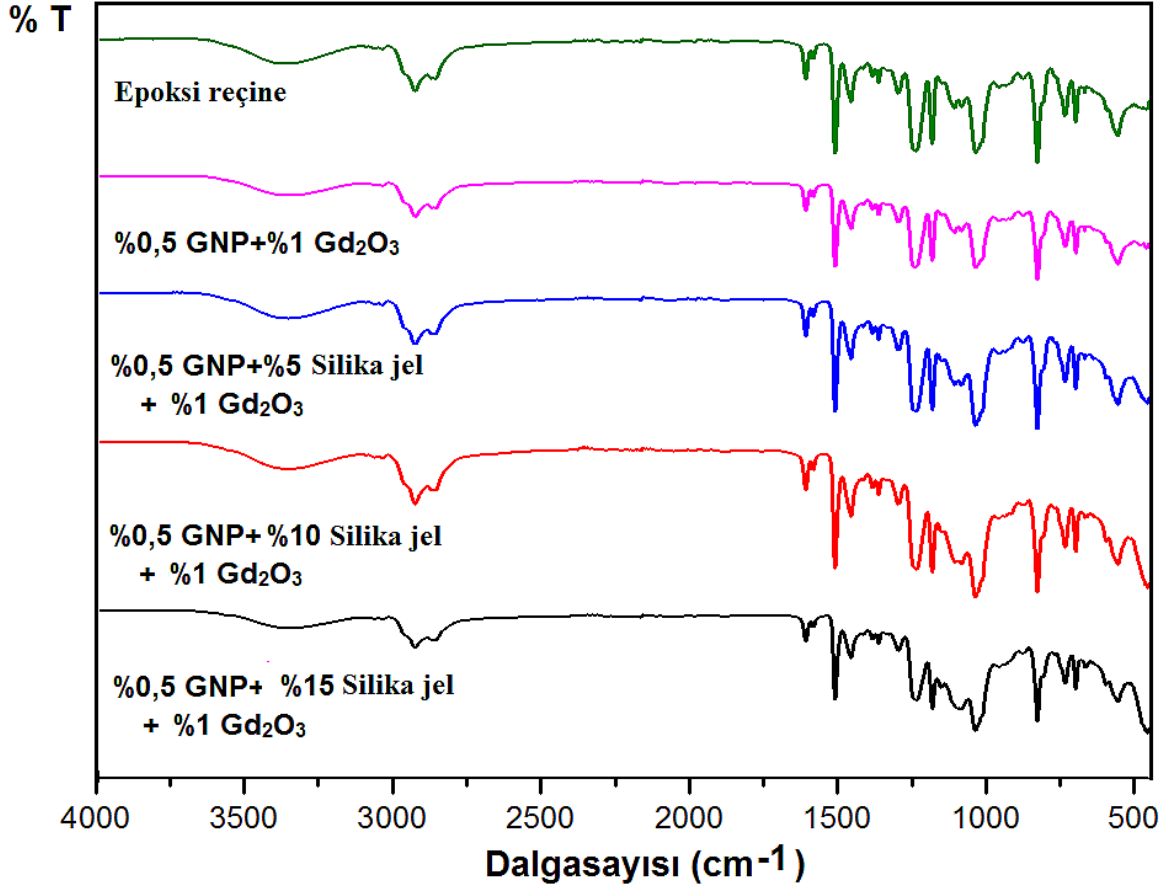
Şekil 4.10’da görüldüğü gibi kürlenmiş epoksi ve GNP-epoksi kompozitlerin spektrumları birbirine çok benzer olup GNP’nin moleküler düzeyde etkisinin olup olmadığı ancak Raman spektrumlarının kaydedilmesi ile mümkündür.

Şekil 4.11’de kürlenmiş epoksi, nano gadolinyum oksit ve ağırlıkça %1 katkılı nano gadolinyum oksit- epoksi kompozitin ATR-FTIR spektrumları verilmiştir. Nano gadolinyum oksitin (Gd_2O_3) 538 cm^{-1} de gözlenen şiddetli infrared bandı Gd-O gerilme titreşimi olarak tanımlanmaktadır (Tamrakar ve ark., 2014).



Şekil 4.11. Kürlenmiş Epoksi, nano gadolinyum oksit ve nano gadolinyum oksit (Ağırlıkça %1) katkılı epoksi kompozitin ATR-FTIR spektrumları

Şekil 4.12’de kürlenmiş epoksi, GNP (Ağırlıkça %0,5), Gd₂O₃ (Ağırlıkça %1) ve silika jel (Ağırlıkça %5, %10 ve %15) katkılı epoksi kompozitlerin ATR-FTIR spektrumları verilmiştir.



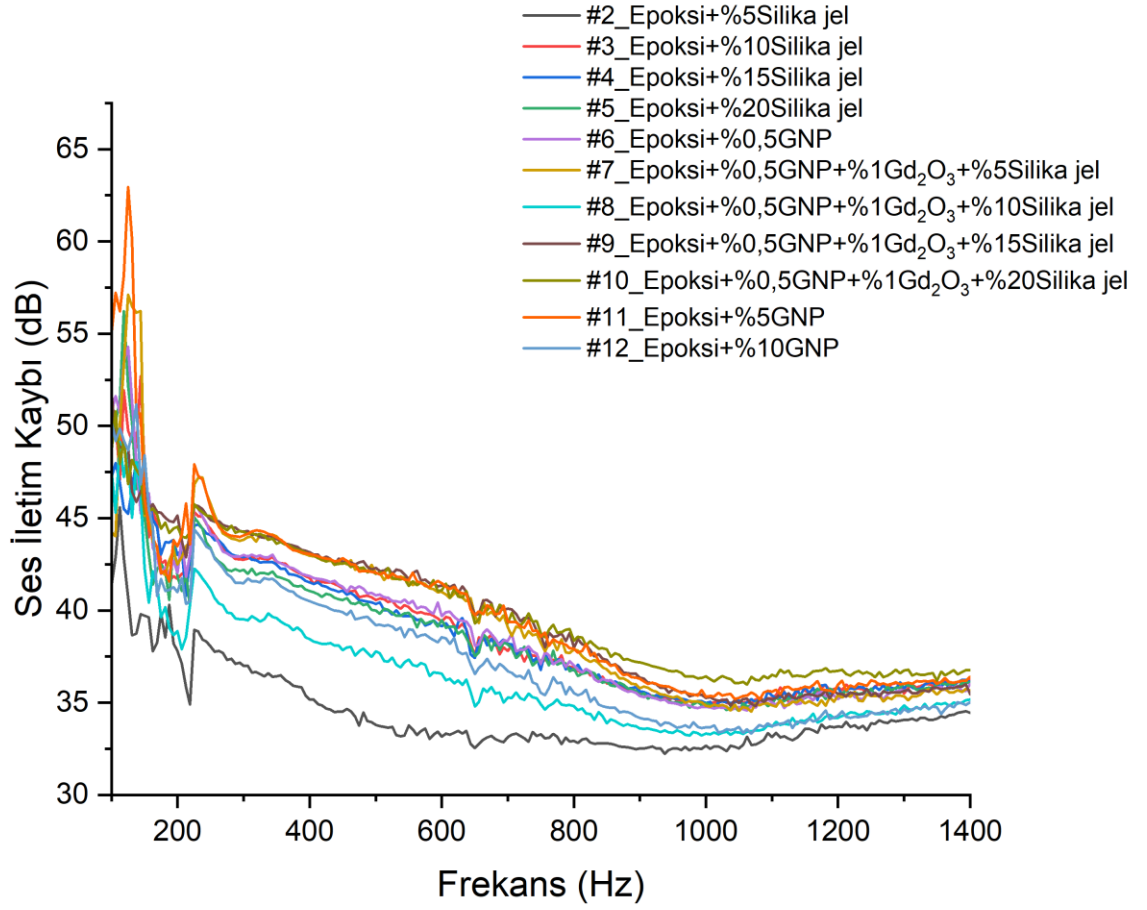
Şekil 4.12. Kürlenmiş epoksi, GNP (Ağırlıkça %0,5) –Gd₂O₃ (Ağırlıkça %1) epoksi kompozitleri ve GNP+ Gd₂O₃ + silika jel (Ağırlıkça %5, %10 ve %15) katkılı epoksi kompozitlerin ATR-FTIR spektrumları

Şekil 4.12’den görüldüğü gibi kürlenmiş epoksi ve GNP-Gd₂O₃-silika jel epoksi kompozitlerin spektrumları birbirine çok benzer olup, dolgu maddelerinin kimyasal bir bağlanma oluşturmadığı, matris olarak kullanılan epoksi reçinenin ise her seferde sorunsuzca kürlenmiş olduğu sonucuna varılmıştır.

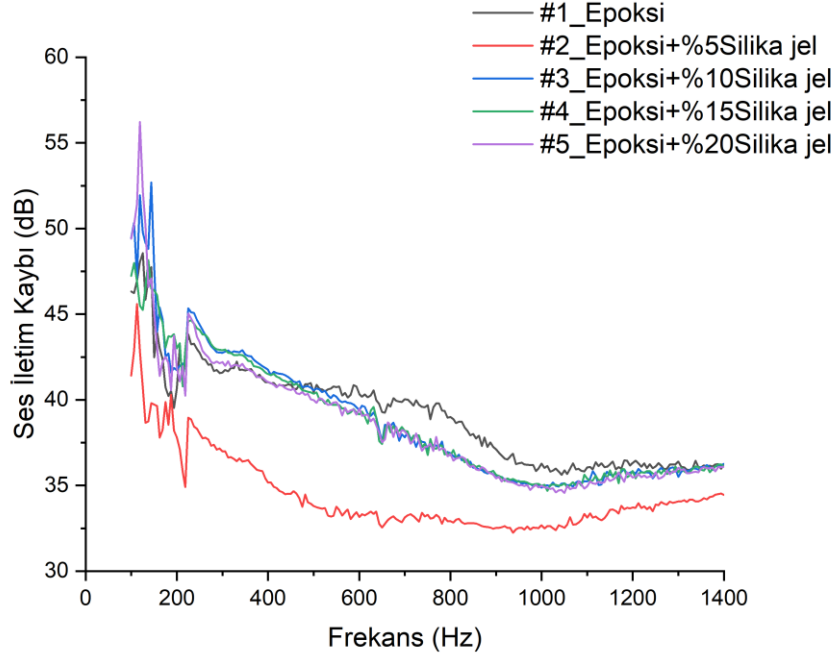
4.3. Ses İletim Kaybı Ölçümlerinin Değerlendirilmesi

Akustik ölçüm için hazırlanan 12 örneğin (Çizelge 3.3) 100-1400 Hz (10 cm çaplı örnekler) düşük frekans aralığında ve 800-6000 Hz (2,8 cm çaplı örnekler) olmak üzere iki kısımda ölçüm alınmıştır. Her örnek için ölçüm 10 kere tekrarlanmış ve ortalaması alınmıştır.

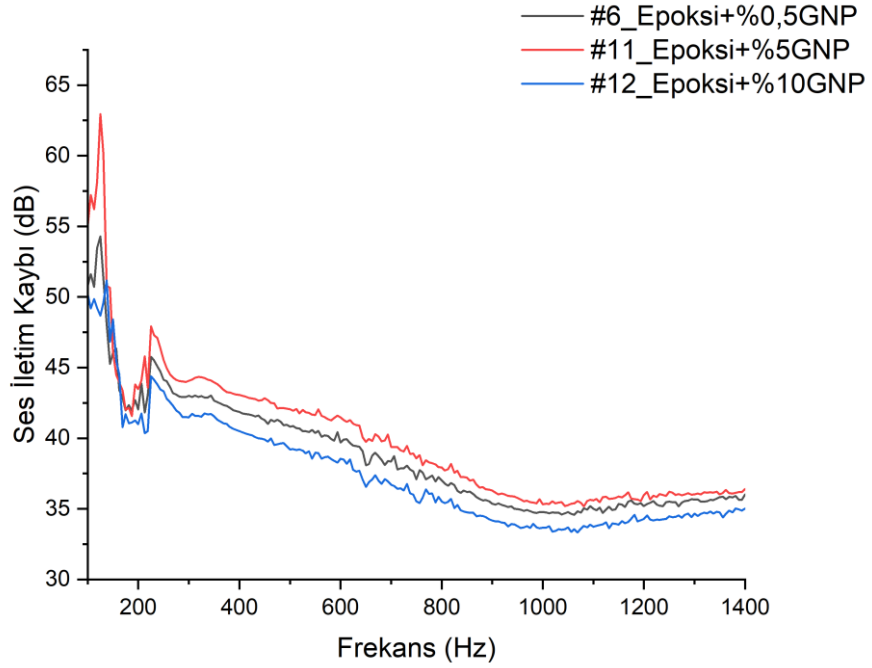
Şekil 4.13, Şekil 4.14, Şekil 4.15 ve Şekil 4.16’da düşük frekans bandında tüm örneklerin ve gruplandırılmış örneklerin ses iletim kaybının frekansa bağlı grafikleri gösterilmektedir.



