

TÜBİTAK

2006-483

TÜRKİYE BİLİMSEL VE TEKNOLOJİK ARAŞTIRMA KURUMU
THE SCIENTIFIC AND TECHNOLOGICAL RESEARCH COUNCIL OF TURKEY

Temel Bilimler Araştırma Grubu
Basic Sciences Research Grant Group

94722

**NANOKOMPOZİT MALZEMELERİN
POLİMER VE TABAKALI KİL YAPILARDAN
GELİŞTİRİLMESİ VE KARAKTERİZASYONU**

**PROJE NO : ~~104T072~~
104M365**

**DOÇ. DR. METİN TANOĞLU
DOÇ. DR. SALİH OKUR**

**EYLÜL 2006
İZMİR**

ÖNSÖZ

Nanokompozit malzemeler nano boyutta bazı doğal ve sentetik inorganik maddelerin polimerler sistemleri içerisine ilave edilmesi elde edilen malzemelerdir. Kullanılan nano boyutlu parçacıkların boy-en oranı ve yüzey alanının çok yüksek olmasından dolayı polimerlerin mekanik ve termal dayanımlarını, darbelere karşı dirençlerini artırma, oksijen, su buharı gibi gazların geçirgenliğini geleneksel malzemelerle kıyasla azaltma, iletken partiküllerin kullanılması durumunda elektrik iletkenliğini artırma potansiyeli vardır. Polimer nanokompozit üretimi amaçlı kullanılan malzemelerden birisini bir boyutu nanometrik ölçütte olan tabakalı yapıda killer oluşturmaktadır. Polimer moleküllerinin kil parçacıklarında mevcut olan tabakalı kil galerilerinin içerisine dağılıp tabaka yapısını parçalaması ve bu tabakaların polimer içinde etkin ve homojen dağılımının sağlayabilmesi istenen mikroyapıda nanokompozitler elde edilebilmektedir. Bu araştırma projesi kapsamında, organik/inorganik montmorillonit tipi tabakalı kil ilaveli epoksi nanokompozitler ve cam elyaf takviyeli kil/epoksi kompozitler geliştirilmiştir. Bu proje, TBAG-104M365 proje no ile TÜBİTAK tarafından desteklenmiştir.

İÇİNDEKİLER

Şekil Listesi.....	5
Tablo Listesi	8
ÖZ	9
Abstract	10
BÖLÜM 1 GİRİŞ	11
1.1 Konu.....	11
1.2 Amaç	11
1.3 Kapsam, İncelenen Parametreler ve İzlenen Yöntemler	12
1.4 Çalışmanın Literatürdeki Yeri.....	13
BÖLÜM 2 GELİŞME	15
2.1 LİTERATÜR ÖZETİ.....	15
2.1.1 Nanokompozitler, Özellikleri ve Uygulama Alanları.....	15
2.1.2 Tabakalı Killerin Yapısı ve Özellikleri.....	16
2.1.3 Modifiye Edilmiş Tabakalı Killerin Özellikleri.....	17
2.1.4 Nanokompozit Yapısı.....	19
2.1.5 Nanokompozit Hazırlama Teknikleri	20
2.1.5.1 Eksfoliasyon-Adsorpsiyon Yöntemi	21
2.1.5.2 Tabakalar Arasında Polimerizasyon Yöntemi	21
2.1.5.3 Ara yüzeyde Erime Yöntemi	22
2.1.6 Elyaf Takviyeli Kompozit Malzeme Üretim Yöntemleri.....	23
2.1.6.1 El Yatırması Yöntemi.....	23
2.1.6.2 Reçine Transfer Yöntemi (RTM).....	24
2.1.6.3 Vakum Destekli Reçine Kalıplama Yöntemi (VARTM).....	25
2.1.6.4 Hazır Kalıplama	26
2.1.7 Tabakalı Kil/Polimer Nanokompozitlerin Özellikleri.....	27
2.1.7.1 Kil Tabakalarının Mekanik Özelliklere Etkisi.....	27
2.1.7.2 Kil Tabakalarının Termal Özelliklere Etkisi	28
2.1.7.3 Kil Tabakalarının Optik Geçirgenlik Özelliğine Etkisi.....	29
2.1.8 Tabakalı Kil İçeren Fiber Takviyeli Kompozitlerin Özellikleri	30
2.2 DENEYSEL PROSEDÜR	30
2.2.1 Malzemeler.....	30
2.2.2 Kil Modifikasyonu.....	31
2.2.3 Tabakalı kil / epoksi nanokompozitlerin üretilmesi	32

2.2.4 Cam fiberlerle mukavemetlendirilmiş tabakalı kil /epoksi nanokompozitlerinin üretilmesi	33
2.2.5 Fiber Hacim Oranı	34
2.2.6 Nanokompozit Malzemelerin Karakterizasyonu.....	35
2.2.6.1 Mikroyapı Karakterizasyonu	35
2.2.6.1.1 X-Işınları Kırınımı Yöntemi (XRD).....	35
2.2.6.1.2 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM).....	35
2.2.6.1.3 Optik Mikroskop	36
2.2.6.2 Mekanik Özelliklerinin Karakterizasyonu	36
2.2.6.2.1 Çekme Testi.....	36
2.2.6.2.2 Eğilme Testi	37
2.2.6.2.3 Kırılma Tokluğu Testi	38
2.2.6.3 Termal Özelliklerinin Karakterizasyonu	38
2.2.6.3.1 Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC).....	38
2.2.6.3.2 Dinamik Mekaniksel Analiz (DMA)	39
2.2.6.3.3 Yanma Direnci	39
2.2.6.4 Işık Geçirgenliği Özelliklerinin Karakterizasyonu	41
2.3 DENEYSEL SONUÇLAR.....	41
2.3.1 Mikroyapısal Özellikler	41
2.3.2 Mekanik Özellikleri	45
2.3.2.1 Tabakalı Kil/Epoksi Nanokompozitlerin Mekanik Özellikleri.....	45
2.3.2.2 Elyaf ile mukavemetlendirilmiş lamine edilmiş kompozitlerin mekanik özellikleri	54
2.3.3 Termal Özellikler	58
2.3.3.1 Tabakalı Kil/Epoksi Nanokompozitlerin Termal Özellikleri	58
2.3.3.2 Elyaf ile mukavemetlendirilmiş lamine edilmiş kompozitlerin termal özellikleri	63
2.3.4 Optik Özellikler.....	68
BÖLÜM 3 SONUÇ.....	71
3.1 Sonuçlar.....	71
Kaynaklar.....	74

Şekil Listesi

Şekil 1. Tetrahedral ve oktahedral birimlerin yapıları şematik gösterimi	16
Şekil 2. 2:1 grubuna ait montmorillonit kilinin yapısı şematik gösterimi	17
Şekil 3. Na katyonlarının alkil amonyum katyonları ile yer değiştirmesi sonucu elde edilen kil modifikasyonun şematik gösterimi	18
Şekil 4. Tabakalı kil minerallerinde bulunan alkil amonyum iyonlarının diziliminin şematik gösterimi	19
Şekil 5. Tabakalı kil/polimer nanokompozit yapılarının sınıflandırılması	20
Şekil 6. Eksfoliasyon-adsorpsiyon yönteminin şematik gösterimi	21
Şekil 7. Tabakalar arasında polimerizasyon yönteminin şematik gösterimi	22
Şekil 8. Ara yüzeyde erime yönteminin şematik gösterimi	22
Şekil 9. El yatırması yönteminin şematik gösterimi	23
Şekil 10. RTM yönteminin şematik gösterimi	25
Şekil 11. VARTM yönteminin şematik gösterimi	26
Şekil 12. Hazır kalıplama yönteminin şematik gösterimi	26
Şekil 13. Kil modifikasyonun şematik gösterimi	32
Şekil 14. Tabakalar arası polimerizasyon yönteminin şematik gösterimi	33
Şekil 15. Kompozit üretiminin şematik gösterimi	34
Şekil 16. Çekme test numunesinin yükleme anındaki görünümü	37
Şekil 17. Eğilme test numunesinin yükleme anındaki görünümü	37
Şekil 18. Kırılma tokluğu test numunesinin yükleme anındaki görünümü	38
Şekil 19. UL 94 yatay yanma testinin şematik gösterimi (WEB_1)	40
Şekil 20. UL-94 testi	40
Şekil 21. MMT ve OMMT'ye ait XRD sonuçları	42
Şekil 22. Katkısız epoksinin kırılma yüzeyi	43
Şekil 23. Tabakalı kil /epoksi nanokompozitlerin kırılma yüzeyi (a) %10 OMMT/Epoksi nanokompozit (b)% 10 MMT/Epoksi nanokompozit	43
Şekil 24. Tabakalı kil /epoksi (ağ. % 10 OMMT) nanokompozitlerin kırılma yüzeyi 1200x 44	
Şekil 25. Cam fiber/epoksi kompozitlerin fiber-matriks kırılma ara yüzeyi (a) 500x (b) 5000x	44
Şekil 26. Cam fiberlerle mukavemetlendirilmiş tabakalı kil /epoksi (ağ. % 10 OMMT) nanokompozitlerin fiber-matriks kırılma ara yüzeyi	45

Şekil 27. Saf epoksi ve MMT içeren nanokompozit malzemenin stres-gerinim grafiği.....	46
Şekil 28. Saf epoksi ve OMMT içeren nanokompozit malzemenin stres-gerinim grafiği.....	46
Şekil 29. Tabakalı kil /epoksi nanokompozit sisteminin çekme mukavemetinin kil konsantrasyonuna göre değişimi	47
Şekil 30. Tabakalı kil / epoksi nanokompozit sisteminin çekme modülünün kil konsantrasyonuna göre değişimi	48
Şekil 31. Tabakalı kil /epoksi nanokompozit sisteminin kırılma uzamasının kil konsantrasyonuna göre değişimi	48
Şekil 32. Tabakalı kil /epoksi nanokompozit sisteminin kırılma mukavemetinin kil konsantrasyonuna göre değişimi	49
Şekil 33. Saf epoksi ve MMT içeren nanokompozit malzemenin eğilme stresi-gerinim grafiği	50
Şekil 34. Saf epoksi ve OMMT içeren nanokompozit malzemenin eğilme stresi-gerinim grafiği	50
Şekil 35. Tabakalı kil /epoksi nanokompozit sisteminin eğilme mukavemetinin kil konsantrasyonuna göre değişimi	51
Şekil 36. Tabakalı kil /epoksi nanokompozit sisteminin eğilme modülünün kil konsantrasyonuna göre değişimi	52
Şekil 37. 6 ağırlık % MMT/epoksi nanokompozitin optik mikroskop görüntüsü.....	53
Şekil 38. Cam fiberlerle mukavemetlendirilmiş tabakalı kil /epoksi nanokompozit sisteminin çekme mukavemetinin kil konsantrasyonuna göre değişimi.....	54
Şekil 39. Cam fiberlerle mukavemetlendirilmiş tabakalı kil /epoksi nanokompozit sisteminin elastik modülünün kil konsantrasyonuna göre değişimi.....	55
Şekil 40. Cam fiberlerle mukavemetlendirilmiş tabakalı kil /epoksi nanokompozit sisteminin kırılma uzamasının kil konsantrasyonuna göre değişimi.....	55
Şekil 41. Cam fiberlerle mukavemetlendirilmiş tabakalı kil /epoksi nanokompozit sisteminin eğilme mukavemetinin kil konsantrasyonuna göre değişimi	56
Şekil 42. Cam fiberlerle mukavemetlendirilmiş tabakalı kil /epoksi nanokompozit sisteminin eğilme modülünün kil konsantrasyonuna göre değişimi.....	57
Şekil 43. Cam fiberlerle mukavemetlendirilmiş tabakalı kil /epoksi nanokompozit sisteminin kırılma tokluğu değerinin kil konsantrasyonuna göre değişimi	58
Şekil 44. Modifiye edilmemiş (MMT) killeriyle hazırlanmış tabakalı kil /epoksi nanokompozitlerin camsı geçiş sıcaklıkları (T_g).....	59

Şekil 45. Modifiye edilmiş killere hazırlanmış tabakalı kil /epoksi nanokompozitlerin camısı geçiş sıcaklıkları (T_g)	59
Şekil 46. Saf epoksinin DMA davranışı	60
Şekil 47. Tabakalı kil /epoksi nanokompozit sisteminin storage modulusunun kil konsantrasyonuna göre değişimi	61
Şekil 48. Tabakalı kil /epoksi nanokompozit sisteminin viscous modulusunun kil konsantrasyonuna göre değişimi	61
Şekil 49. Tabakalı kil /epoksi nanokompozit sisteminin camısı geçiş sıcaklığının kil konsantrasyonuna göre değişimi	62
Şekil 50. Tabakalı kil /epoksi nanokompozit sisteminin yatay yanma hızının kil konsantrasyonuna göre değişimi	63
Şekil 51. Modifiye edilmemiş killere hazırlanmış cam fiberlerle mukavemetlendirilmiş tabakalı kil /epoksi nanokompozitlerin camısı geçiş sıcaklıkları (T_g)	64
Şekil 52. Modifiye edilmiş killere hazırlanmış cam fiberlerle mukavemetlendirilmiş tabakalı kil /epoksi nanokompozitlerin camısı geçiş sıcaklıkları (T_g)	65
Şekil 53. Cam fiberlerle mukavemetlendirilmiş tabakalı kil /epoksi nanokompozitlerin storage modulus değerleri	66
Şekil 54. Cam fiberlerle mukavemetlendirilmiş tabakalı kil /epoksi nanokompozitlerin viscous modulus değerleri	66
Şekil 55. Cam fiberlerle mukavemetlendirilmiş tabakalı kil /epoksi nanokompozitlerin camısı geçiş sıcaklığı değerleri	67
Şekil 56. MMT ve OMMT killere hazırlanmış cam fiberlerle mukavemetlendirilmiş tabakalı kil /epoksi nanokompozitlerin (a) yanma miktarı (b) yanma süresi değerleri	68
Şekil 57. Farklı kalınlıklardaki %1 MMT / Epoksi nanokompozitlerin ışık geçirgenliği	68
Şekil 58. Farklı kalınlıklardaki %1 OMMT / Epoksi nanokompozitlerin ışık geçirgenliği	69
Şekil 59. 2 mm kalınlıktaki kil /epoksi nanokompozit sisteminin ışık geçirgenliğinin kil konsantrasyonuna göre değişimi	70

Tablo Listesi

Tablo 1. Montmorillonit kilinin tipik özellikleri.....	31
Tablo 2. Tabakalı kil /epoksi nanokompozit sisteminin kırılma tokluğu ve matris içinde oluşan hava boşluğu değerlerinin kil konsantrasyonuna göre değişimi	53
Tablo 3. Saf epoksi ve kil/epoksi nanokompozitlerin UL-94 yanmazlık testi sonuçları	62

ÖZ

Tabakalı kil/polimer nanokompozitleri Na⁺ kanyonları içeren kil (montmorillonite) ve epoksi reçine kullanılarak hazırlanmıştır. Kil yüzeyleri hekzadesiltrimetilamonyum klorür (HTAC) kullanılarak modifiye edilmiş ve polimer matriks içerisinde homojen dağılmaya (eksfolideye mikroyapı) elverişli organik uyumlu killer elde edilmiştir. X-ışını kırınımı (XRD) sonuçlarına göre modifiye edilmiş kilin tabakalar arası boşluğu 14 Å' dan (saf kilin değeri) 18 Å' a genişlemiştir. Ağırlıkça %0-10 kil parçacıkları epoksi matriks içerisine ultrasonik yöntemler yardımı ile karıştırılmış ve kil/epoksi nanokompozit sistemleri tabakalar arasında polimerizasyon yöntemi ile elde edilmiştir. Taramalı elektron mikroskop (SEM) sonuçları, organik olarak modifiye edilmiş kil (OMMT) içeren nanokompozitlerin MMT içerenlere göre daha iyi dağılım oluşturduğunu göstermektedir. Kil modifikasyon yöntemi ile kil galerileri arasındaki mesafe açılmış ve ekfolideye kompozit yapıları elde edilmiştir. Reçineye kil parçacıklarının eklenmesi epoksinin mekanik özelliklerini etkilemiştir. Kil miktarının artmasıyla, çekme ve eğme modüllerinde artma gözlemlenmiştir. Camı geçiş sıcaklığı, dolgunuz epoksi reçinede 63.6 °C iken organik olarak modifiye edilmiş kütlece %3 kil içeren kompozitlerde 68.9 °C' ye yükselmiştir. Kil parçacıklarının epoksi reçineye eklenmesi ile alev alma ve yanma direncinin arttığı gözlenmiştir.