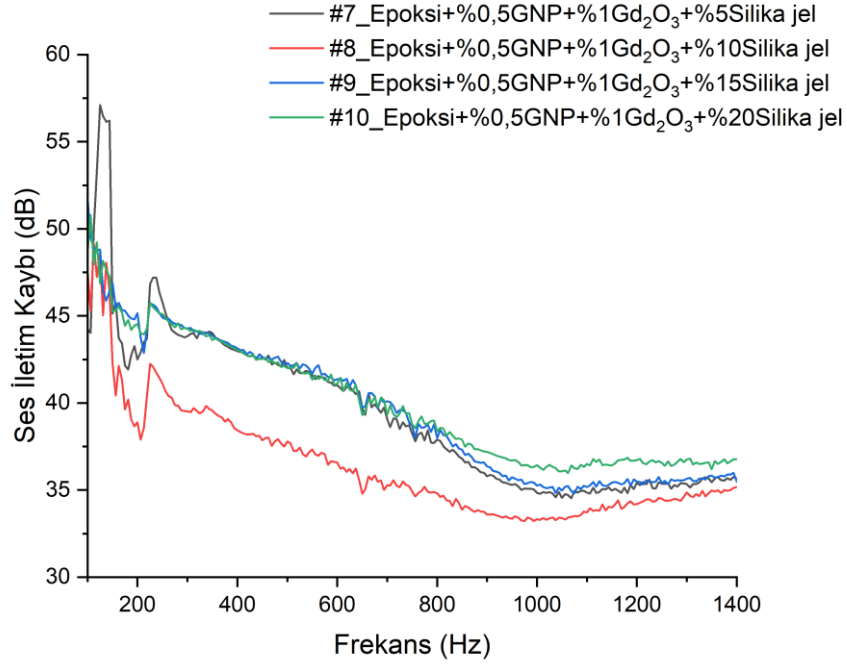
Şekil 4.13. Tüm örneklerde düşük frekans aralığında ses iletim kaybının frekansa bağlı değişimi



Şekil 4.14. Epoksi-Silika jel grubu düşük frekans aralığında ses iletim kaybının frekansa bağlı değişimi



Şekil 4.15. GNP grubu düşük frekans aralığında ses iletim kaybının frekansa bağlı değişimi

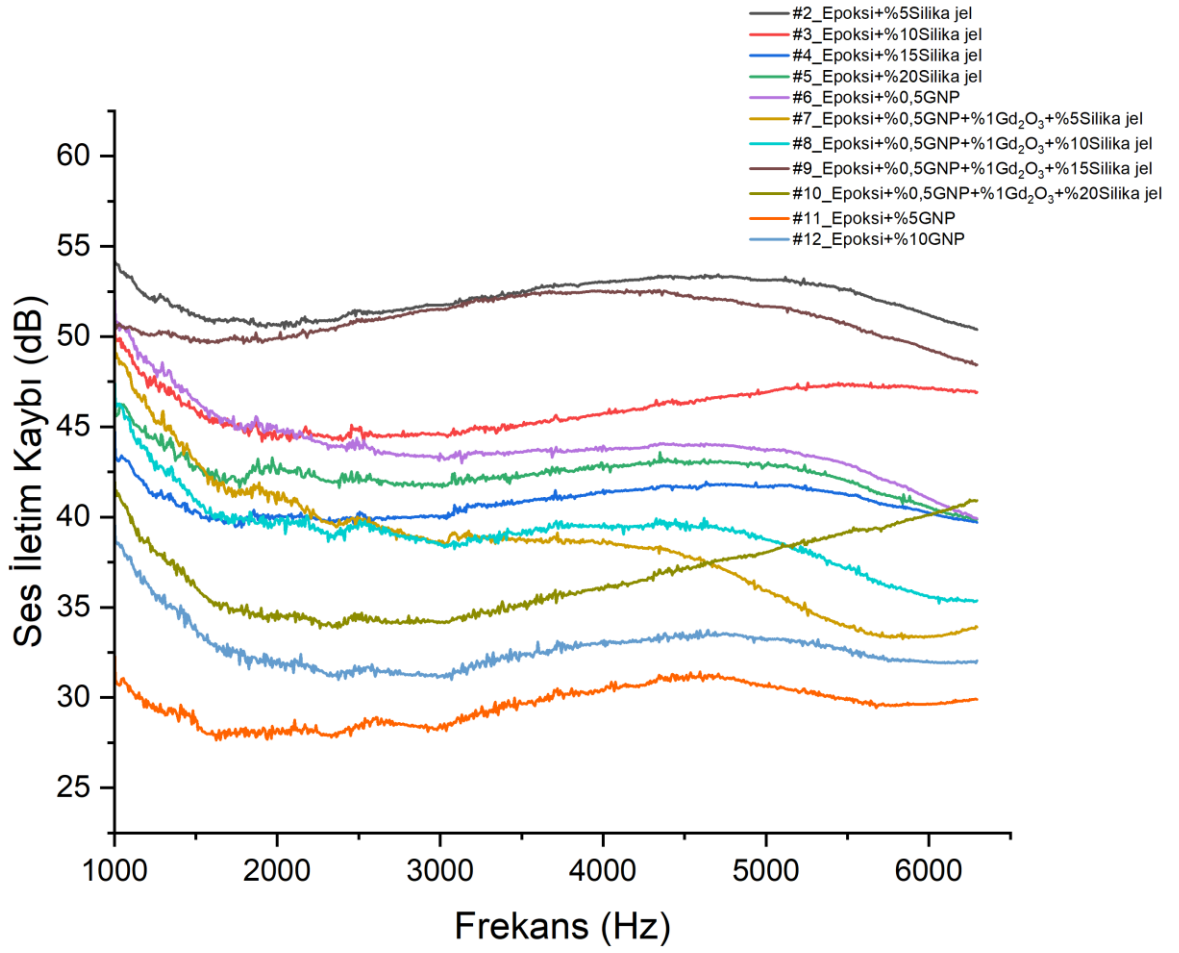


Şekil 4.16. GNP- Gd_2O_3 -Silika jel grubu düşük frekans aralığında ses iletim kaybının frekansa bağlı değişimi

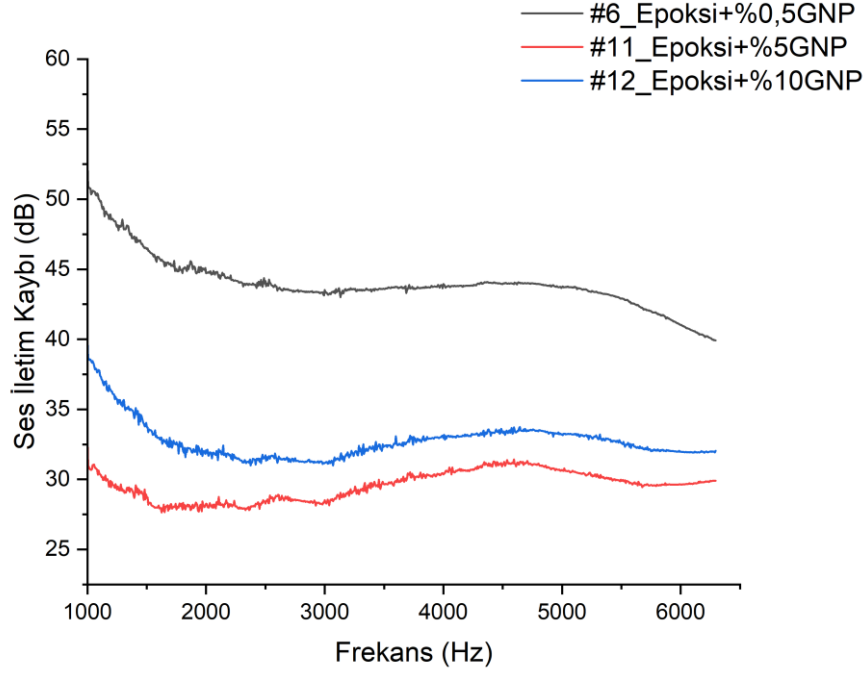
Ses iletim kaybının frekansa (100-1400 Hz) bağlı değişim grafikleri incelendiğinde;

- Tüm örneklerde frekans arttıkça ses iletim kaybı değerinin azaldığı,
- Epoksiye %10, %15 ve %20 oranında katkılanan silika jelin, %5 katkılamaya göre ses iletim kaybı değerini yaklaşık %28 oranında arttırdığı,
- Epoksiye silika jel ile birlikte %0,5 GNP ve %1 Gd_2O_3 katkılanmasının ise yaklaşık 100-500 Hz aralığında belirgin biçimde ses iletim kaybı değerini arttırdığı,
- Epoksiye %5 oranında GNP katkılanmasının yine 100-500 Hz aralığında ses iletim kaybı değerini arttırdığı ancak %10 GNP katkısının anlamlı bir değişim göstermediği gözlenmiştir.

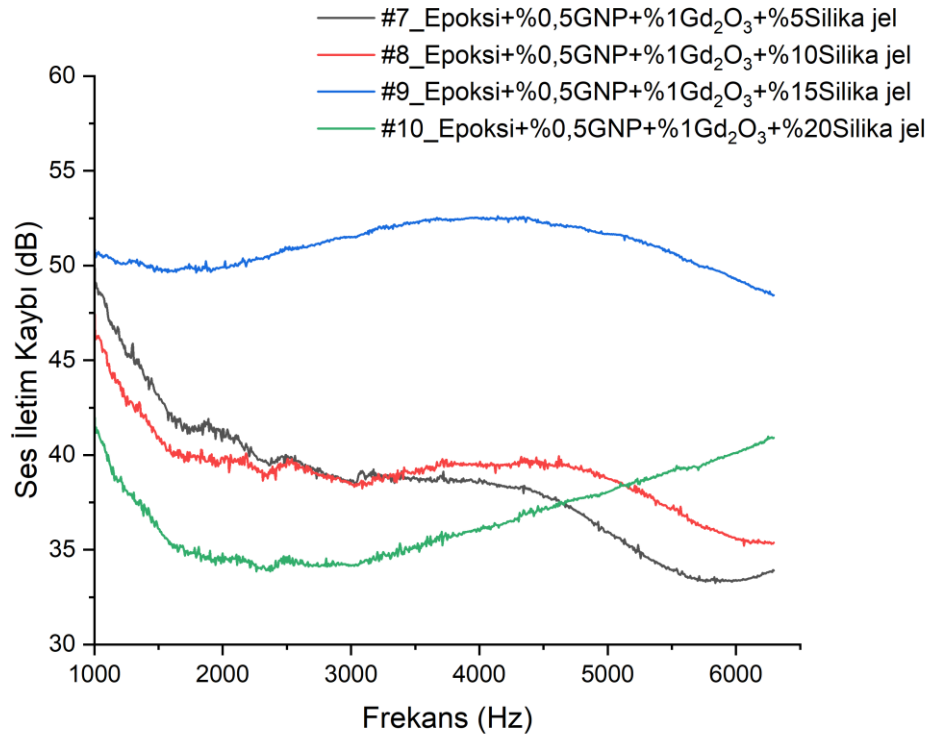
Şekil 4.17, Şekil 4.18 ve Şekil 4.19'da yüksek frekans bandında örneklerin ses iletim kaybının frekansa bağlı değişim grafikleri gösterilmektedir. Grafiklerde 800-1000Hz arasında gürültü olduğundan bu aralık verilmemiştir.



Şekil 4.18. Epoksi-Silika jel grubu yüksek frekans aralığında ses iletim kaybının frekansa bağlı değişimi



Şekil 4.19. Epoksi-GNP grubu yüksek frekans aralığında ses iletim kaybının frekansa bağlı değişimi



Şekil 4.20. GNP- Gd₂O₃ -Silika jel grubu yüksek frekans aralığında ses iletim kaybının frekansa bağlı değişimi

Ses iletim kaybının frekansa (1000-6000 Hz) bağılı deęişim grafikleri incelendiğinde;

- Yüksek frekans aralığında tüm örneklerin frekans arttıkça ses iletim kaybı deęerinin büyük oranda sabit olduđu,
- Epoksi-silika jel örneklerinde katkılama oranı arttıkça ses iletim kaybı deęerinin azaldığı,
- Epoksiye %5 ve %10 oranında GNP katkılanan örneklerin diđerlerine oranla daha düşük ses iletim kaybı deęerine sahip olduđu görülmüştür.

Ses iletim kaybı (TL), yalıtım için kullanılan malzemelerin kütle, yüzey ve hacımsal yoğunluğu, gözenekli yapıya, esneklik ve kalınlık deęerlerine bağılıdır. Yani malzeme ne kadar ağır ve kalın ise o kadar çok ses iletim kaybı beklenmektedir.

Yüzeyde yoğunluğun fazla olması ise ses dalgasının yansımaya neden olacaktır. Kütlenin artması ile ses dalgasının madde içinden geçerken enerjisini aktararak titreşim yaptırması zor olacaktır.

Üretilen örnekler sabit kalınlıkta olduğundan (5 mm), kalınlık etkisi yerine farklı dolgu malzemeleriyle farklı oranlarda katkılanma ile elde edilen kompozit malzemelerle ölçümler elde edilmiştir.

Literatürde epoksi-GNP-silika jel ve Gd₂O içeren nanokompozitlere ilişkin ses iletim kaybı ölçümleri verisi bulunmamıştır. Ancak grafen tabanlı meta yapı kullanılarak 200-1400 Hz aralığında yapılan ses iletim kaybı ölçümü yapılan çalışmada ses iletim kaybı deęerinin 200 Hz'de 40 dB'den 700 Hz'de 10 dB'le düştüğü ve 1400 Hz'de 40 dB civarına çıktığı görülmüştür (Li ve ark., 2019b). Bir diđer çalışmada saf poliüretana ağırlıkça % 0,2-1 oranında silika katkılanmasıyla ses iletim kaybı deęerinin 0-6000 Hz aralığında 10-20 dB'den 30-40 dB civarına çıktığı gösterilmiştir (Yıldırım ve ark., 2018). ABS malzemesine hacimce farklı oranlarda CNT katkılanmasıyla 3400 Hz'de %15 CNT katkılama oranında ses iletim kaybı deęerinin 20 dB'den 24 dB'ye arttığı bildirilmiştir (Lee ve ark., 2008).

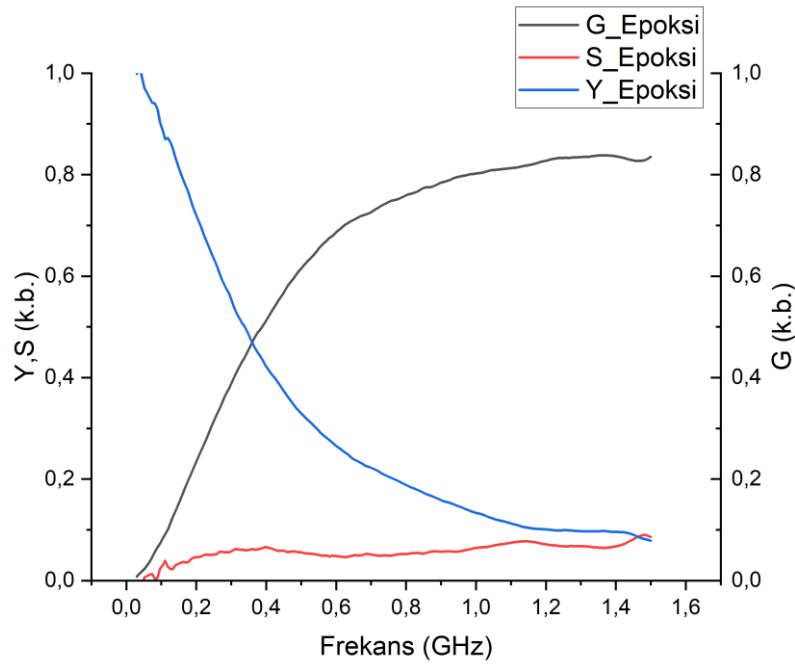
Bir başka çalışmada, %3 CNP ve %3 GNP katkılı alüminyum köpük kompozitlerde alüminyum köpüğe göre ses iletim kaybı CNT için 20 dB, GNP için 7 dB olduğu belirtilmiştir (Bahreini ve ark., 2021).

Tez çalışmamızda hazırlanan örneklerin düşük frekanslarda 35-45 dB, yüksek frekanslarda ise 35-55 dB'lik ses iletim kaybı deęerlerine sahip olması, literatürde verilen bulgulara

oranla bu malzemelerin daha iyi yalıtım yaptığı anlaşılmaktadır. Yüksek TL değerleri özellikle havacılık alanında önemli olduğundan, bu alan ve diğer kullanım alanları için faydalı olacağı düşünülmüş, mekanik dayanıklılık ve termal iletim ölçümlerinin de yapılması planlanmıştır.

4.4. Elektromanyetik Kalkanlama Ölçümlerinin Değerlendirilmesi

30 MHz-1,5 GHz frekans aralığında kalkanlama etkinliği ölçümleri için hazırlanan (Çizelge 3.4) örnekler ile alınan ölçümler sonucunda maalesef kalkanlama etkinliği gözlenememiştir. Bir örnek olması açısından Şekil 4.21’de epoksi için yansıma (Y), soğurma (S) ve geçirme (G) grafiği verilmiştir.

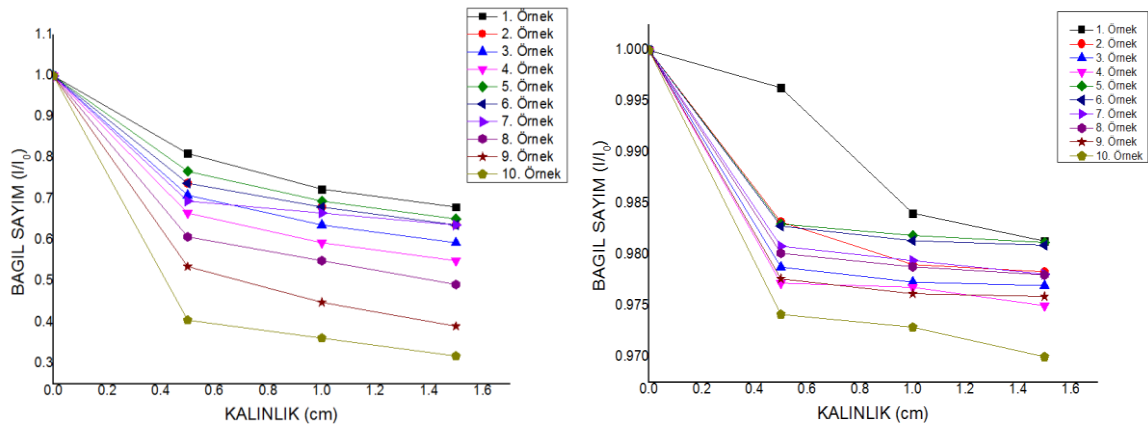


Şekil 4.21. Saf epoksi için EM kalkanlama ölçümleri (30 MHz-1,5 GHz) Yansıma (Y), Soğurma (S) ve Geçirme (G) grafiği

Düşük frekanslarda GNP (%0,5) ve Gd_2O_3 (%1) katkılama oranlarının düşük olmasından kaynaklandığı düşünülmüştür. Aslında seçilen ağırlıkça yüzde değerleri (grafen, GNP için) literatürlerde mekaniksel, termal ve elektriksel iletkenlik ölçümleri için uygun olduğundan seçilmiştir. Ancak kullandığımız epoksinin ana kimyasal temelleri aynı olsada farklılıkları olabileceğini de göz önüne almak gerekir.

Bu nedenle düşük frekans EMI kalkanlama için hazırlanan örneklerle, bitirme çalışması kapsamında, Geiger-Müller tüpü ve Sintilasyon dedektörü (Phywe) ile ^{60}Co kaynağı kullanılarak 3 farklı kalınlıkta gama radyasyon kalkanlama ölçümleri ve lineer soğurma katsayıları hesaplanmıştır. Örneklerin gama kalkanlama için kullanılmasının uygun olduğu sonucuna varılmıştır.

Çizelge 3.4'te açık isimlendirilmesi verilen 10 örnek için bağlı sayım değerlerinin örnek kalınlığı ile değişim grafiği Şekil 4.22' de verilmiştir.



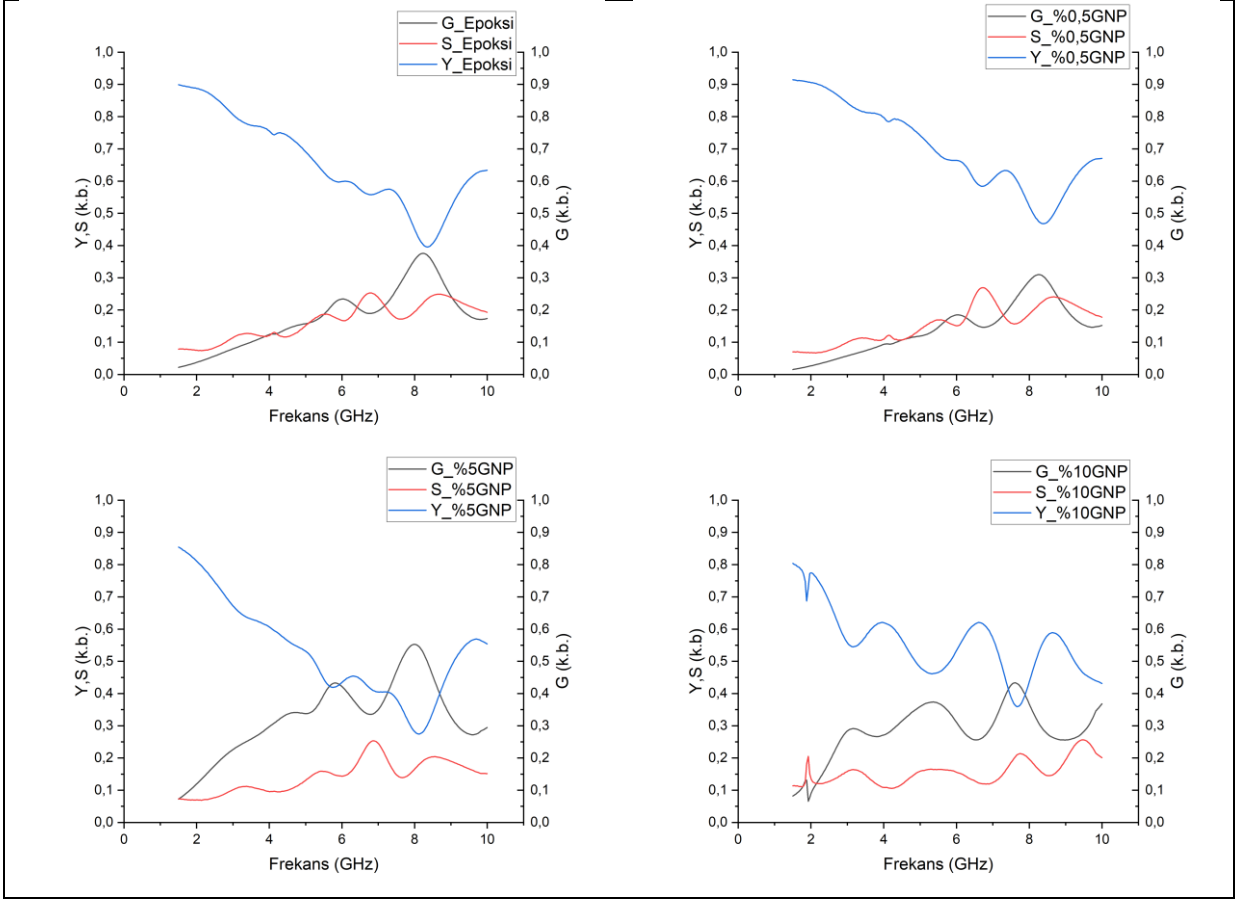
Şekil 4.22. GNP, Silika jel ve Gd_2O_3 katkılı epoksi kompozit örneklerini kalınlığa bağlı bağlı sayım değerleri sol (GM Sayacı- ^{60}Co), sağ (Sintilasyon Dedektörü- ^{60}Co)

Düşük frekans ölçümleri için sonuçların olumlu olmaması nedeniyle yüksek frekans ölçümleri için yeniden hazırlanan örneklerde GNP ve Gd_2O_3 ağırlıkça yüzde değerleri tekrar araştırmalar yapılarak artırılmıştır (Liang 2009, Liang 2019).

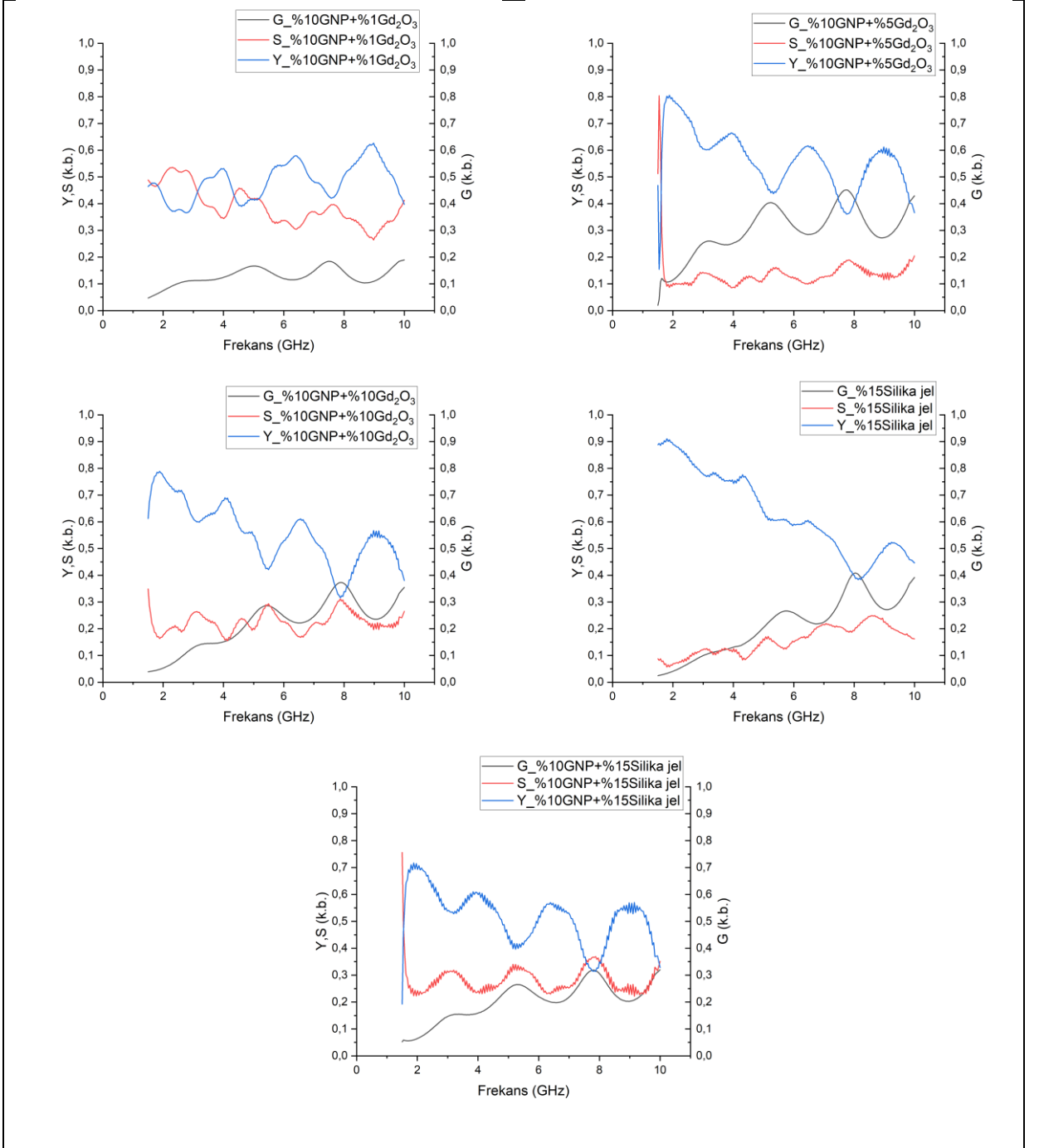
1,5-10 GHz frekans aralığı için gerçekleştirilen kalkanlama etkinliği testi sonucunda elde edilen yansıma, soğurma ve geçirme değerlerinin frekansa bağlı değişim grafikleri

Şekil 4.23 ve

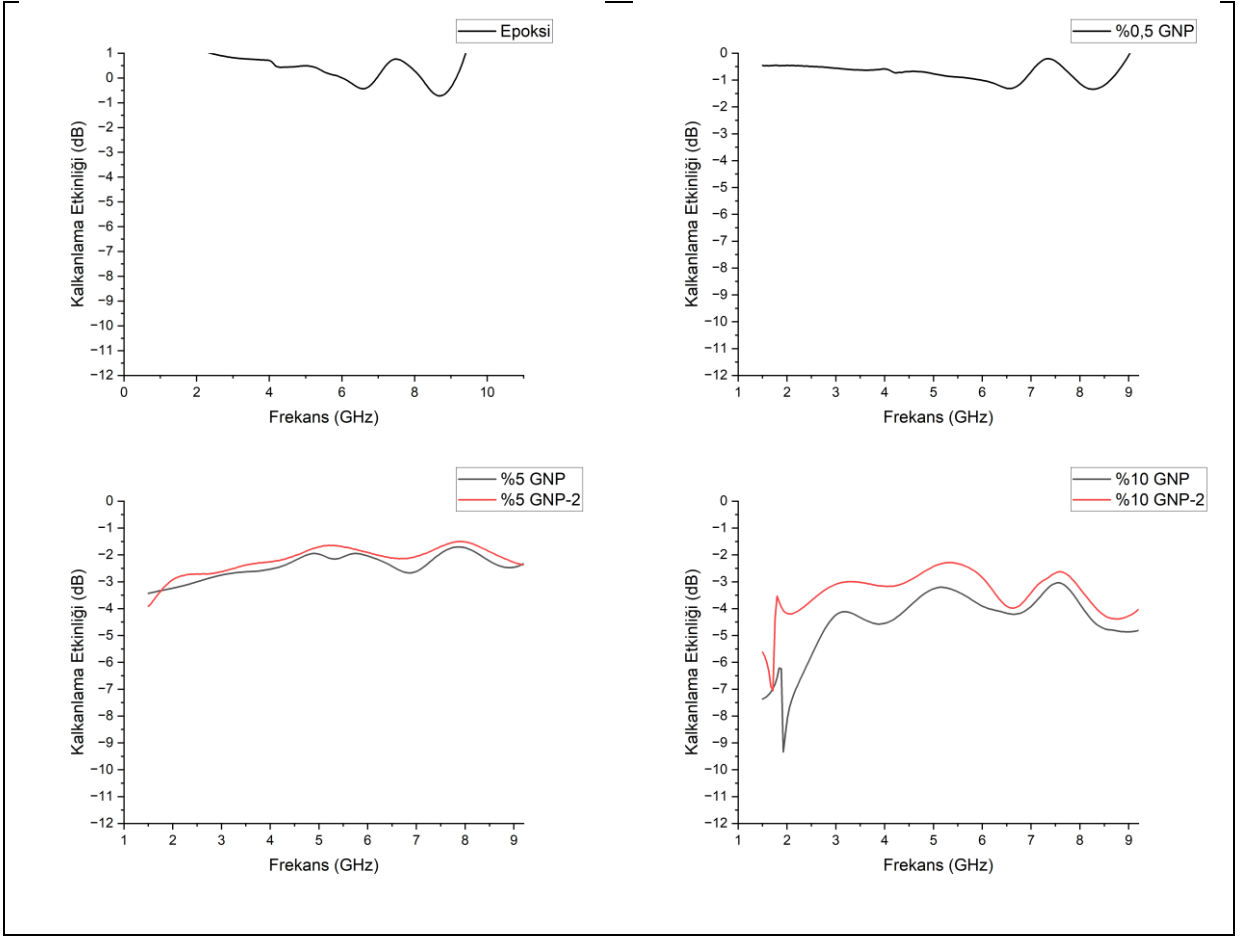
Şekil 4.24'te yer almaktadır.