Kıvrımsız cam fiberlerle takviye edilmiş tabakalı polimer kompozitler için kullanılan matriks malzemesi modifiye edilmiş ve edilmemiş kil nano parçacıkları içeren epoksi ile hazırlanmıştır. Tabakalı kil nano parçacıkların cam takviyeli kompozitlerin mekanik, ısı ve yanma özelliklerine etkisi araştırılmıştır. Kompozitler el yatırması yöntemi ile üretilmiş ve basınç altında polimerize edilmiştir. Çekme testi sonuçları, kil takviyesinin kompozitlerin çekme mukavemeti ve modülüne sınırlı etkisi olduğunu göstermiştir. Kompozitlerin eğme özellikleri, kil eklenmesiyle iyileşen cam fiber-epoksi matriks ara yüzüne bağlı olarak gelişmiştir. SEM ile numunelerin kırılma yüzeyleri incelenmiş ve sonuçlar matriksin içindeki kil parçacıklarının varlığının kırılma mekanizmalarını değiştirdiğini göstermiştir. Kompozitlerin yanmazlık özelliğinin epoksi matrikse kil parçacıkları eklenmesi ile önemli ölçüde iyileştiği ve bu gelişmenin OMMT kil parçacıkları ile daha fazla olduğu gözlenmiştir.

Anahtar kelimeler: Kompozit malzeme, epoksi matriks, nanokompozit, tabakalı kil, montmorillonit, cam elyaf, termal, mekanik ve optik özellikler.

Abstract

In this study, layered clay/polymer nanocomposites were prepared using Na⁺ cation containing montmorillonite clay and epoxy resins. Clay particles were treated with hexadecyltrimethylammonium chloride (HTAC) to obtain exfoliated microstructure in which homogenous dispersion of the nano plaques within the polymer matrix forms. The interlayer spacing of the clays with and without modification was measured by X-Ray Diffraction (XRD) techniques. The XRD results showed that d-spacing of the clay was expanded from 14.8 Å to 18.5 Å, after modification of the clays. Clay/polymer nanocomposites were processed through in-situ polymerization by blending of 0-10 wt. % of the clay particulates with the epoxy resin using ultrasonication. SEM results showed that nanocomposites with organically modified MMT exhibited better dispersion than Na⁺-MMT. Modification of the clay expands the clay galleries (from 14 Å to 18 Å) that promote the formation of exfoliated composite structure. It was found that the addition of the clay particles has minor effects on the mechanical properties. The tensile and flexural modulus increased with increasing clay content. The glass transition temperature increased from 63.6 °C, in the neat epoxy resin, to 68.9 °C in the nanocomposite with 3 wt. % of organically modified MMT. It was found that flame resistance significantly improved by the incorporation of MMT particles to the neat epoxy.

Matrix part of non-crimp fiber reinforced polymer composites was prepared with modified and unmodified clay nanoparticles and effects of these nanoparticles to the material properties of composite were also investigated. Laminates were manufactured with hand lay-up technique and cured under compression. Based on tensile tests, it was found that clay loading has minor effect on the tensile strength and modulus of composite laminates. Flexural properties of laminates were improved with the addition of clay due to the improved interface between glass fibers and epoxy matrix. The fracture surfaces were examined with scanning electron microscopy (SEM) and the results revealed that fracture mechanisms are altered due to the presence of clays in the matrix. It was found that the flame resistance of composites is improved due to clay particle additions into the epoxy matrix and improvement is higher with OMMT clay nanoparticles.

Keywords: Composite materials, epoxy matrix, nanocomposites, layered clay, montmorillonite, glass fiber, thermal, mechanical and optical properties.

BÖLÜM 1

GİRİŞ

1.1 Konu

Proje konusu, tabakalı kil/epoksi matriksten oluşan nanokompozitlerin geliştirilmesi, üretilen kil-epoksi sisteminin matriks olarak kullanıldığı cam elyaf takviyeli nanokompozit malzemelerin geliştirilmesi ve üretilen malzemelerin karakterizasyonudur. Montmorillonit parçacıklarının birbirinden ayrılıp epoksi matriks içerisinde homojen biçimde dağılımını sağlayabilmek amacı ile iyon değişim reaksiyonu yöntemi uygulanmıştır. Uygulanan iyon değişim reaksiyonu yöntemi sayesinde, kile organik uyumluluk kazandırılarak kil katmanlarının epoksi matriks içerisinde dağılımı sağlanacak ve malzemelerin mekanik, termal ve yanmazlık özellikleri gerçekleştirilebilecektir. Değişik ağırlık oranlarında modifiye edilmiş ve edilmemiş kil içeren kompozitlerin mekanik, mikro-yapı, termal ve optik geçirgenliği özellikleri karakterizasyonu proje konusunu oluşturmaktadır.

1.2 Amaç

Bu projenin amacı, tabakalı kil/epoksi matriksten oluşan nanokompozitlerin geliştirilmesi, üretilen kil-epoksi sisteminin matriks olarak kullanıldığı cam elyaf takviyeli nanokompozit malzemelerin geliştirilmesi ve üretilen malzemelerin karakterizasyonudur. Son yıllarda, nanoteknoloji yoluyla moleküler boyutta ve moleküler yapısı yenilenmiş büyük yapılar elde edilmektedir. Bu yapılardan dolgu maddesi ve matriks arasında çok büyük miktarda yüzey alanına sahip ve nanometre boyutunda parçacıklar oluşan nanokompozitler endüstriyel anlamda büyük ilgi çekmektedir. Epoksi yapı içerisine düşük konsantrasyonlarda nanotabakaların düzgün bir şekilde dağılımının sağlanması ile geliştirilmiş özellikler elde edilmesi projenin genel amacıdır.

Proje sonucunda erişilmesi amaçlanmış çıktılar; montmorillonit tipi killerin iyon değişim reaksiyonu ile modifikasyonun sağlanıp organofilik özellikte edilmesi, modifiye edilmiş kil yapılarının epoksi içerisinde tabakalar arasında polimerizasyon yöntemi ile

dağılımının sağlanması, düşük konsantrasyonlarda kil parçacıkları kullanılarak malzeme özelliklerinin geliştirilmesi.

1.3 Kapsam, İncelenen Parametreler ve İzlenen Yöntemler

Tabakalı kil/polimer nanokompozitleri Na^+ kanyonları içeren kil (montmorillonite) ve epoksi reçine kullanılarak hazırlanmıştır. Kullanılan kil $220 \text{ m}^2/\text{g}$ yüzey alanına ve $120 \text{ meq}/100 \text{ gr}$ kanyon değişim katsayısına sahiptir. Kil parçacıkları asidik sulu çözelti halinde yüzey aktif malzeme (hexadecyltrimethylammonium chloride) kullanılarak modifiye edilmiş ve polimer içerisinde homojen dağılmaya elverişli kil parçacıkları elde edilmiştir. Tabakalı kil/epoksi nanokompozit malzemeler, epoksi ve Na^+ kanyonlu içeren montmorillonite (MMT) tip kil kullanılarak proses edilmiştir. Modifikasyon işlemi ile sodyum kanyonları içeren montmorillonite kil galerileri ile yüzey aktif malzeme molekülleri arasındaki iyon değişimi sonucu organofilik özellikte kil elde edilmiştir.

Ağırlıkça %0-10 kil parçacıkları epoksi matris içerisine ultrasonik banyo kullanılarak karıştırılmış ve kil/epoksi nanokompozit sistemleri Tabakalar arasında polimerizasyon yöntemi ile elde edilmiştir. Belirtilen oranlarda kil içeren epoksi karışımları, kıvrımsız cam fiberlerle güçlendirilmiş polimer kompozitlerin matris kısmı olarak kullanılmıştır. Cam fiber takviyeli kompozit malzemeler el yatırması yöntemi ile üretilmiş ve basınç altında kürlenmiştir.

Geliştirilen nanokompozitlerin proses-mikroyapı-performans bağlantısı X-Işını Kırınımı (XRD), taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve mekanik test teknikleri ile ortaya çıkarılmıştır. XRD tekniği ile kil parçacıklarının polimer matris içerisinde dağılımı incelenmiştir. Kil tabakaları arasındaki uzaklık Bragg denklemi ile hesaplanabilmektedir. XRD tekniği ile analiz edilecek numuneler Phillips X-Pert Pro XRD cihazı ve CuK_α ışınımı ile analiz edilmiştir. Ayrıca, kil tabakalarının polimer içerisinde dağılımı SEM tekniği ile araştırılmış ve çekme testi sonrasında elde edilen malzemelerin kırık yüzeyleri incelenmiştir. Nanokompozit malzemelerin mekanik özelliklerini incelemek amacı ile çekme, eğilme ve kırılma tokluğu testleri yapılmış ve malzemelerin mukavemet, modülü, kırılma mukavemeti, kırılma uzaması ve kırılma tokluğu değerleri hesaplanmıştır.