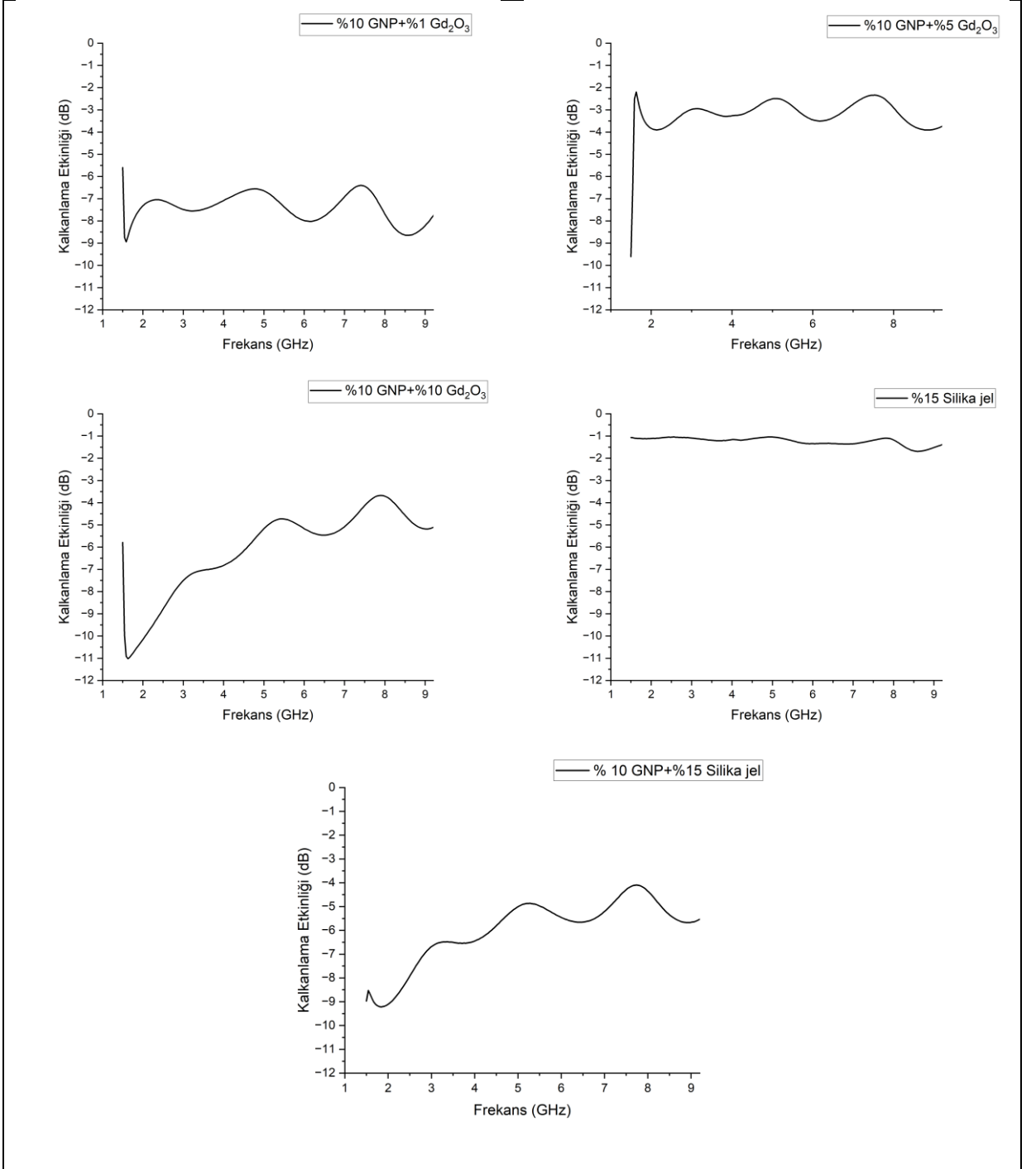
Şekil 4.23. Epoksi, %0,5, %5 ve %10 GNP katkıli epoksi kompozitlerin, elektromanyetik kalkanlama Yansıma (Y), Soğurma (S) ve Geçirme (G) değerlerinin frekansa göre değişim grafikleri (1,5-10 GHz).



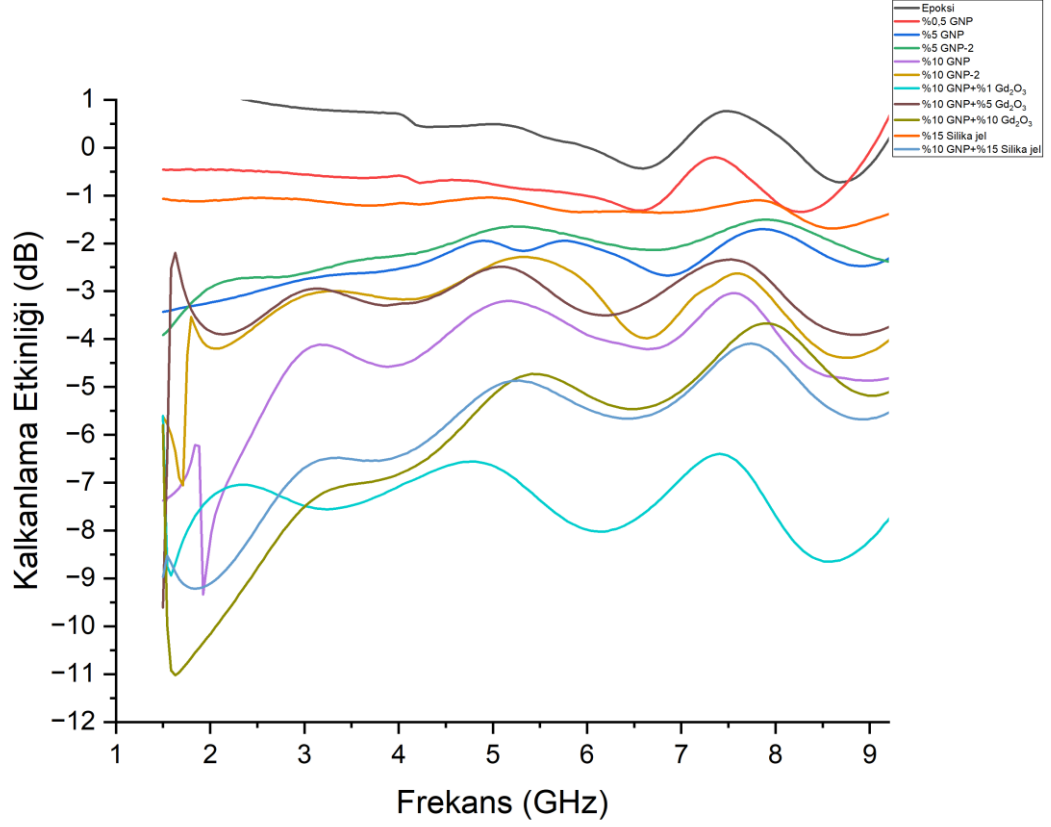
Şekil 4.24. % 10 GNP + (% 1, % 5 ve % 10) Gd₂O₃, % 15 silika jel, % 10 GNP+ % 15 silika jel katkıli epoksi kompozitlerin, elektromanyetik kalkanlama, Yansıma (Y), Soğurma (S) ve Geçirme (G) değerlerinin frekansa göre değişim grafikleri (1,5-10 GHz).



Şekil 4.25. Epoksi, % 0,5, %5 ve %10 GNP katkılı epoksi nano kompozitlerin, kalkanlama etkinliği değerlerinin frekansa göre değişim grafikleri (1,5-10 GHz).



Şekil 4.26. % 10 GNP+(% 1, % 5, % 10) Gd₂O₃, % 15 Silika jel, % 10 GNP+% 15 Silika jel katkılı epoksi nanokompozitlerin kalkanlama etkinliği değerlerinin frekansa göre değişim grafikleri (1,5-10 GHz).



Şekil 4.27. Tüm örneklerin 1,5-10 GHz frekans aralığında EM kalkanlama etkinliğinin frekansa bağlı grafiği (1,5-10 GHz).

- Şekil 4.25 - 4.27'den anlaşılacağı gibi, epoksinin hem 30 MHz-1,5 GHz, hem de 1,5-10 GHz ölçümlerinde elektromanyetik kalkanlama etkinliği görülememiştir.
- %0,5 GNP katkılı örnekte belli bir miktar kalkanlama etkinliği görülmüştür. Yansıma miktarının arttığı ve geçirme miktarının azaldığı görülmektedir.
- Kalkanlama etkinliği, GNP miktarının artmasıyla birlikte artmaktadır. Kalkanlama etkinliğinde yansıma özelliği baskın şekilde oluşmaktadır. Test sisteminin standart kullanımında yüksek kalkanlama gösteren malzemelerde yansıma değerinin daha doğru okunmasına imkân sağlayan zayıflatıcı aparatı kullanılmaktadır. Bu aparatın kullanılıp kullanılmadığı durumlar arasındaki farkı görmek amacıyla %5 GNP katkılı örneğin iki farklı ölçümü verilmiştir (
- Şekil 4.25) (GNP-1 zayıflatıcı yok, GNP-2 zayıflatıcı var). Beklenen yüksek kalkanlama örneklerimizde görülmediği için zayıflatıcı aparatın kullanılıp kullanılmaması arasında bir fark olmadığı ve benzer sonuçların alındığı hem yansıma, soğurma, geçirme hem de kalkanlama etkinliği grafiklerinde görülmektedir

- GNP katkılama oranı %10 örneğinde kalkanlama etkinliği artmaktadır. Soğurma miktarında değişim gözlenmemiştir.
- %10 GNP ile birlikte %1 Gd₂O₃ katkılanması sonucunda yansıma miktarı değişmemiş, soğurma miktarı artmıştır. Bu durumda Gd₂O₃ katkılanmasının soğurma baskın bir özellik gösterdiği görülmektedir. Soğurma miktarının artmasıyla kalkanlama etkinliği belirli oranda artmış ve frekans aralığında daha düzgün bir yansıma-soğurma ve kalkanlama etkinliği karakteristiği elde edilmiştir.
- %10 GNP ve %5 Gd₂O₃ katkılanmasıyla birlikte kalkanlama etkinliğinin artması beklenmektedir. Ancak örnek özelinde epoksi içinde homojen dağılmayan nano dolguların kalkanlamayı etkilediği değerlendirilmektedir. Bu örnekte %1 Gd₂O₃ katkılı örneğe göre soğurma miktarının düştüğü dolayısıyla kalkanlama etkinliğinin azaldığı görülmektedir.
- %10 GNP ve %10 Gd₂O₃ katkılı olduğunda yine yansıma miktarının %10 GNP katkılı diğer örneklerle göre değişmediği, %10 GNP ve %1 Gd₂O₃ katkılı örneğe kıyasla soğurmanın düştüğü belirlenmiştir. Bununla birlikte frekans aralığında genel kalkanlama etkinliğinin de düştüğü gözlenmiştir.
- Silika jelin etkisinin olup olmadığını anlamak için seçilen %10 GNP + %15 silika jel katkılanmasıyla yalnızca %10 GNP katkılı örneğe göre soğurma miktarında ve kalkanlama etkinliğinde artma görülmüştür. Yine burada GNP ile silika jel katkılamasının, GNP'nin epoksi içinde homojen dağılımına olumlu etki etmesi sonucunda soğurma ve kalkanlama etkisini arttırdığı ve frekans aralığında daha düzgün bir soğurma karakteristiği gösterdiği görülmektedir.
- Örnekler, en yüksek kalkanlama değerine çoğunlukla yaklaşık 1,6 GHz frekansında, ikinci olarak 8,5 GHz bandında erişmiştir.
- En yüksek kalkanlama değeri, %10 GNP + %10 Gd₂O₃ katkılama oranında 1,62 GHz'de -11 dB olarak ölçülmüştür.
- %10 GNP + %1 Gd₂O₃ katkılama oranında 8,5 GHz civarında kalkanlama değeri yaklaşık -8,5 dB ölçülmüştür.
- Gd₂O₃ katkılama oranının artmasının kalkanlama etkinliğini önemli ölçüde arttırmadığı belirlenmiştir.

Grafen-epoksi tabanlı yapılan bir çalışmada 8-12 GHz frekans aralığında % 0,5 grafen katkısında yaklaşık 2 dB olan kalkanlama etkinliği katkılama oranı %15'e çıkartıldığında yaklaşık 21 dB'e çıkmıştır (Liang ve ark., 2009)

GNP yanal boyutunun etkisinin araştırıldığı polyester matrisli GNP katkılı nanokompozitlerde (örnek kalınlığı 3 mm) ise 8-12 GHz frekans aralığında %5 GNP katkılama oranında yaklaşık 6 dB olan kalkanlama etkinliğinin %25 katkılama oranında yaklaşık 23 dB'e çıktığı gösterilmiştir (Madinehei ve ark., 2021a)

GNP-epoksi nanokompozitlerin (örnek kalınlığı 3 mm) 8-20 GHz aralığında dielektrik ve mikrodalga zayıflatma özelliklerinin araştırıldığı bir başka çalışmada ise %5 GNP katkılamada yaklaşık 5 dB olan yansıma kaybı, %15 GNP katkılı olduğunda 19 GHz'de 14 dB'e çıkarılmıştır (Wang ve ark., 2014).

Abdelal ve arkadaşlarının (2022a) yaptığı GNP-epoksi nanokompozitlerin farklı yüzey alanlarında 8-12 GHz frekans aralığında elektromanyetik kalkanlama etkinliğine yönelik çalışmada (örnek kalınlığı 2 mm):

- 300 m²/g yüzey alanına sahip GNP'lerde %1 katkılama oranında 1,5 dB olan kalkanlama etkinliği %11'de 4,5 dB'e,
- 500 m²/g yüzey alanına sahip GNP'lerde %1 katkılama oranında yaklaşık 2 dB olan kalkanlama etkinliği %11'de 5 dB'e,
- 750 m²/g yüzey alanına sahip GNP'lerde %1 katkılama oranında yaklaşık 2 dB olan kalkanlama etkinliği %11'de yaklaşık 6 dB'e, ve %17 GNP katkı oranında ise maksimum 8 dB'e çıkarılmıştır.

Bu tez çalışmasında kullanılan GNP örneğin üretici tarafından beyan edilen yüzey alanı 135 m²/g 'dir. Özet olarak; elektromanyetik kalkanlama etkinliği sonuçlarına göre hazırladığımız 1,5 mm örnek kalınlığı için; %0,5 GNP katkılama oranında 1,5 dB olan kalkanlama etkinliği ortalama %5 GNP ile 3 dB'e, %10 GNP ile 5 dB'e yükselmiştir.

Elektromanyetik kalkanlama etkinlik değerinin Gd₂O₃ nanotozunun katkılanmasıyla 10 dB'e kadar arttırıldığı görülmüştür. Yaklaşık 1,5 GHz'de kalkanlama etkinliği en yüksek değerine ulaşmıştır. Bu frekansta kalkanlama etkinliği %5 GNP katkılama oranında yaklaşık 3 dB iken %10'da 8 dB'e, %10 GNP ve %10 Gd₂O₃ katkılamada ise maksimum değerine ulaşarak

11 dB'e artmıştır (1,62 GHz'de). Bu sonuçlar, literatürde yapılan benzer çalışmalarla uyumlu olduğu görülmektedir (Çizelge 4.2).