Nanokompozitlerin termal davranışları ve kil tabakalarının ilavesinin etkileri dinamik taramalı kalorimetre (DSC) ve dinamik mekanik analiz (DMA) yöntemleri ile belirlenmiştir. Malzemelerin yanma hızı, UL-94 yatay yanma testi ile tayin edilmiştir.

Kil/epoksi nanokompozit malzemelerin ışık geçirgenliği özellikleri UV ve IR fiber optik spektrometre ile ölçülmüştür.

1.4 Çalışmanın Literatürdeki Yeri

Kompozit malzeme alanında yeni bir araştırma konusu olan nanokompozitler genellikle nano boyuttaki kil (GIANNELIS, 1998) (FISCHER, 2003) ve benzeri inorganik parçacıkların polimer yapı içerisinde dağılımı ile üretilen malzemelerdir. Nanokompozitler, matriks malzemesini oluşturan polimerin tek başına sahip olduğu özellikler veya geleneksel kompozitler ile kıyaslandığında daha üstün mekanik, termal, optik ve bariyer özellikler gösterebilmektedir. Bu sebeple ilk sentezlendikleri tarihten bu güne kadar ilgi duyulan bir araştırma konusu haline gelmiştir.

Fiber takviyeli polimer matriks kompozit malzemelerin ise kullanım alanları değişik alanlarda yaygınlaşmaktadır. Havacılık, savunma sanayi, otomotiv, denizcilik ve spor eşya üretimi bunlara örnektir. Dayanımları, üretim esneklikleri ve hafiflikleri gibi özellikleri endüstriyel alanda kullanımlarını arttırmaktadır. Kompozit malzemelerin özellikleri, kompozit bileşenlerine (fiber ve matriks) ve bileşenler arasındaki arayüzey özelliklerine bağlıdır.

Polimer nanokompozit üretimi amaçlı kullanılan malzemelerden birisini bir boyutu nanometrik ölçüde olan tabakalı yapıda killer oluşturmaktadır (SCHIDT, 2002). Polimer moleküllerinin kil parçacıklarında mevcut olan tabakalı kil galerilerinin içerisine dağılıp tabaka yapısını parçalaması ve bu tabakaların polimer içinde etkin ve homojen dağılımının sağlayabilmesi oldukça önemlidir (ZANETTI, 2000). Kil tabakalarının organofobik özelliğinden dolayı bunların organik monomer içinde dağılımı, monomer tarafından yüzeylerinin ıslatımı ve arayüzeyde bağlanmaların oluşumu oldukça zordur (ZERDA, 2001-NIGAM, 2004). Bu durumu ortadan kaldırmak için killer onium iyonları içeren uygun bir yüzey aktif madde ile modifiye edilerek organofilik hale getirilebilmektedir. Bu işlem esnasında kil galerinde bulunan metal katyonlarıyla yüzey aktif maddenin içerdiği onium iyonları arasında katyon değişimi reaksiyonu gerçekleşir. Bu değişim esnasında sadece kil yüzeylerinin polaritesi monomer polaritesi ile uyumlu hale getirilmiş olmaz aynı zamanda kil tabakalarının galerilerde genişleyebilir (CHEN, 2003-LEE, 1999-WETZEL, 2003). Böylelikle

monomer ya da polimer moleküllerinin galerilerin içerisine daha etkin bir biçimde dağılması veya kil tabakalarının daha kolay biçimde birbirinden ayrılması sağlanmış olabilir.

Polimer nanokompozitler poliamid, epoksi, polistiren, polietilen oksit, poliolefin, poliüretan gibi farklı polaritelerde polimerlerden hazırlanabilmektedir. Mühendislik malzemesi olarak performansı, işleme kolaylığı, mükemmel termal, mekanik ve elektriksel özelliklerinden dolayı tabakalı inorganik bileşenler kullanılarak hazırlanan epoksi nanokompozitler üzerinde pek çok çalışma yapılmıştır (CHIN, 2001- LEE, 1957- LAN, 1995- WANG, 1998- JIANKUN, 2001- LAN, 1994).

Bu çalışmada tabakalı kil/epoksi nanokompozit malzemeler ve aynı zamanda bu sistemlerin matris malzemesi olarak kullanıldığı cam elyaf takviyeli kompozitler üretilmiştir. Değişik ağırlık oranlarında modifiye edilmiş ve edilmemiş kil içeren kompozitlerin mekanik, mikro-yapı, ısısal ve ışık geçirgenliği özellikleri karakterize edilmiştir.

BÖLÜM 2

GELİŞME

2.1 LİTERATÜR ÖZETİ

2.1.1 Nanokompozitler, Özellikleri ve Uygulama Alanları

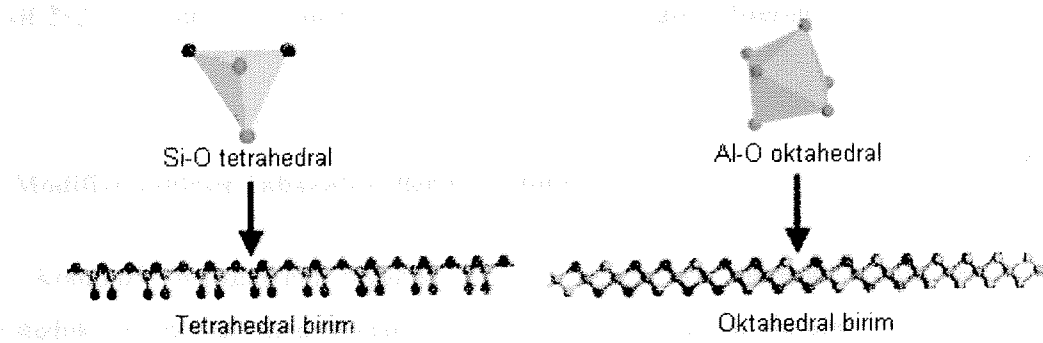
Nanokompozit malzemeler, nano boyutta bazı doğal ve sentetik inorganik maddelerin polimer sistemleri içerisine ilave edilmesi ile elde edilen malzemelerdir. Kullanılan nano boyutlu parçacıkların, boy-en oranı ve yüzey alanının çok yüksek olmasından dolayı, polimerlerin mekanik ve termal dayanımlarını, darbelere karşı dirençlerini artırma, oksijen, su buharı gibi gazların geçirgenliğini geleneksel malzemelerle kıyasla azaltma, iletken partiküllerin kullanılması durumunda elektrik iletkenliğini artırma potansiyeli vardır. Genel olarak, makroskopik takviye elemanları ile kıyaslandığında yapısal mükemmelliğe takviye elemanlarının boyutça küçültülmesi ile ulaşılabilmektedir. Takviye elemanlarının boyutları atomik veya moleküler boyuta ulaşıncaya kadar gösterdiği özelliklerde de artış gözlenmiştir (LEE, 1999).

Tabakalı kil/polimer nanokompozitleri, yakın geleceğin umut vadeden malzeme gruplarından biridir. İlk kil/polimer bazlı nanokompozitler 1989 yılında Japonya'da Toyota firmasının araştırma laboratuvarlarında sentezlenmiştir (OKADA, 1990). İlk sentezlendikleri tarihten bu güne kadar ilgi duyulan bir araştırma konusu haline gelmiştir. Günümüzde, üstün özellikleri ve bu özelliklerin düşük maliyetli bir güçlendirici malzemesinin (kil), çok düşük miktarlarda (yaklaşık ağırlık % 0.5) kullanılmasıyla elde edilebilmesi sayesinde, bu konudaki çalışmalar dünya çapında her geçen gün artan bir ilgi odağı olmuştur.

Çok yakın zamanda nano-teknoloji sayesinde; daha üstün özellikli malzemeler, daha hızlı bilgisayarlar, daha hafif otomobil, uçak ve gemi parçaları, yüksek performanslı motorlar, değişik fonksiyonlu gıda ambalaj malzemeleri, çevre temizliğine yardımcı ürünler, kir tutmayan boyalar, atık suların temizlenmesini sağlayan bileşenler, tehlikeli kimyasalların çevredeki teşhisini sağlayan cihazlar, yapay organlar, tansiyon ve kalp atışını ölçen akıllı elbiselerin yapılması gibi birçok konuda çalışmalar sürdürülmektedir.

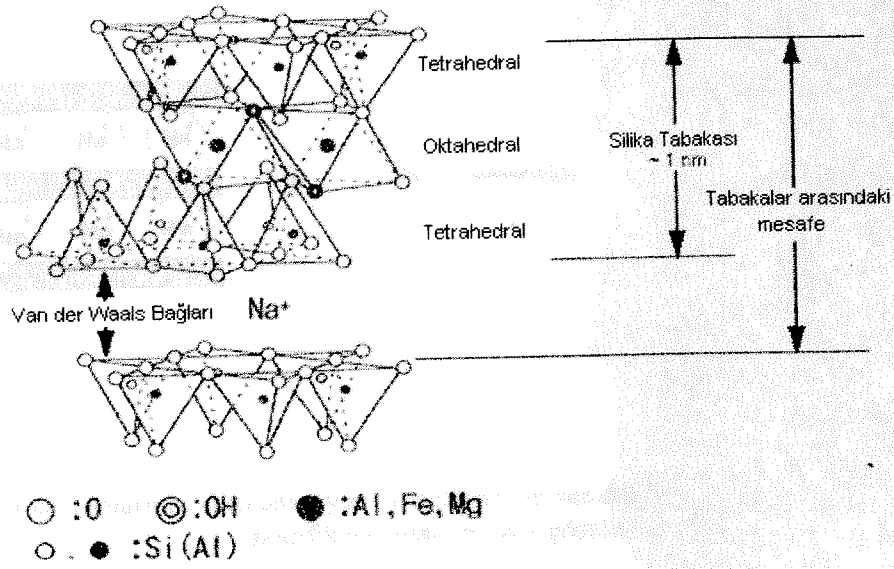
2.1.2 Tabakalı Killerin Yapısı ve Özellikleri

Son yıllarda, polimerik kompozit ve nanokompozit alanında küçük partikül boyutuna ve geniş yüzey alanına sahip montmorillonit (MMT) minerallerinin önemi artmıştır. Montmorillonit düzlemsel yapıda 1 nm ve yan boyutta ise 200-300 nm kalınlığında olan tabakalı yapıda minerallerdir. Kil minerallerinin tabakaları tetrahedral ve oktahedral birim olmak üzere iki değişik yapı biriminin birleşmesinden oluşurlar. Şekil 1’de tetrahedral ve oktahedral birimlerin yapıları şematik olarak verilmiştir. Tetrahedral birim, geometrik şekli düzgün dört yüzlü olan, merkezde silisyum atomu, köşelerde ise oksijen ya da hidroksil iyonlarının yer almasıyla oluşan birimdir (ZHENG, 2004). Oktahedral birim, geometrik şekli sekiz yüzlü olan, merkezde alüminyum iyonları, köşelerde ise oksijen ya da hidroksil iyonları bulunan yapı birimidir. Oktahedrallerin diğer oktahedral birimler tarafından paylaşılması sonucu alümina tabakaları oluşur.



Şekil 1. Tetrahedral ve oktahedral birimlerin yapılarının şematik gösterimi (ZHENG, 2004)

Nanokompozitlerde kullanılan tabakalı killer genel olarak 2:1 grubuna aittirler. Şekil 2’de smektit minerali tabakalı killer içerisinde 2:1 grubuna ait montmorillonit kilinin yapısı şematik olarak verilmektedir. MMT’ nin kimyasal yapısı genelde iki tetrahedral silika yapısına sıkışmış halde yer alan oktahedral magnezyum veya alüminyum hidroksit tabakalarından meydana gelmiştir. Kuru montmorillonitin tabakalar arası bağlanmaları daha kuvvetlidir. Su ile temas ettiklerinde, su tabakalar arası boşluğa girip kilin şişmesine neden olmaktadır (RAY, 2003). Ayrıca, montmorillonitler su ve iyon adsorpsiyonu için büyük yüzey alanına sahiptirler.



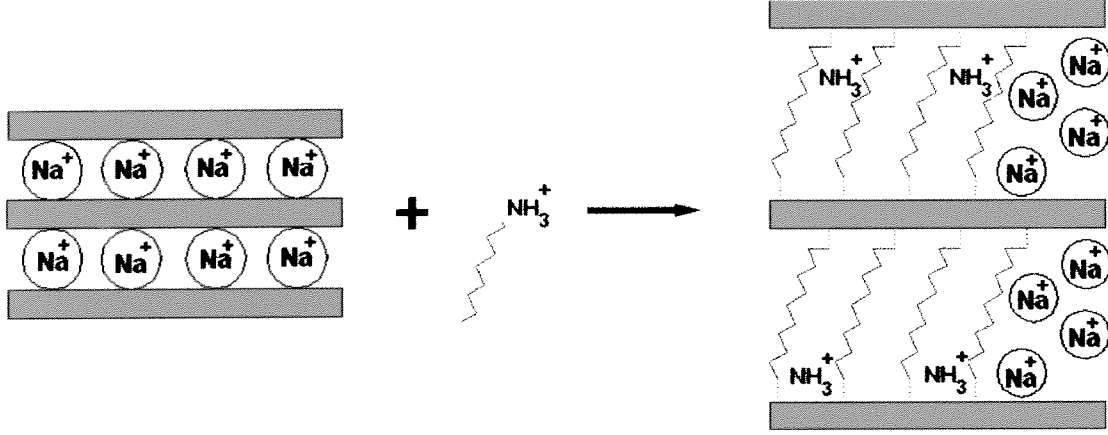
Şekil 2.

Şekil 2. 2:1 grubuna ait montmorillonit kil yapısının şematik gösterimi (QUTUBUDDIN, 2001).

2.1.3 Modifiye Edilmiş Tabakalı Killerin Özellikleri

Kompozit malzemenin organik bileşeni polimer ve inorganik dolgu arasındaki uyumsuzluk, polimer-dolgu arasındaki yapışmanın zayıf olmasına yol açar. Dolgu maddeleri organik maddeler ile modifiye edilerek yüzey enerjileri azaltıldığında polimer matris ile iyi bir bağlanma sağlar. Bu nedenden dolayı, polimerik nanokompozit malzeme hazırlarken montmorillonit minerallerinin ön yüzey hazırlama işlemine tabi tutulması gereklidir.

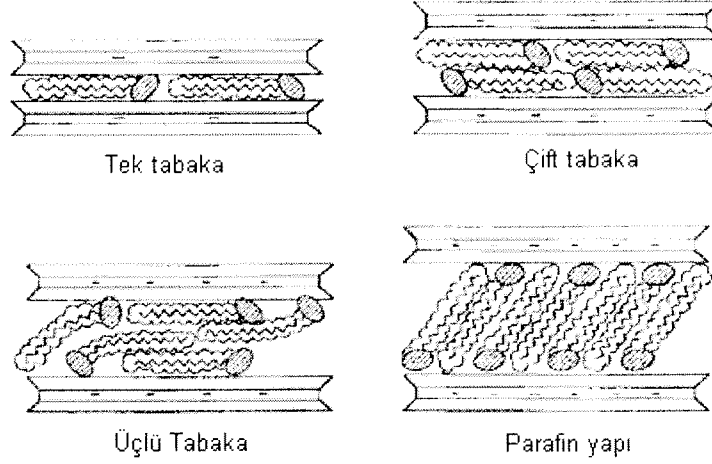
Kil tabakaları arasında Na^+ ve Ca^+ gibi değişebilir iyonlar bulunur. Bu iyonlar, smektit kilinin organik olarak modifiye edilmesi durumunda ortamdaki organik katyonlarla (amino asitler, organik amonyum tuzları, vb.) yer değiştirebilirler ve organo-kil olarak adlandırılırlar. Bu yer değiştirme sonucu kil tabakalarının polaritesi değişmekte, yüzeyleri organofilik hale gelmektedir ve tabakalar arası genişlemektedir (GAO, 2004). Dolayısıyla, polimer molekülleri, genişleyen tabakalar arasına kolayca girebilirler (Şekil 3).



Şekil 3. Na kationlarının alkil amonyum kationları ile yer değiştirmesi sonucu elde edilen kil modifikasyonun şematik gösterimi

Kasyon değişim kapasitesi (CEC) değeri, kil tabakaları arasında bulunan ve katyonik tuzlarla yer değiştirebilir kation sayısıdır ve genellikle 100 gram kil içerisindeki milliequivalent değeri olarak ifade edilir. Montmorillonit killerin CEC değeri, 80 ile 150 meq/100g olarak bilinmektedir (TOLLE, 2002).

Killerin alkil amonyum kationları ile organik olarak modifiye edilmesi sonucu, kilin sahip olduğu yük yoğunluğuna ve kullanılan yüzey aktif maddelerin özelliklerine göre, polimer molekülleri tabakalar içerisinde değişik şekillerde (tek tabaka, çift tabaka, pseudo-üçlü tabaka, parafinik yapı) yönlendirilir (Şekil 4). Düşük yük yoğunluklarında, polimer molekülleri tabakalar içerisinde tek tabaka olarak yönlendirilir (AJAYAN, 2003). Yük yoğunluğu arttıkça, çift tabaka veya üçlü tabaka meydana gelir. Daha yüksek kasyon değişim kapasitesi (CEC) değerlerinde ve uzun zincirli yüzey aktif madde kullanıldığında (>15 karbon), moleküller tabakalar içerisinde parafin yapı oluştururlar (QUTUBUDDIN, 2001).