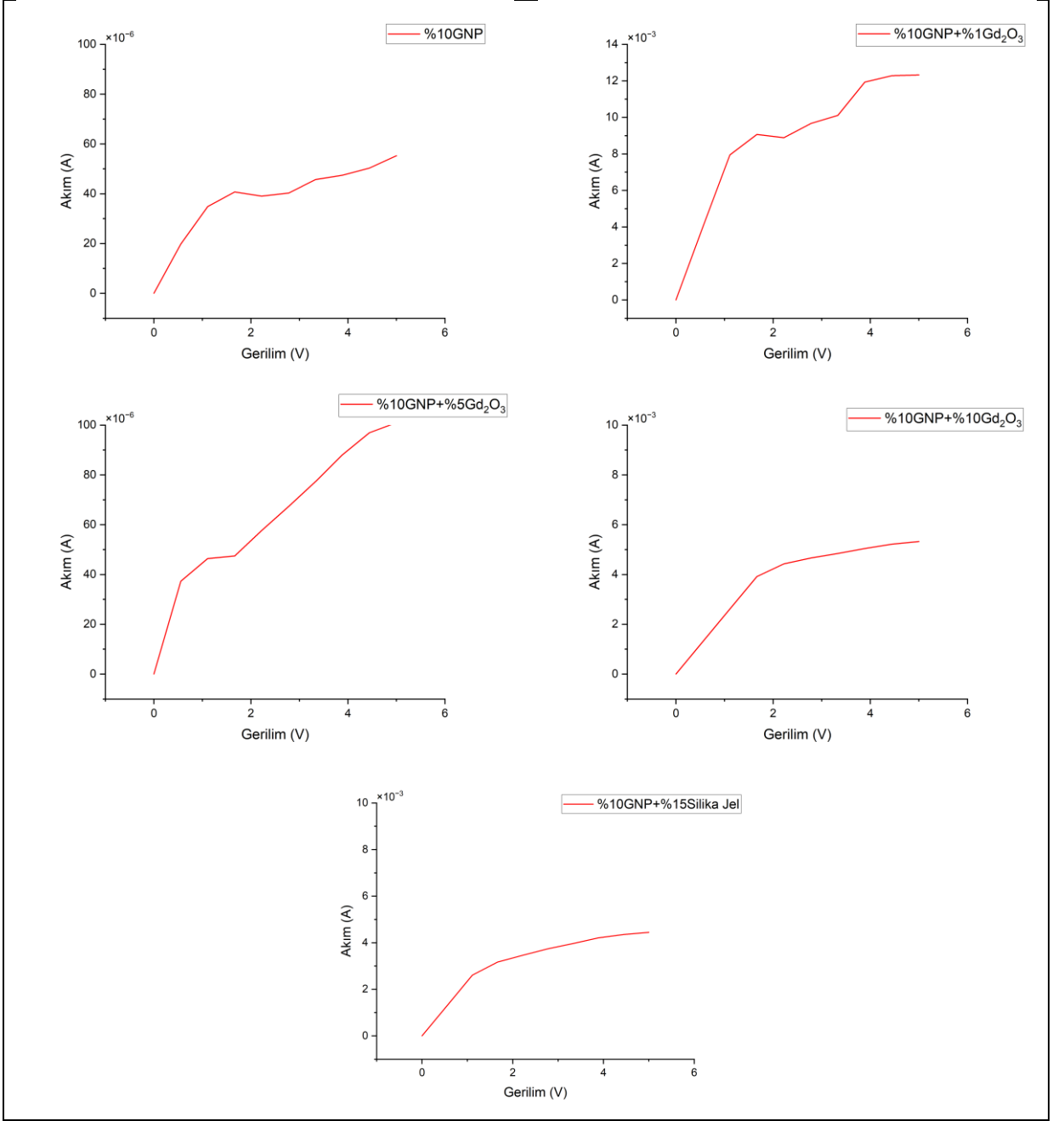
Çizelge 4.2. Karbon esaslı kompozitlerin elektromanyetik kalkanlama etkinliğinin karşılaştırılması

Malzeme	Katkılama Oranı	Kalkanlama Etkinliği	Malzeme Kalınlığı	Frekans Aralığı	Referans
CNT-Epoksi	%15	18 dB	2 mm	8-12 GHz	(Huang ve ark. 2007)
Grafen Nanotabaka-Poliüratan	%7,7	32 dB	2 mm	8-12 GHz	(Hsiao ve ark. 2013)
Grafen-Epoksi	%15	21 dB	2,5 mm	8-12 GHz	(Liang ve ark. 2009a)
Grafen-Epoksi	%2,5	27 dB	2 mm	8-12 GHz	(Santhosi ve ark., 2020).
GO-GNP-Epoksi	%0,1 GO - %20,4 GNP	51 dB	2,5 mm	8-12 GHz	(Liang ve ark. 2019)
Karbon Elyaf-Demir-Epoksi	%4 Demir (Hacimce)	45 dB	2,2 mm	8-12 GHz	(Jalali ve ark., 2011).
GNP-Epoksi	%25	23 dB	3 mm	8-12 GHz	Madinehei ve ark. 2021a)
GNP-Epoksi	%15	14 dB	3 mm	8-20 GHz	(Wang ve ark., 2014).
GNP-Epoksi	%17	8 dB	2 mm	8-12 GHz	(Abdelal ve ark.(2022a)
GNP- Gd ₂ O ₃ - Epoksi	%10 GNP- %10 Gd ₂ O ₃	11 dB	1,5 mm	1,5-10 GHz	Bu tez çalışması

4.5 İletkenlik Ölçümlerinin Değerlendirilmesi

1,5-10 GHz arası kalkanlama etkinliği ölçümü için hazırlanan örneklerin, 4 nokta prob yöntemi ile direnç değerleri okunmuştur. Alınan ölçümler sonucunda 9 örneğin epoksi yüzünden yüksek ($G\Omega$ ve üstü mertebesinde) direnç değerlerine sahip olduğu bulunmuştur.

Örneklerin akım (I)-gerilim farkı (V) ölçümleri ile çizilen I-V grafikleri 4.28'de verilmiştir.



Şekil 4.28. %10 GNP, %10 GNP +(%1, %5, %10) Gd₂O₃ ve %10 GNP+%15 silika jel katkıli epoksi kompozitlerin Akım-Gerilim grafikleri

Her bir örnek için iki kenar ve ortasından olmak üzere üçer ölçüm alınmıştır. Grafiklerde yalnızca ortadan alınan ölçüm sonuçları verilmiştir.

Akım-Gerilim ölçümlerinden yola çıkılarak her bir örnek için öziletkenlik değeri hesaplanmıştır. 4 prob yöntemi ile ölçülen örnekler için, örnek boyutunun problar arası mesafeden ($s \sim 1$ mm) çok büyük olduğu durumda ve problar arası mesafenin örnek kalınlığı

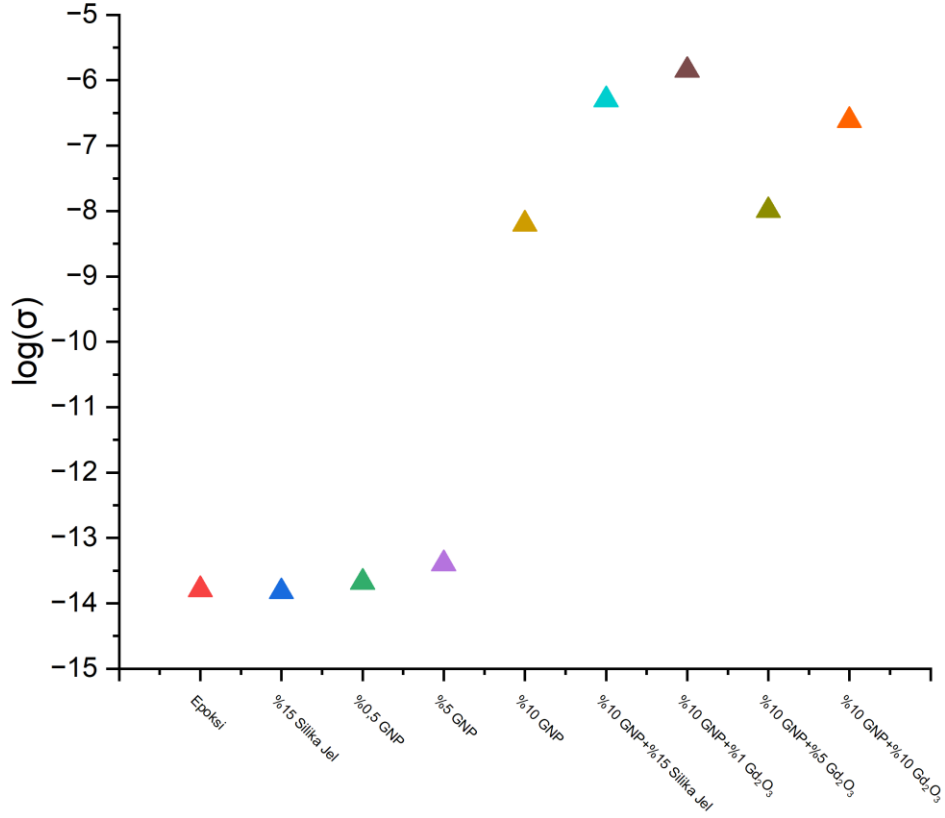
(d=1,5 mm) mertebesinde olması durumunda ($d \gg s$ değil ise) iletkenlik hesabı aşağıdaki şekilde hesaplanabilir (Bahk ve ark., 2013).

$$\sigma = \frac{\ln 2 I}{\pi d V} \quad 4.1$$

Bu formüle göre hesaplanan ortalama öziletkenlik değerleri Çizelge 4.3'te verilmiştir.

Çizelge 4.3 Elektromanyetik kalkanlama etkinliği ölçülen kompozitlerin öziletkenlik değerleri

Örnek	Epoksi	% 15 Silika jel	% 0,5 GNP	% 5 GNP	% 10 GNP	% 10 GNP+% 15 Silika jel	% 10 GNP+% 1Gd ₂ O ₃	% 10 GNP+% 5Gd ₂ O ₃	% 10 GNP+% 10Gd ₂ O ₃
σ (S/m)	$1,6 \times 10^{-14}$	$1,5 \times 10^{-14}$	$2,1 \times 10^{-14}$	$4,0 \times 10^{-14}$	$6,3 \times 10^{-9}$	$5,0 \times 10^{-7}$	$1,4 \times 10^{-6}$	$1,0 \times 10^{-8}$	$2,4 \times 10^{-7}$



Şekil 4.29. Epoksi kompozitlerin öziletkenliğinin farklı katkı maddesi ve ağırlıkça katkı yüzdelere göre değişimi

Grafikler incelendiğinde;

- Epoksi, % 15 Si, %0,5 GNP ve %5 GNP katkılı örneklerin direnç değerlerinin yaklaşık $G\Omega$ mertebesinde,
- %10 GNP ve %10 GNP+%5 Gd₂O₃ nano toz katkılı örnekler için direnç değerinin $k\Omega$ mertebesinde,
- %10 GNP+%1 Gd₂O₃, %10 GNP+%10 Gd₂O₃ ve %10 GNP+%15 Si katkılı örneklerin direnç değerinin Ω mertebesinde olduğu gözlenmiştir.
- GNP katkılama oranı arttıkça direnç değeri azalarak iletkenlik artmıştır. GNP ile birlikte Gd₂O₃ katkılanmasının direnci daha düşürerek iletkenliği önemli ölçüde arttırdığı ancak Gd₂O₃ katkılama oranının artırılmasının iletkenliğe önemli ölçüde etki etmediği görülmüştür.

- %10 GNP ve %1 Gd₂O₃ katkılandığında en yüksek iletkenlik değeri elde edilmiştir. Gd₂O₃ oranı %5'e ve %10'a arttırıldığında ise iletkenlik değerinin azaldığı belirlenmiştir. Bu durum, örneklerde Gd₂O₃ oranının artmasıyla, Gd₂O₃ ve GNP'nin epoksi içindeki homojen dağılımının olumsuz etkilendiği olarak değerlendirilmektedir.
- Örneklerin her iki yüzü için de ölçümler tekrarlanmış ve sonuçların çok yakın olduğu görülmüştür.

Literatürde farklı dispersiyon teknikleri için farklı iletkenlik değerleri elde edilmiştir. Epoksi içindeki GNP katkılama oranı artırılarak yapılan çalışmalarda iletkenlik değerinin dramatik bir şekilde arttığı katkılama oranları baz alınarak değerlendirmeler yapılmıştır (Imran and Shivakumar, 2017). Bu eşik değerinin üstüne çıkıldığında ise iletkenlik değerindeki değişim azalarak neredeyse sabit hale gelmektedir. Mekanik karıştırma teknikleri kullanılarak elde edilen epoksi-GNP nanokompozitlerde, iletkenlik değerinin dramatik şekilde arttığı eşik değerinin yaklaşık ağırlık %20 GNP katkılama oranlarında elde edildiği, sonikasyon tekniği kullanılarak üretilen epoksi-GNP nanokompozitlerde ise eşik değerinin %1-2 GNP katkılama oranında elde edildiği bildirilmiştir. Yine bu çalışmalarda iletkenlik değerinin yaklaşık 10⁻¹⁵ S/m'den 10⁻² S/m değerlerine ulaşabildiği görülmüştür.

Örneğin, Monti ve arkadaşları (2013) %1 GNP eşik değerinde iletkenlik değerini 10⁻¹⁵ S/m'den 10⁻⁷ S/m'ye, Wajid ve arkadaşları (2013) ise %0,3 GNP eşik değerinde 10⁻¹² S/m'den 10⁻⁶ S/m'ye arttırmıştır (Drzal and Fukushima, 2006; Imran and Shivakumar, 2017; King ve ark., 2013; Raza ve ark., 2012; Tang ve ark., 2013).

Bir diğer çalışmada % 0,1 ile % 0,5 arasında grafen katkılanan epoksidede iletkenlik değerinin 10⁻¹⁶ S/m'den 10⁻¹⁵ S/m'ye çıkarıldığı ancak %0,5 katkılama oranında eşik değerine ulaşamadığı bildirilmiştir (Li ve ark., 11-15 September 2017).

Madinehei ve arkadaşları (2021b) ise eşik değerine %5' den büyük GNP katkılama oranında ve 10⁻¹⁴ S/m'den 10⁻² S/m'ye (%25 GNP oranında) iletkenlik artışı elde etmiştir

Tez kapsamında elde ettiğimiz değerler sonucunda, iletkenlik değerinin katkılama oranına bağlı olarak dramatik şekilde artmaya başladığı eşik değerinin %5 GNP katkılama oranının üstünde bir değer olduğu görülmüştür (Şekil 4.29). GNP katkılama oranının artmasıyla iletkenliğin %10 GNP katkılama oranından sonra sabit hale geldiği belirlenmiştir. Saf

epoksinin yaklaşık 10^{-14} S/m olan iletkenlik deęeri, katkılama yapılarak 10^{-6} S/m mertebelerine kadar ıkarılmıştır.