Şekil 4. Tabakalı kil minerallerinde bulunan alkil amonyum iyonlarının diziliminin şematik gösterimi (QUTUBUDDIN, 2001).

2.1.4 Nanokompozit Yapısı

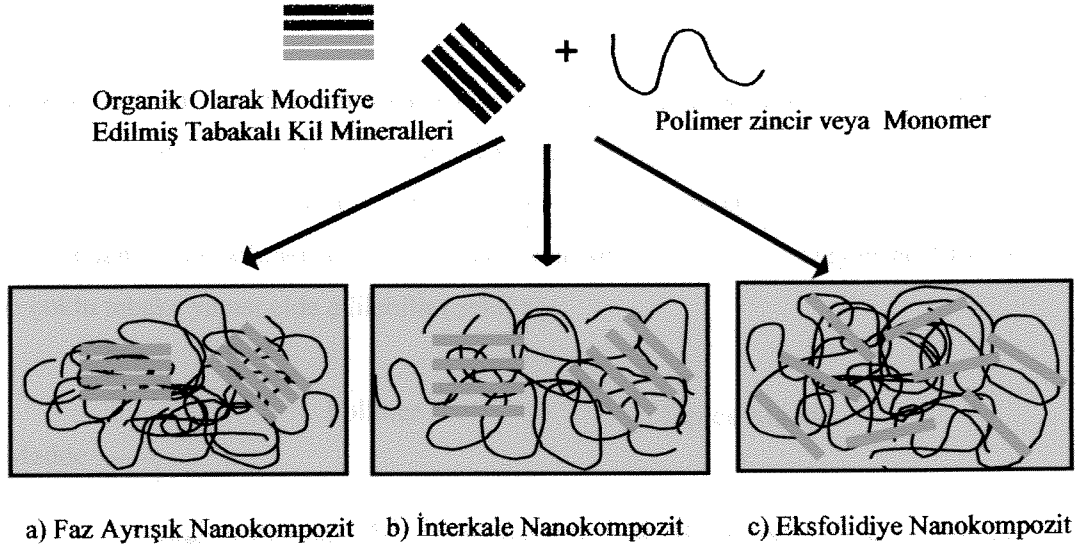
Tabakalı kil minerallerinin polimer matris içerisine karıştırılması sonucu organik/inorganik kompozit malzemeler elde edilir. Tabakalı kil mineralleri organik olarak modifiye edilmesi ve polimer içerisine dağılması sonucu polimerin genişlemiş tabakalar arasına girmesi kolaylaştırır (GIANNELIS, 1998).

Tabakalı kil minerallerinin polimer matris içerisinde dağılması sonucu üç değişik kompozit yapısı elde edilebilmektedir (Şekil 5).

1. **Faz-ayrışık Yapılar:** Tabakaların yeterince genişlemediği ve aralarına polimer matrisin yeterince kolay giremediği yapılardır (RAY, 2003).

2. **İnterkalasyon Yapılar:** Tabakaların iyice genişlediği ve aralarına polimer matrisin kolayca girebildiği yapılardır (JORDAN, 2004).

3. **Eksfolidiye Yapılar:** Tabakalı yapının parçalanarak polimer matris içerisinde homojen olarak tamamen dağıldığı yapılardır. Eksfolidiye yapıları nanokompozitler, kil minerallerinin polimer içerisnde daha homojen dağılımı ve polimer ile kil nano-tabakaları arasındaki ara yüzey sonucu diğer nanokompozit yapılarına göre daha iyi özellikler göstermektedirler (LUO, 2003).



Şekil 5. Tabakalı kil/polimer nanokompozit yapılarının sınıflandırılması

Ayrıca, nanokompozit üretimi esnasında polimer matris içerisinde eksfolidiye veya interkale olmuş kil tabakalarının kümelenmesi sonucu, kısmi interkale ya da eksfolidiye yapılar elde edilebilir (THOSTENSON, 2004). Üretilen malzemenin yapısı, eksfoliasyon veya interkalasyon derecesine bağlıdır.

Bu yapıların karakterize edilmesinde iki teknik kullanılmaktadır. Düzensiz dağılıma sahip yapıdaki nanokompozitlerin yapısında tabakalar arasındaki mesafe X-ışınımı kırınımı (XRD) tekniği ile karakterizasyonu mümkündür (GILMAN, 1999). Tabakalar arasındaki mesafenin 8 nm yi geçmesi durumunda XRD yöntemi mümkün olmamaktadır ve bu tip nanokompozitler için geçirgenlik elektron mikroskobu (TEM) yöntemi kullanılmaktadır.

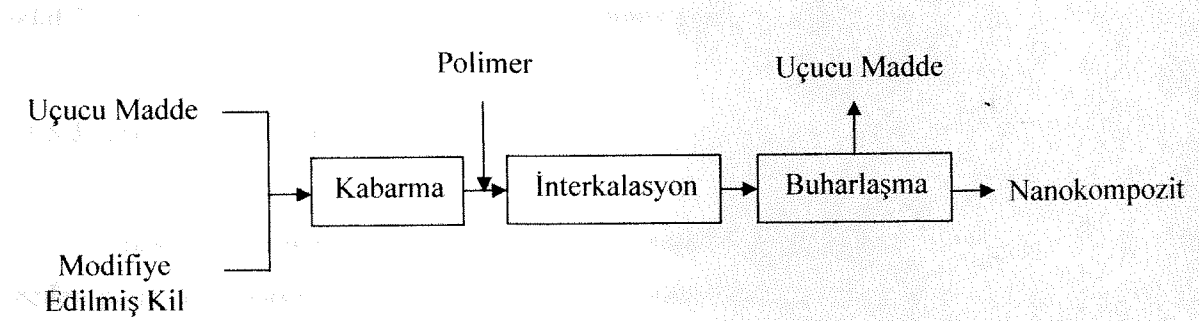
2.1.5 Nanokompozit Hazırlama Teknikleri

Aşağıda listelendiği gibi, nanokompozit üretimi esnasında genel olarak üç yöntem kullanılır. İstenilen ürün özelliklerine ve üretim verimliliğine göre, nanokompozit üretim yöntemi belirlenmelidir.

- Eksfoliasyon-adsorpsiyon yöntemi
- Tabakalar arasında polimerizasyon yöntemi
- Arayüzeyde erime yöntemi

2.1.5.1 Eksfoliasyon-Adsorpsiyon Yöntemi

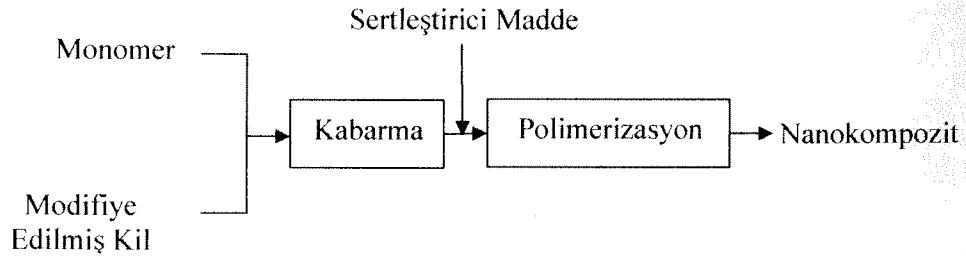
Tabakalı killerin, tek tek tabakalarına ayrılabilirdiği ve aynı zamanda polimerlerin çözünebildiği bir çözücü kullanılan yöntemdir (RAY, 2003). Uygun bir çözücü (su, kloroform veya toluen) ile killerde zayıf kuvvetlerle tutunan tabaka yığınları kolayca birbirinden ayrılabilir ve ondan sonra polimer ayrılmış tabakalar arasına girerek kil yüzeylerine adsorbe olmakta ve çoklu tabaka yapısı elde edilebilir (Şekil 6).