5.YORUM

Yüksek lisans tez kapsamında, epoksiye grafen nanoplatelet (GNP), gadolinyum oksit poli disperse nano parçacık (Gd_2O_3) ve mikro silika jel tozu ağırlıkça farklı oranlarda katkılanarak elde edilen nanokompozitlerin elektromanyetik kalkanlama ve akustik özelliğinin (ses iletim kaybı) incelenmesi amaçlanmıştır. Literatürde yapılan araştırmalarda, GNP katkılı epoksi nanokompozitlerin hem elektromanyetik hem akustik özelliklerinin araştırıldığı çalışmalar yok denecek kadar azdır. Bunun yanında, grafen ve türevleri ile birlikte katkılanan farklı metal nanoparçacıklarla elektromanyetik kalkanlama etkinliğine ilişkin fazla sayıda makale olmasına rağmen, nano gadolinyum oksit katkılı nanokompozitlere ilişkin hemen hemen hiçbir çalışma bulunmamaktadır.

Nanokompozitlerin ilgi çekici olmasını ve araştırılmasına olanak sağlayan temel motivasyonlar, yerini alacağı düşünülen malzemelere oranla daha hafif, daha sağlam, çevresel koşullara daha dayanıklı, farklı katkılama oranlarıyla özelleştirilebilen ve daha maliyet etkin çözümler üretilebilecek olmasıdır. Yaptığımız çalışmada da bu motivasyonlar ile yola çıkarak, özellikle daha hafif ve dayanıklı malzemelere ihtiyaç duyulan havacılık ile (hassas elektromanyetik ve akustik sistemleri de barındıran) savunma sanayii alanlarında kullanılabilen malzeme geliştirilmek hedeflenmiştir.

Yapılan testler sonucunda özetle;

- %0,5 GNP katkılama oranında 1,5 dB olan kalkanlama etkinliği ortalama %5 GNP ile 3 dB'e, %10 GNP ile 8 dB'e yükselmiştir. %10 GNP ve %10 Gd_2O_3 katkılama ise maksimum değerine ulaşarak 11 dB'e artmıştır (1,62 GHz'de).
- 100-6000 Hz frekans aralığında en düşük ses iletim kaybı 30 dB, en yüksek 55 dB olarak ölçülmüştür. Bu değerler üretilen kompozitlerin oldukça iyi ses yalıtım özelliğine sahip olduklarını göstermektedir.

Elektromanyetik kalkanlama için elde ettiğimiz sonuçların iyi bir kalkanlama malzemesi elde etmek adına düşük olduğu değerlendirilmektedir. Ancak elde ettiğimiz sonuçlar literatürde yapılan benzer çalışmalarla uyumlu sonuç göstermektedir.

Elektromanyetik kalkanlama etkinliğinin artırılması için çalışmamızda tespit ettiğimiz ve literatürde de belirtilen hususlar şu şekilde sıralanabilir:

- Nanokompozit üretiminde en zor süreçlerin başında nano dolgu malzemelerinin matris içinde dağılımının homojen hale getirilmesidir. Çalışmamızda her ne kadar literatürlerde çok fazla sayıda araştırmacıların kullandığı yöntemler kullanılmış olsa bile homojen dağılım olup olmadığını bilinmemektedir. Bunun için örneklerinin SEM görüntüleri ile kontrol edilmesi gerekmektedir. Örneklerimizin elektromanyetik kalkanlama etkinliğinin değerini etkileyen faktörlerden birinin de bu olduğu söylenebilir.
- Ölçüm sisteminde kalkanlama etkinliğinin doğru bir şekilde ölçülebilmesi için referans ve yük örneklerinin kalınlıklarındaki sapmanın en fazla 25 µm olması gerekmektedir. Ancak, epoksi matrisli nanokompozitlerde gereken silikon kalıpların 1,5 mm kalınlıklı örnekler için üretilmesi, mevcut kalıp üretme teknikleriyle zorluk yaratmaktadır. Silikon kalıba dökülen kurlenmemiş epoksi kompozitin kalınlığı dökme miktarına göre değişkenlik göstermektedir. Bunun sonucunda örneğe ait kalkanlama etkinliğinin olumsuz etkilendiği değerlendirilebilir.

Ürettiğimiz kompozit ve nanokompozitlere benzer malzemelere ilişkin ses iletim kaybı çalışması literatürde bulunamamıştır. Elde ettiğimiz ses iletim kaybı sonuçlarının büyük alanlı ses yalıtımı gereken bir uygulamadan çok sesten etkilenebilecek hassas elektromanyetik cihazların hem elektromanyetik hem akustik yalıtımını sağlanması adına önemli olduğu değerlendirilmektedir.

Sonuç olarak, tez çalışmamızın:

- Nanokompozitlere ilişkin hem elektromanyetik hem de akustik kalkanlama özelliklerinin ve farklı nanoparçacıklar ile ilişkilendirilerek incelenmesinin literatüre katkı sağlayacağı,
- Özellikle yaklaşık 1,5 GHz'de artan kalkanlama etkinliğinin, istenen frekansları geçiren ve istenmeyen frekansları engelleyen EMI filtreler için örnek oluşturabileceği,
- Ürettiğimiz nanokompozitlerin hem elektromanyetik kalkanlama hem de akustik izolasyon gereken sistemlerde uygulanabilirliğinin araştırılabileceği,

- Ürettiğimiz kompozitlerin su altı akustik frekanslarında da incelenerek, özellikle savunma sanayiinde kullanılan hassas akustik ve elektronik sensörlerde kullanılabilirliğinin araştırılabileceđi,
- Elektromanyetik kalkanlama etkinliđi ölçüm sistemlerinde, örnek üretim süreçlerindeki hata paylarının daha düşük olmasına yönelik çalışmaların da yapılması gerektiđi deđerlendirilmiřtir.

6.KAYNAKLAR

- Abbasi, H., Antunes, M., Velasco, J., Recent advances in carbon-based polymer nanocomposites for electromagnetic interference shielding, *Progress in Materials Science*, 103 (2019) 319-373.
- Abdelal, N., Dib, N., Young, D., Slanker, A., Electromagnetic interference shielding and dielectric properties of graphene nanoplatelets/epoxy composites in the x-band frequency range, *Journal of Materials Science*, 57 (29) (2022a) 13928-13944.
- Abdelal, N., Dib, N., Young, D., Slanker, A., Electromagnetic interference shielding and dielectric properties of graphene nanoplatelets/epoxy composites in the x-band frequency range, *Journal of Materials Science*, 57 (2022b) 1-17.
- Abdelrehman, M.H.M., Kroon, R.E., Yousif, A., Seed Ahmed, H.A.A., Swart, H.C., Photoluminescence, thermoluminescence, and cathodoluminescence of optimized cubic Gd₂O₃:Bi phosphor powder, *Journal of Vacuum Science & Technology A*, 38 (6) (2020) 063207.
- ACSMaterial, Graphene Nanoplatelets (2-10nm), <https://www.acsmaterial.com/graphene-nanoplatelets-2-10nm.html> (Erişim Tarihi: **11 Temmuz 2023**)
- Ahmad, F., Jaafar, M., Palaniandy, S., Khairun Azizi, A., Effect of particle shape of silica mineral on the properties of epoxy composites, *Composites Science and Technology*, 68 (2) (2008) 346-353.
- Ajayan, P.M., Bulk Metal and Ceramics Nanocomposites, *Nanocomposite Science and Technology*, 2003.
- Albetran, H.M., Structural Characterization of Graphite Nanoplatelets Synthesized from Graphite Flakes, *Preprints.org*, 2020080325 (2020) 1-8.
- Alegbe M.J, M.A.O., Moronkola B.A, Ameh E.E, Petrik L.F, Synthesis of Calcium Sulphate from Limestone Waste Collected From Ewekoro and Ibeshe Mines, *International Journal of Scientific & Engineering Research*, 10 (4) (2019) 1551-1564.

- Alhumade, H., Rezk, H., Nassef, A., Dhaifullah, M., Fuzzy Logic Based-Modeling and Parameter Optimization for Improving the Corrosion Protection of Stainless Steel 304 by Epoxy-Graphene Composite, *IEEE Access*, 7 (2019) 100909.
- Allen, M.J., Tung, V.C., Kaner, R.B., Honeycomb Carbon: A Review of Graphene, *Chemical Reviews*, 110 (1) (2010) 132-145.
- Aruna, S.T., Mukasyan, A.S., Combustion synthesis and nanomaterials, *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 12 (3) (2008) 44-50.
- Ashok Kumar, S.S., Bashir, S., Ramesh, K., Ramesh, S., A review on graphene and its derivatives as the forerunner of the two-dimensional material family for the future, *Journal of Materials Science*, 57 (26) (2022) 12236-12278.
- ASTM, D4935-10 Standard Test Method for Measuring the Electromagnetic Shielding Effectiveness of Planar Materials, *ASTM International*, 2017.
- Ayub, S., Guan, B.H., Ahmad, F., Oluwatobi, Y.A., Nisa, Z.U., Javed, M.F., Mosavi, A., Graphene and Iron Reinforced Polymer Composite Electromagnetic Shielding Applications: A Review, *Polymers*, 13 (15) (2021) 2580.
- Bahk, J.-H., Favalaro, T., Shakouri, A., Thin Film Thermoelectric Characterization Techniques, *Annual Review of Heat Transfer*, 16 (2013) 51-99.
- Bahreini, A., Talafi Noghani, M., Saghafi Yazdi, M., Experimental comparison of sound transmission loss in pure aluminum and aluminum composite foams with 3wt% carbon nanotube and graphene nanoplate (Research Article), *joasi*, 9 (1) (2021) 91-99.
- Bartram, D.A., Infrared Absorption Spectra of α and β -Calcium Sulphate Hemihydrates, *Nature*, 223 (5205) (1969) 494-494.
- Bayari, S.H., Şen, E.H., Ide, S., Topaloglu, B., Structural studies on Demospongiae sponges from Gökçeada Island in the Northern Aegean Sea, *Spectrochim Acta A Mol Biomol Spectrosc*, 192 (2018) 368-377.
- Bilgi Teknolojileri ve İletişim Kurumu, B., Uluslararası Telekomünikasyon Birliği-ITU, <https://www.btk.gov.tr/itu> (Erişim Tarihi: 16 Nisan 2018)

- Braun, U., Brademann-Jock, K., Stark, W., Cure monitoring of epoxy films by heatable in situ FTIR analysis: correlation to composite parts, *Journal of Applied Polymer Science*, 131 (3) (2014) 39832.
- C. Suryanarayana , M.G.N., X-Ray Diffraction: A Practical Approach, **1998**.
- Camargo, P.H.C., Satyanarayana, K.G., Wypych, F., Nanocomposites: synthesis, structure, properties and new application opportunities, *Materials Research*, 12 (1) (2009) 1-39.
- Cao, L., Fu, Q., Si, Y., Ding, B., Yu, J., Porous materials for sound absorption, *Composites Communications*, 10 (2018) 25-35.
- Capeletti, L.B., Baibich, I.M., Butler, I.S., dos Santos, J.H., Infrared and Raman spectroscopic characterization of some organic substituted hybrid silicas, *Spectrochim Acta A Mol Biomol Spectrosc*, 133 (2014) 619-625.
- Casati, R., Vedani, M., Metal Matrix Composites Reinforced by Nano-Particles—A Review, *Metals*, 4 (1) (2014) 65-83.
- Cataldi, P., Athanassiou, A., Bayer, I.S., Graphene Nanoplatelets-Based Advanced Materials and Recent Progress in Sustainable Applications, *Applied Sciences*, 8 (9) (2018) 1438.
- Chen, L., Chai, S., Liu, K., Ning, N., Gao, J., Liu, Q., Chen, F., Fu, Q., Enhanced Epoxy/Silica Composites Mechanical Properties by Introducing Graphene Oxide to the Interface, *ACS Applied Materials & Interfaces*, 4 (8) (2012) 4398-4404.
- Chen, L., Lu, C., Fang, Z., Lu, Y., Ni, Y., Xu, Z., Infrared emissivity and microwave absorption property of Sm_{0.5}Sr_{0.5}CoO₃ perovskites decorated with carbon nanotubes, *Materials Letters*, 93 (2013) 308-311.
- Chiou, Y.-C., Chou, H.-Y., Shen, M.-Y., Effects of adding graphene nanoplatelets and nanocarbon aerogels to epoxy resins and their carbon fiber composites, *Materials & Design*, 178 (2019) 107869.
- Cholake, S.T., Mada, M.R., Raman, R.K.S., Bai, Y., Zhao, X.-L., Rizkalla, S.H., Bandyopadhyay, S., Quantitative analysis of curing mechanisms of epoxy resin by

mid- and near- fourier transform infra red spectroscopy, Defence Science Journal, 64 (3) (2014) 314-321.

Clyne, T.W., Hull, D., An Introduction to Composite Materials, 3 ed, Cambridge University Press, 2019.

Cooper, D.R., D'Anjou, B., Ghattamaneni, N., Harack, B., Hilke, M., Horth, A., Majlis, N., Massicotte, M., Vandsburger, L., Whiteway, E., Yu, V., Experimental Review of Graphene, ISRN Condensed Matter Physics, 2012 (2012) 1-56.

Dođru, T.P., Erhan Otomotivde Kullanılan Elyafly Malzemelerin Akustik Özelliklerinin İncelenmesi, Uludađ Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Dergisi, 25 (2) (2020) 889-902.

Drzal, L.T., Fukushima, H., Exfoliated Graphite Nanoplatelets (xGnP): A Carbon Nanotube Alternative, TechConnect Briefs, 1 (2006) 170-173.

Electro-Metrics, Shielding Effectiveness Conductivity Test EM-2107A (30 MHz – 1.5 GHz), <https://electro-metrics.com/product/shielding-effectiveness-conductivity-test-em-2107a-30-mhz-1-5-ghz/> (Erişim Tarihi: 11 Temmuz 2023)

Electro-Metrics, Test Fixture Shielding Effectiveness EM-2108 (1.5 GHz – 10 GHz), <https://electro-metrics.com/product/test-fixture-shielding-effectiveness-em-2108-1-5-ghz-10-ghz/> (Erişim Tarihi: 11 Temmuz 2023)

Evgin, T., Turgut, A., Hamaoui, G., Spitalsky, Z., Horny, N., Micusik, M., Chirtoc, M., Sarikanat, M., Omastova, M., Size effects of graphene nanoplatelets on the properties of high-density polyethylene nanocomposites: morphological, thermal, electrical, and mechanical characterization, Beilstein Journal of Nanotechnology, 11 (2020) 167-179.

Fan, Q., Yang, X., Lei, H., Liu, Y., Huang, Y., Chen, M., Gradient nanocomposite with metastructure design for broadband radar absorption, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 129 (2020) 105698.

Fu, S., Sun, Z., Huang, P., Li, Y., Hu, N., Some basic aspects of polymer nanocomposites: A critical review, Nano Materials Science, 1 (1) (2019) 2-30.

- Gao, G., Hu, Y., Jia, H., Liu, P., Du, P., Dongyu, X., Acoustic and dielectric properties of epoxy resin/hollow glass microsphere composite acoustic materials, *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 135 (2019) 109105.
- Ghahremani, A., Abdullah, A., Fallahi Arezoodar, A., Wear behavior of metal matrix nanocomposites, *Ceramics International*, 48 (24) (2022) 35947-35965.
- Gliścińska, E., Kaczor, M., Milc, A., Misztela, A., Warczyk, P., Krucinska, I., Biocomposites for Sound Absorbtion, *Polish Society of Composite Materials*, 19 (3) (2019) 107-111.
- Gojny, F.H., Wichmann, M.H.G., Fiedler, B., Bauhofer, W., Schulte, K., Influence of nano-modification on the mechanical and electrical properties of conventional fibre-reinforced composites, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 36 (11) (2005) 1525-1535.
- Gupta, S., Tai, N.-H., Carbon materials and their composites for electromagnetic interference shielding effectiveness in X-band, *Carbon*, 152 (2019) 159-187.
- Hamza, T., Sherif, A., Abdalla, E., A novel approach to reinforce provisional material using silica gel powder, *Stomatological Disease and Science*, 1 (2017) 3-7.
- He, C., Du, B., Ma, J., Xiong, H., Qian, J., Cai, M., Shui, A., Enhanced Sound Absorption Properties of Ceramics with Graphene Oxide Composites, *ACS Omega*, 6 (50) (2021) 34242-34249.
- Hiremath, A., Murthy, A.A., Thipperudrappa, S., K N, B., Nanoparticles Filled Polymer Nanocomposites: A Technological Review, *Cogent Engineering*, 8 (1) (2021) 1991229.
- Hou, W., Gao, Y., Wang, J., Blackwood, D., Teo, S., Recent Advances and Future Perspectives for Graphene Oxide Reinforced Epoxy Resins, *Materials Today Communications*, 23 (2020) 100883.
- Hsiao, S.-T., Ma, C.-C., Tien, H.-W., Liao, W.-H., Wang, Y.-S., Li, S.-M., Huang, Y.-C., Using a non-covalent modification to prepare a high electromagnetic interference shielding performance graphene nanosheet/water-borne polyurethane composite, *Carbon*, 60 (2013) 57-66.

- Hsissou, R., Seghiri, R., Benzekri, Z., Hilali, M., Rafik, M., Elharfi, A., Polymer composite materials: A comprehensive review, *Composite Structures*, 262 (2021) 113640.
- Huang, Y., Li, N., Ma, Y., Du, F., Li, F., He, X., Lin, X., Gao, H., Chen, Y., The influence of single-walled carbon nanotube structure on the electromagnetic interference shielding efficiency of its epoxy composites, *Carbon*, 45 (8) (2007) 1614-1621.
- Ibrahim, A., Klopocinska, A., Horvat, K., Abdel Hamid, Z., Graphene-Based Nanocomposites: Synthesis, Mechanical Properties, and Characterizations, *Polymers*, 13 (17) (2021) 2869.
- Imran, K.A., Shivakumar, K.N., Enhancement of electrical conductivity of epoxy using graphene and determination of their thermo-mechanical properties, *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 37 (2) (2017) 118-133.
- Jalali, M., Dauterstedt, S., Michaud, A., Wuthrich, R., Electromagnetic shielding of polymer–matrix composites with metallic nanoparticles, *Composites Part B: Engineering*, 42 (6) (2011) 1420-1426.
- Jamnezhad, H., Jafari, M., Structure of Gd₂O₃ nanoparticles at high temperature, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 408 (2016) 164-167.
- Jerold Samuel Chelladurai, S., Arthanari, R., & Meera, M. R. (Eds.), *Epoxy-Based Composites*, 1 ed, IntechOpen, 2022.
- Joy, R., Balakrishnan, N.T.M., Das, A., Shafeek, S., Thakur, V.K., Zaghbi, K., Jaffarali, J.F.M., Reddy, M.V.V., Raghavan, P., Graphene: Chemistry and Applications for Lithium-Ion Batteries, *Electrochem*, 3 (1) (2022) 143-183.
- Kamalan Kirubakaran, A.M., Kuppusami, P., Corrosion behavior of ceramic nanocomposite coatings at nanoscale, In: Rajendran, S., Nguyen, T.A.N.H., Kakooei, S., Yeganeh, M., Li, Y. (Eds.), *Corrosion Protection at the Nanoscale*. Elsevier, 16, 2020.
- Kashi, S., Gupta, R.K., Baum, T., Kao, N., Bhattacharya, . Morphology, electromagnetic properties and electromagnetic interference shielding performance of poly lactide/graphene nanoplatelet nanocomposites, *Materials and design*, 95 (2016) 119-126.

- Kausar, A., Taherian, R., Electrical Conductivity Behavior of Polymer Nanocomposite with Carbon Nanofillers, *Electrical Conductivity in Polymer-Based Composites*. Elsevier, 3, **2019**.
- Keysight, N5224A PNA Microwave Network Analyzer, 43.5 GHz, <https://www.keysight.com/us/en/product/N5224A/pna-microwave-network-analyzer-435-ghz.html> (Erişim Tarihi: **11 Temmuz 2023**)
- King, J.A., Klimek, D.R., Miskioglu, I., Odegard, G.M., Mechanical properties of graphene nanoplatelet/epoxy composites, *Journal of Applied Polymer Science*, 128 (6) (**2013**) 4217-4223.
- Korusenko, P.M., Nesov, S.N., Iurchenkova, A.A., Fedorovskaya, E.O., Bolotov, V.V., Povoroznyuk, S.N., Smirnov, D.A., Vinogradov, A.S., Comparative Study of the Structural Features and Electrochemical Properties of Nitrogen-Containing Multi-Walled Carbon Nanotubes after Ion-Beam Irradiation and Hydrochloric Acid Treatment, *Nanomaterials*, 11 (9) (**2021**) 2163.
- Kumar, N., Salehiyan, R., Chauke, V., Joseph Botlhoko, O., Setshedi, K., Scriba, M., Masukume, M., Sinha Ray, S., Top-down synthesis of graphene: A comprehensive review, *FlatChem*, 27 (**2021**) 100224.
- Labašová, E., Ďuriš, R., Measurement of the Acoustic Absorption Coefficient by Impedance Tube, *Research Papers Faculty of Materials Science and Technology Slovak University of Technology*, 27 (**2019**) 94-101.
- Larissa Brentano, C., João Henrique, Z., Fourier Transform Infrared and Raman Characterization of Silica-Based Materials, In: Mark, T.S. (Ed.), *Applications of Molecular Spectroscopy to Current Research in the Chemical and Biological Sciences*. IntechOpen, Rijeka, **2016**.
- Lawrence E. Kinsler, A.R.F., Alan B. Coppers, James V. Sanders, *Fundamentals of Acoustics*, **2000**.
- Lee, D., Yoo, B., Advanced Silica/Polymer Composites: Materials and Applications, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 38 (**2016**) 1-12.

- Lee, H., Ng, B., Rammohan, A., Tran, L.Q.N., An Investigation of the Sound Absorption Properties of Flax/Epoxy Composites Compared with Glass/Epoxy Composites, *Journal of Natural Fibers*, 14 (1) (2016) 71-77.
- Lee, H.P., Ng, B.M.P., Rammohan, A.V., Tran, L.Q.N., An Investigation of the Sound Absorption Properties of Flax/Epoxy Composites Compared with Glass/Epoxy Composites, *Journal of Natural Fibers*, 14 (1) (2017) 71-77.
- Lee, J.-C., Hong, Y.S., Nan, R.-G., Jang, M.-K., Lee, C., Ahn, S.-H., Kang, Y.J., Soundproofing effect of nano particle reinforced polymer composites, *Journal of Mechanical Science and Technology*, 22 (2008) 1468-1474.
- Levi, E., Sgarbi, S., Piana, E.A., Acoustic Characterization of Some Steel Industry Waste Materials, *Applied Sciences*, 11 (13) (2021) 5924.
- Li, F., Jiang, X., Zhao, J., Zhang, S., Graphene oxide: A promising nanomaterial for energy and environmental applications, *Nano Energy*, 16 (2015) 488-515.
- Li, G., Zhao, T., Zhu, P., He, Y., Sun, R., Lu, D., Wong, C.-p., Structure-property relationships between microscopic filler surface chemistry and macroscopic rheological, thermo-mechanical, and adhesive performance of SiO₂ filled nanocomposite underfills, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 118 (2019a) 223-234.
- Li, H., Tian, H., Cai, M., Gong, A., Zhou, Z., Wang, C., Peng, Z., Dielectric properties of graphene-filled epoxy nanocomposite with enhanced thermal conductivity, 2017 International Symposium on Electrical Insulating Materials (ISEIM), Toyohashi, Japan 11-15 September 2017, IEEE, Toyohashi, Japan, 2017, 149-152.
- Li, J., Sham, M.L., Kim, J.-K., Marom, G., Morphology and properties of UV/ozone treated graphite nanoplatelet/epoxy nanocomposites, *Composites Science and Technology*, 67 (2) (2007a) 296-305.
- Li, N., Huang, Y., Du, F., He, X., Lin, X., Gao, H., Ma, Y., Li, F., Chen, Y., Eklund, P.C., Electromagnetic interference (EMI) shielding of single-walled carbon nanotube epoxy composites, *Nano Lett*, 6 (6) (2006) 1141-1145.

- Li, R., Gu, Y., Wang, Y., Yang, Z., Li, M., Zhang, Z., Effect of particle size on gamma radiation shielding property of gadolinium oxide dispersed epoxy resin matrix composite, *Materials Research Express*, 4 (2017) 035035.
- Li, T.-T., Chen, A.-P., Hwang, P.-W., Pan, Y.-J., Hsing, W.-H., Lou, C.-W., Chen, Y.-S., Lin*, J.-H., Synergistic effects of micro-/nano-fillers on conductive and electromagnetic shielding properties of polypropylene nanocomposites, *Materials and Manufacturing Processes*, 33 (2) (2018) 149-155.
- Li, Y., Sun, L., Xu, F., Wang, S., Peng, Q., Yang, Z., He, X., Li, Y., Electromagnetic and acoustic double-shielding graphene-based metastructures, *Nanoscale*, 11 (4) (2019b) 1692-1699.
- Li, Z.Q., Lu, C.J., Xia, Z., Zhou, Y., Luo, Z., X-ray diffraction patterns of graphite and turbostratic carbon, *Carbon*, 45 (8) (2007b) 1686-1695.
- Liang, C., Song, P., Qiu, H., Huangfu, Y., Lu, Y., Wang, L., Kong, J., Gu, J., Superior electromagnetic interference shielding performances of epoxy composites by introducing highly aligned reduced graphene oxide films, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 124 (2019) 105512.
- Liang, J., Wang, Y., Huang, Y., Ma, Y., Liu, Z., Cai, J., Zhang, C., Gao, H., Chen, Y., Electromagnetic interference shielding of graphene/epoxy composites, *Carbon*, 47 (3) (2009) 922-925.
- Lin, C., Chung, D., Graphite nanoplatelet pastes vs. carbon black pastes as thermal interface materials, *Carbon*, 47 (1) (2009) 295-305.
- Liu, C., Yu, Z., Neff, D., Zhamu, A., Jang, B.Z., Graphene-Based Supercapacitor with an Ultrahigh Energy Density, *Nano Letters*, 10 (12) (2010) 4863-4868.
- Liu, Y., Wang, A., Freeman, J., Raman, MIR, and NIR Spectroscopic Study of Calcium Sulfates: Gypsum, Bassanite, and Anhydrite, Lunar and Planetary Science Conference, Texas March 23-27, 2009, Lunar and Planetary Science XL, Texas, 2009.

- Lorella Ceschini, A.D., Manoj Gupta, Anders Eric Wollmar Jarfors, S. Jayalakshmi, Alessandro Morri, Fabio Rotundo, Stefania Toschi, R. Arvind Singh, Aluminum and Magnesium Metal Matrix Nanocomposites, 1 ed, Springer Singapore, **2016**.
- Low, I.M., Albetran, H.M., Degiorgio, M., Structural Characterization of Commercial Graphite and Graphene Materials, Journal of Nanotechnology and Nanomaterials, 1 (1) (**2020**) 23-30.
- Ly, L., Leatherday, C., Leong, Y.-K., Watts, H., Zhang, L., Green lightweight lead-free Gd₂O₃/epoxy nanocomposites with outstanding X-ray attenuation performance, Composites Science and Technology, 163 (**2018**) 89-95.
- Madhad, H.V., Mishra, N.S., Patel, S.B., Panchal, S.S., Gandhi, R.A., Vasava, D.V., Graphene/graphene nanoplatelets reinforced polyamide nanocomposites: A review, High Performance Polymers, 33 (9) (**2021**) 981-997.
- Madinehei, M., Kuester, S., Kaydanova, T., Moghimian, N., David, É., Influence of Graphene Nanoplatelet Lateral Size on the Electrical Conductivity and Electromagnetic Interference Shielding Performance of Polyester Nanocomposites, Polymers, 13 (15) (**2021a**) 2567.
- Madinehei, M., Kuester, S., Kaydanova, T., Moghimian, N., David, É., Influence of Graphene Nanoplatelet Lateral Size on the Electrical Conductivity and Electromagnetic Interference Shielding Performance of Polyester Nanocomposites, Polymers (Basel), 13 (15) (**2021b**).
- Malaki, M., Xu, W., Kasar, A.K., Menezes, P.L., Dieringa, H., Varma, R.S., Gupta, M., Advanced Metal Matrix Nanocomposites, Metals, 9 (3) (**2019**) 330.
- Mallick, P.K., Thermoplastics and thermoplastic–matrix composites for lightweight automotive structures, In: Mallick, P.K. (Ed.), Materials, Design and Manufacturing for Lightweight Vehicles. Woodhead Publishing, 5, **2010**.
- Mamtaz, H., Fouladi, M.H., Al-Atabi, M., Narayana Namasivayam, S., Acoustic Absorption of Natural Fiber Composites, Journal of Engineering, 2016 (**2016**) 5836107.