Şekil 6. Eksfoliasyon-adsorpsiyon yönteminin şematik gösterimi

2.1.5.2 Tabakalar Arasında Polimerizasyon Yöntemi

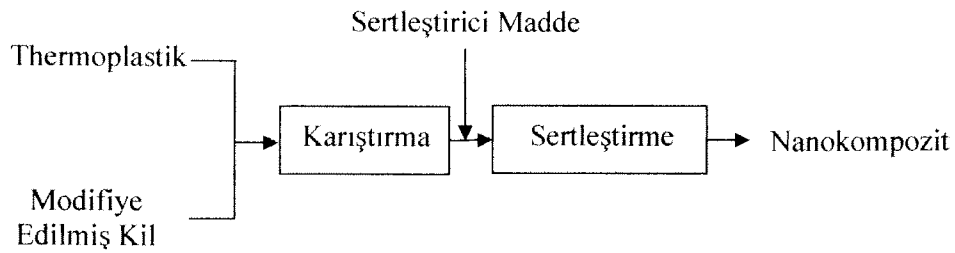
Bu yöntemde, polimer moleküllerinin iki tabaka arasında monomerlerin reaksiyonu ile oluşabilmesi için kil tabakaları monomer çözeltisi içerisinde şişkinleştirilir (AHMADI, 2004). Sertleştirici madde eklenmesi ile, polimerizasyon sonucu kil tabakalarının birbirinden ayrılıp polimer içerisinde homojen şekilde dağılımı sonucu yüksek dereceli eksfolidiye olmuş nanokompozit malzemeler elde edilebilir (Şekil 7). Polimerizasyon sıcaklıkla başlatılabilir. Başlatıcı veya katalizör monomer ile şişkinleştirme öncesinde kil yüzeyine difüzyonla veya kation değişim yöntemi ile yüzeye gönderilir.



Şekil 7. Tabakalar arasında polimerizasyon yönteminin şematik gösterimi

2.1.5.3 Ara yüzeyde Erime Yöntemi

Tabakalı kil ve polimer matris eriyik halde karıştırılır (MA, 2004). Bu koşullar altında seçilen polimerle tabaka yüzeyleri uyumluysa ve polimer ara yüzeye ilerlerse, ya tabakalar arasında polimer adsorpsiyonu ya da eksfoliasyon gerçekleşir. Bu teknikte çözücü kullanılmamaktadır (Şekil 8).



Şekil 8. Ara yüzeyde erime yönteminin şematik gösterimi

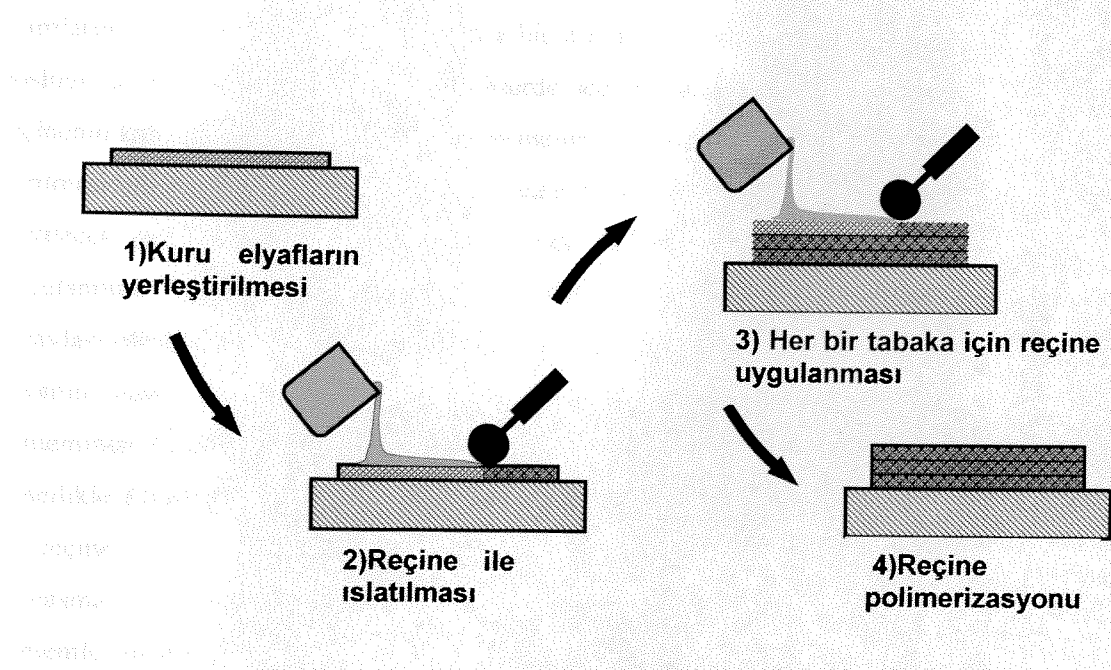
Bu yöntemler kullanılarak termoplastik nanokompozitler, termoset nanokompozitler ve elastomerik nanokompozitler elde edilebilmektedir. Hazırlanan nanokompozitlerin gaz geçirgenliğinin düşmesi, alevlenebilme özelliğinin azalması, direnç ve ısı direncinde artma, daha yüksek modül gibi mekanik ve materyal özelliklerinde gelişmeler olmaktadır. Bu özelliklerin belirlenmesi için elastik modülü, kırılma gerilimi, uzama, darbe dayanımı gibi gerilme özelliklerindeki etki, ısı kararlılık, alevlenmeyi engelleyici özellikler, gaz geçirgenliğini engelleme özellikleri, iletkenlik gibi birçok özelliği incelenmektedir.

2.1.6 Elyaf Takviyeli Kompozit Malzeme Üretim Yöntemleri

İstenilen özelliklerde ve biçimde kompozit malzeme üretimi için birçok yöntem bulunmaktadır. Bu yöntemlerden başlıcaları aşağıdadır;

2.1.6.1 El Yatırması Yöntemi

Önceden hazırlanmış kalıba döşenen elyaf yüzeylerinin fırça veya rulo yardımıyla polimer reçine ile ıslatılması suretiyle uygulanan en basit sistemdir. Elyaf yüzeylere rulo fırça kullanılarak reçine uygulanır ve elyafta kuru bir bölge kalmayınca kadar reçine elyafa emdirilir, arkasından diğer katman lamine edilerek istenilen kalınlığa ulaşıncaya kadar bu işlemler birbirlerini takip eder (Şekil 9). Genellikle, katılaşma oda sıcaklığında gerçekleşir. Katılaşma sürecini hızlandırmak için ısı uygulanabilir (DAWSON, 2006). Ancak, reçine viskozitesindeki değişimler katmanların reçine ile ıslanmasında sorun yaratabilir. Katılaşmanın tamamlanmasının ardından kompozit malzemenin kalıptan kolay ayrılması için üretimden önce kalıp yüzeyi kalıp ayırıcı malzeme ile kaplanmalıdır.



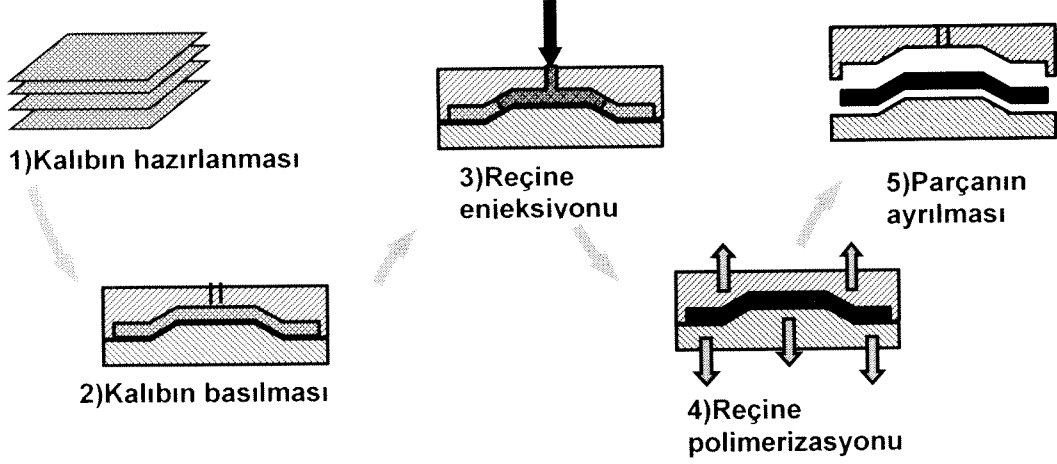
Şekil 9. El yatırması yönteminin şematik gösterimi

Kalıp ayırıcı olarak siklon, polivinilalkol (PVA), florokarbon veya plastik filmler kullanılabilir (LEE, 1990). En yaygın olarak kullanılan kalıp ayırıcı çözücü kimyasal içerisinde florokarbondur. Bu sistemde, kimyasal buharlaşmakta ve florokarbon kalıp üzerine ince film olarak yayılır. Silikonlar, kalıp ayırıcı olarak daha az tercih edilir. Kompozit katılaştıktan sonra silikon artıkları malzeme üzerinde kalabilmekte ve malzemenin işlenmesi ya da boyanması esnasında sorun yaratabilmektedir (ASM International Handbook 1987).