- María González, G., Juan Carlos, C., Juan, B., Applications of FTIR on Epoxy Resins - Identification, Monitoring the Curing Process, Phase Separation and Water Uptake, In: Theophile, T. (Ed.), *Infrared Spectroscopy*. IntechOpen, Rijeka, **2012**.
- Martel, J., Chang, S.-H., Chevalier, G., Ojcius, D.M., Young, J.D., Influence of electromagnetic fields on the circadian rhythm: Implications for human health and disease, *Biomedical Journal*, 46 (1) (**2023**) 48-59.
- Mondal, S., Ganguly, S., Das, P., Khastgir, D., Das, N., Low percolation threshold and electromagnetic shielding effectiveness of nano-structured carbon based ethylene methyl acrylate nanocomposites, *Composites Part B: Engineering*, 119 (**2017**) 41-56.
- Monti, M., Rallini, M., Puglia, D., Peponi, L., Torre, L., Kenny, J.M., Morphology and electrical properties of graphene–epoxy nanocomposites obtained by different solvent assisted processing methods, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 46 (**2013**) 166-172.
- Nagarajan, V., Mohanty, A.K., Misra, M., Biocomposites with Size-Fractionated Biocarbon: Influence of the Microstructure on Macroscopic Properties, *ACS Omega*, 1 (4) (**2016**) 636-647.
- Nanografi, Gadolinyum Oksit (Gd₂O₃) Tozu, Saflık: 99.99%, Boyut: 325 meş, <https://shop.nanografi.com.tr/gadolinyum-oksit-gd2o3-tozu-safl-k-99-99-boyut-325-me/> (Erişim Tarihi: **10 Temmuz 2023**).
- Nanografi, Grafen Nanoplatelet, Saflık: 99.9+%, Boyut: 5 nm, Y.A: 170 m²/g, Çap: 30 µm, <https://shop.nanografi.com.tr/grafen-nanoplatelet-safl-k-99-9-boyut-5-nm-y-a-170-m2-g-cap-30-m/> (Erişim Tarihi: **10 Temmuz 2023**).
- Nayak, L., Chaki, T., Khastgir, D., Electrical Percolation Behavior and Electromagnetic Shielding Effectiveness of Polyimide Nanocomposites Filled with Carbon Nanofibers, *Journal of Applied Polymer Science*, 131 (24) (**2014**) 40914.
- Nazir, T., Afzal, A., Siddiqi, H., Saeed, S., Dumon, M., The influence of temperature and interface strength on the microstructure and performance of sol-gel silica-epoxy nanocomposites, *Polymer Bulletin*, 67 (**2011**) 1539-1551.

- Niihara, K., New Design Concept of Structural Ceramics, Ceramic Nanocomposites, Journal of the Ceramic Society of Japan, 99 (1154) (1991) 974-982.
- Nikolic, G., Zlatkovic, S., Cakic, M., Cakic, S., Lacnjevac, C., Rajic, Z., Fast Fourier transform IR characterization of epoxy GY systems crosslinked with aliphatic and cycloaliphatic EH polyamine adducts, Sensors (Basel), 10 (1) (2010) 684-696.
- NIST, NIST Chemistry WebBook, SRD 69, <https://webbook.nist.gov/chemistry/name-ser/> (Eriřim Tarihi: **11 Temmuz 2023**)
- Omana, L., Chandran, A., John, R.E., Wilson, R., George, K.C., Unnikrishnan, N.V., Varghese, S.S., George, G., Simon, S.M., Paul, I., Recent Advances in Polymer Nanocomposites for Electromagnetic Interference Shielding: A Review, ACS Omega, 7 (30) (2022) 25921-25947.
- Omanović-Miklićanin, E., Badnjević, A., Kazlagić, A., Hajlovac, M., Nanocomposites: a brief review, Health and Technology, 10 (1) (2020) 51-59.
- Othman, R., Ismail, N.I., Ab, M., Pahmi, H., Hisyam, M., Hisyam Basri, M., Sharudin, H., Hemdi, A., Application of Carbon Fiber Reinforced Plastics in Automotive Industry: A Review, Journal of Mechanical Manufacturing, 1 (2019) 144-154.
- Patel, P.G., Vedage, G. A., Lucas, P., & DiBiase, J., Cycloaliphatic amines for epoxy formulations: a novel curing agent for epoxy systems, **2021**.
- Paul, C.R., Introduction to Electromagnetic Compatibility, 3 ed, John Wiley & Sons, **2005**.
- Pavlou, C., Pastore Carbone, M.G., Manikas, A.C., Trakakis, G., Koral, C., Papari, G., Andreone, A., Galiotis, C., Effective EMI shielding behaviour of thin graphene/PMMA nanolaminates in the THz range, Nature Communications, 12 (1) (2021) 4655.
- Peng, C., Chen, M., Spicer, J.B., Jiang, X., Acoustics at the nanoscale (nanoacoustics): A comprehensive literature review.: Part I: Materials, devices and selected applications, Sens Actuators A Phys, 332 (Pt 2) (2021) 112719.
- Ramachandran, E., Baskaran, K., Natarajan, S., XRD, thermal, FTIR and SEM studies on gel grown gamma-glycine crystals, Crystal Research and Technology, 42 (1) (2007) 73-77.

- Raza, M.A., Westwood, A.V.K., Stirling, C., Effect of processing technique on the transport and mechanical properties of graphite nanoplatelet/rubbery epoxy composites for thermal interface applications, *Materials Chemistry and Physics*, 132 (1) (2012) 63-73.
- Reinhart, T.J., Overview of Composite Materials, In: Peters, S.T. (Ed.), *Handbook of Composites*. Springer US, Boston, MA, 1998.
- Roeges, N.P.G., *A Guide to the Complete Interpretation of Infrared Spectral of Organic Structures*, 1994.
- Rybak, A., Jarosinski, L., Gaska, K., Kapusta, C., Graphene nanoplatelet-silica hybrid epoxy composites as electrical insulation with enhanced thermal conductivity, *Polymer Composites*, 39 (S3) (2018) E1682-E1691.
- Santhosi, B.V.S.R.N., Ramji, K., Rao, N.B.R.M., Design and development of polymeric nanocomposite reinforced with graphene for effective EMI Shielding in X-band, *Physica B: Condensed Matter*, 586 (2020) 412144.
- Sevgi, L., Elektromanyetik Uyumluluk Elektromanyetik Kirlilik, *EMO İstanbul Tübitak-MAM Teknolojik İşbirliği Dergisi*, (2000).
- Shafaamri, A., Kasi, R., Wonnie Ma, I., Farah, Z., Balakrishnan, V., T subramaniam, R., Arof, A.K., Studies on SiO₂-hybrid polymeric nanocomposite coatings with superior corrosion protection and hydrophobicity, *Surface and Coatings Technology*, 324 (2017) 536-545.
- Shaid Sujon, M.A., Islam, A., Nadimpalli, V.K., Damping and sound absorption properties of polymer matrix composites: A review, *Polymer Testing*, 104 (2021) 107388.
- Sharma, A.K., Bhandari, R., Aherwar, A., Rimašauskienė, R., Matrix materials used in composites: A comprehensive study, *Materials Today: Proceedings*, 21 (2020) 1559-1562.
- Sharma, S., Singh, B.P., Chauhan, S., Jyoti, J., Arya, A., Dhakate, S., Kumar, V., Yokozeki, T., Enhanced Thermomechanical and Electrical Properties of Multiwalled Carbon Nanotube Paper Reinforced Epoxy Laminar Composites, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 104 (2017) 129-138.

- Shen, B., Zhai, W., Zheng, W., Ultrathin Flexible Graphene Film: An Excellent Thermal Conducting Material with Efficient EMI Shielding, *Advanced Functional Materials*, 24 (28) (2014) 4542-4548.
- Shi, X., Wu, J., Wang, X., Zhou, X., Xie, X., Xue, Z., Novel sound insulation materials based on epoxy/hollow silica nanotubes composites, *Composites Part B: Engineering*, 131 (2017) 125-133.
- Song, B., Bolton, J.S., A transfer-matrix approach for estimating the characteristic impedance and wave numbers of limp and rigid porous materials, *The Journal of the Acoustical Society of America*, 107 (2000) 1131-1152.
- Stankovich, S., Dikin, D.A., Dommett, G.H.B., Kohlhaas, K.M., Zimney, E.J., Stach, E.A., Piner, R.D., Nguyen, S.T., Ruoff, R.S., Graphene-based composite materials, *Nature*, 442 (7100) (2006) 282-286.
- Stuart, B.H., *Infrared Spectroscopy: Fundamentals and Applications*, 1 ed, John Wiley & Sons, Ltd, 2004.
- Sukanto, H., Raharjo, W.W., Ariawan, D., Triyono, J., Investigation of cycloaliphatic amine-cured bisphenol-A epoxy resin under quenching treatment and the effect on its carbon fiber composite lamination strength, *Journal of the Mechanical Behavior of Materials*, 32 (1) (2023) 20220266.
- Tahalyani, J., Akhtar, M.J., Kar, K.K., Graphene Nanoplatelets-Based Lightweight Flexible Nanocomposites for EMI Shielding Application, *IEEE Transactions on Electromagnetic Compatibility*, 64 (5) (2022) 1674-1682.
- Tamrakar, R.K., Bisen, D.P., Brahme, N., Characterization and luminescence properties of Gd₂O₃ phosphor, *Research on Chemical Intermediates*, 40 (5) (2014) 1771-1779.
- Tang, L.-C., Wan, Y.-J., Yan, D., Pei, Y.-B., Zhao, L., Li, Y.-B., Wu, L.-B., Jiang, J.-X., Lai, G.-Q., The effect of graphene dispersion on the mechanical properties of graphene/epoxy composites, *Carbon*, 60 (2013) 16-27.

- Tcharkhtchi, A., Nony, F., Khelladi, S., Fitoussi, J., Farzaneh, S., Epoxy/amine for composites reactive materials systems and their thermomechanical properties, In: Boisse, P. (Ed.), *Advances in Composites Manufacturing and Process Design*. Elsevier, 13, **2015**.
- Teh, P.L., Mariatti, M., Akil, H.M., Yeoh, C.K., Seetharamu, K.N., Wagiman, A.N.R., Beh, K.S., The properties of epoxy resin coated silica fillers composites, *Materials Letters*, 61 (11) (**2007**) 2156-2158.
- Tiuc, A.E., Nemes, O., Vermesan, H., Toma, A., New sound absorbent composite materials based on sawdust and polyurethane foam, *Composites Part B: Engineering*, 165 (**2018**) 120-130.
- Tiwari, S.K., Sahoo, S., Wang, N., Huczko, A., Graphene research and their outputs: Status and prospect, *Journal of Science: Advanced Materials and Devices*, 5 (1) (**2020**) 10-29.
- TÜBİTAK, Epoksi Reçine Teknolojileri, <https://bilimteknik.tubitak.gov.tr/system/files/makale/epoksi.pdf> (Erişim Tarihi: **11 Temmuz 2023**).
- Twardowski, T.E., *Introduction to Nanocomposite Materials: Properties, Processing, Characterization*, 1 ed, DEStech Publications, **2007**.
- Veqter, X-ray Diffraction, <https://www.veqter.co.uk/residual-stress-measurement/x-ray-diffraction> (Erişim Tarihi: **11 Temmuz 2023**).
- Violette, J.L.N.W., D. R. J.; Violette, M. F, *Electromagnetic Compatibility Handbook*, Van Nostrand Reinhold Company, **1987**.
- Wajid, A.S., Ahmed, H.S.T., Das, S., Irin, F., Jankowski, A.F., Green, M.J., High-Performance Pristine Graphene/Epoxy Composites With Enhanced Mechanical and Electrical Properties, *Macromolecular Materials and Engineering*, 298 (3) (**2013**) 339-347.
- Wanasinghe, D., Aslani, F., Ma, G., Habibi, D., Review of Polymer Composites with Diverse Nanofillers for Electromagnetic Interference Shielding, *Nanomaterials (Basel)*, 10 (3) (**2020**) 541.

- Wang, Y.-W., Kim, Y.-Y., Christenson, H.K., Meldrum, F.C., A new precipitation pathway for calcium sulfate dihydrate (gypsum) via amorphous and hemihydrate intermediates, *Chemical Communications*, 48 (4) (2012) 504-506.
- Wang, Z., Luo, J., Zhao, G.L., Dielectric and microwave attenuation properties of graphene nanoplatelet–epoxy composites, *AIP Advances*, 4 (1) (2014) 017139.
- Wei, J., Vo, T., Inam, F., Epoxy/graphene nanocomposites – processing and properties: a review, *RSC Advances*, 5 (90) (2015) 73510-73524.
- Whba, F., Mohamed, F., Md Rosli, N.R.A., Abdul Rahman, I., Idris, M.I., The crystalline structure of gadolinium oxide nanoparticles (Gd₂O₃-NPs) synthesized at different temperatures via X-ray diffraction (XRD) technique, *Radiation Physics and Chemistry*, 179 (2021) 109212.
- Wu, T., Ke, Q., Lu, M., Pan, P., Zhou, Y., Gu, Z., Cui, G., Lu, H., Recent Advances in Carbon-Silica Composites: Preparation, Properties, and Applications, *Catalysts*, 12 (5) (2022) 573.
- www.grapheene.weebly.com, Intermolecular and Intramolecular bonding, <https://grapheene.weebly.com/bonding-interintra.html> (Erişim Tarihi: **11 Temmuz 2023**).
- Xianhui, Z., Shun, L., Wei, L., Shuyang, Z., Kai, L., Kashif, N., Peter, W., Guang, Y., Arthur, R., Soydan, O., Erin, W., Epoxy as Filler or Matrix for Polymer Composites, In: Samson Jerold Samuel, C., Ramesh, A., M.R.Meera (Eds.), *Epoxy-Based Composites*. IntechOpen, Rijeka, **2022**.
- Yadava, R.L., *Electromagnetic Fields & Waves*, 1 ed, Khanna Publishing House, **2018**.
- Yang, S.-Y., Lin, W.-N., Huang, Y.-L., Tien, H.-W., Wang, J.-Y., Ma, C.-C., Li, S.-M., Wang, Y.-S., Synergetic effects of graphene platelets and carbon nanotubes on the mechanical and thermal properties of epoxy composites, *Carbon*, 49 (3) (2011) 793-803.
- Yao, C., Recent advances in graphene-based films for electromagnetic interference shielding: Review and future prospects, *Carbon*, 180 (2021) 163-184-2021 v.2180.

- Yıldırım, B., Sancak, A., Navidfar, A., Trabzon, L., Orfali, W., Acoustic properties of polyurethane compositions enhanced with multi-walled carbon nanotubes and silica nanoparticles, *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, 49 (8) (2018) 978-985.
- Yousefi, N., Sun, X., Lin, X., Shen, X., Jia, J., Zhang, B., Tang, B., Chan, M., Kim, J.K., Highly aligned graphene/polymer nanocomposites with excellent dielectric properties for high-performance electromagnetic interference shielding, *Adv Mater*, 26 (31) (2014) 5480-5487.
- Yu, A., Ramesh, P., Itkis, M.E., Bekyarova, E., Haddon, R.C., Graphite Nanoplatelet–Epoxy Composite Thermal Interface Materials, *The Journal of Physical Chemistry C*, 111 (21) (2007) 7565-7569.
- Yukse, I.O., Ucar, N., Improvement of sound absorption coefficient of glass fiber fabric epoxy composite inherently without deterioration of main mechanical properties, *Polymers and Polymer Composites*, 30 (2022) 09673911221086711.
- Zhao, X., Huang, D., Ewulonu, C.M., Wu, M., Wang, C., Huang, Y., Polypropylene/graphene nanoplatelets nanocomposites with high conductivity via solid-state shear mixing, *e-Polymers*, 21 (1) (2021) 520-532.
- Zheng, W.-G., Wong, S.-C., Electrical conductivity and dielectric properties of PMMA/expanded graphite composites, *Composites Science and Technology*, 63 (2003) 225-235.
- Zhu, Y., Ji, H., Cheng, H.-M., Ruoff, R.S., Mass production and industrial applications of graphene materials, *National Science Review*, 5 (1) (2017) 90-101.

EKLER

EK-1 Tez Çalışması Orjinallik Raporu