Kalıplar değişik malzemelerden üretilmektedirler ve değişik tipte olabilirler. Genellikle kalıplar, ağaçtan, plastikten, kompozitten ya da metalden yapılmaktadır. Uzun ömürlü kalıplar için, cam fiber/epoksi ya da metal kompozit kalıplar tercih edilir. Kompozit kalıplarda düzgün yüzey elde edilebilmektedir ve yüzey işlenmesi gerekmemektedir (LEE, 1990).

2.1.6.2 Reçine Transfer Yöntemi (RTM)

RTM yöntemi, elle yatırma sistemlerine göre daha hızlı ve uzun ömürlü olmakla birlikte, çift yüzü bir kalıp sistemi ile üretim gerçekleştirilir. Kalıp malzemesinin kompozit malzeme olarak seçilmesi çelik kalıp maliyetine göre daha düşüktür. Bu sistemde işlem adımlarını; kalıbın hazırlanması, dokuma biçimindeki elyaflar ya da ön şekilli fiberler kalıp boşluğuna yerleştirilmesi, değişik seviyelerde seçilebilen basınç ya da vakumun yardımı ile reçinenin kalıp boşluğuna enjeksiyonu, reçinenin polimerleşmesi ve üretilen parçanın kalıptan ayrılması oluşturur (Şekil 10). Ayrıca, dokuma biçiminde elyafların ayrı ayrı işlenmesi yerine üretilen parçanın şekil ve boyutlarına sahip ön şekilli fiberlerin direkt olarak işlemede uygulanması kompozitten daha yüksek elyaf hacim oranların elde edilmesi, prosesin kolaylaştırılması, zaman ve maliyet gibi avantajlar sunmaktadır. Bu yöntemde içerideki havanın dışarı çıkarılması ve reçinenin elyaf içine iyi işlemesi için vakum kullanılabilir. RTM yönteminde daha ince parçalar üretirken daha kolay şekil alabilmesi ve katılaşabilmesi için, genellikle düşük viskoziteli reçineler kullanılır (DAWSON, 2006). Gerekli ise, hem kalıp hem de reçine üretim sırasında ısıtılabilir. Katılaşma kalıp içerisinde gerçekleşmektedir ve katılaşma işlemi sırasında gerekliyse ısı uygulanabilir (KARLSSON, et al. 1997). Bu yöntemle geniş, karmaşık ve yüksek performanslı parçalar üretilebilir.



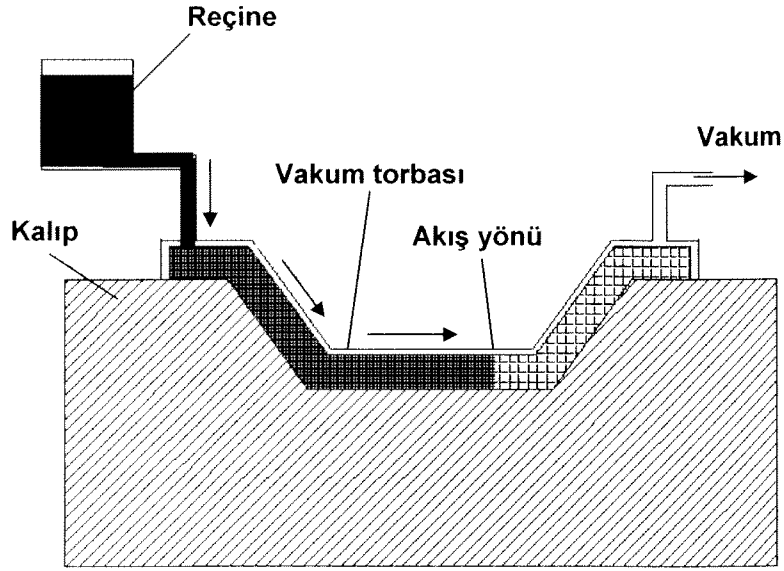
Şekil 10. RTM yönteminin şematik gösterimi

2.1.6.3 Vakum Destekli Reçine Kalıplama Yöntemi (VARTM)

Vakum Destekli Reçine Kalıplama Yöntemi, kompozit malzemeleri üretiminde kullanılan sıvı kalıplama teknolojisidir. Vakum desteği ile reçinenin kuru takviye malzemesine transfer edilmesi ile kompozit malzemeler elde edilir (CROTHERS, 2002).

Kompozit malzeme önce bir kalıba yerleştirilir, ardından bir vakum torbası en üst katman olarak yerleştirilir (Şekil 11). İçerideki havanın emilmesiyle vakum torbası, yatırılan malzemenin üzerine 1 atmosferlik basınç uygulayarak aşağıya çekilir. Sonraki aşamada tüm bileşim bir fırına yerleştirilerek reçinenin katılma işlemi için ısıtılır. Bu yöntem sıklıkla elyaf sarma ve yatırma teknikleri ile bağlantılı olarak uygulanır. Kompozit malzeme tamir işlemlerinde de VARTM yöntemi kullanılır.

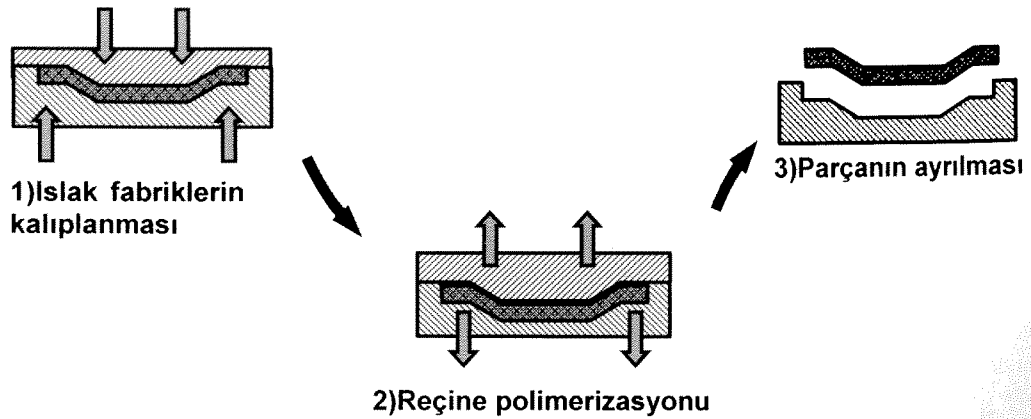
VARTM yönteminde reçine vakum desteği ile transfer edildiğinden dolayı, ısı ya da basınca gerek duyulmamaktadır. Bundan dolayı, VARTM yöntemi ile düşük maliyetle geniş parça üretimi yapılabilir.



Şekil 11. VARTM yönteminin şematik gösterimi

2.1.6.4 Hazır Kalıplama

Hazır kalıplama bünyesinde cam elyafı, reçine, katkı ve dolgu malzemeleri içeren kalıplamaya hazır, hazır kalıplama bileşimleri olarak adlandırılan kompozit malzemelerin (SMC,BMC) sıcak pres kalıplarla ürüne dönüştürülmesidir. Karmaşık şekillerin üretilmesi, metal parçaların bünye içine gömülebilmesi, farklı cidar kalınlıkları gibi avantajları bulunmaktadır. Ayrıca ürünün iki yüzü de kalıp ile şekillenmektedir. Diğer kompozit malzeme üretim tekniklerinin olanak vermediği vida deliği gibi karışık şekiller elde edilebilmektedir.



Şekil 12. Hazır kalıplama yönteminin şematik gösterimi

SMC takviye malzemesi olarak kırılmış lif ile dolgu malzemesi içeren bir reçinenin önceden birleştirilmesi ile oluşan macun biçiminde malzemedir. Sürekli lifler, 25-50 mm kırılmış olarak ve kompozitin toplam ağırlığının %25- 30 oranında kullanılır (LEE, 1990).

BMC takviye malzemesi olarak kırılmış lif ve dolgu malzemesi içeren bir reçinenin önceden birleştirilmesi ile oluşan hamur biçiminde malzemedir. Bu yöntem RTM' e benzer bir yöntemdir. Farklılığı reçine/elyaf karışımın kalıp dışarısında karışmış ve eritilerek basınç altında boş kalıp içine enjekte ediliyor olmasındadır. Sadece düşük viskoziteye sahip termoset reçineler bu yöntemde kullanılabilir (DAWSON, 2006). Diğer yöntemlere göre daha hızlıdır. Çocuk oyuncaklarından uçak parçalarına kadar birçok ürün bu yöntemle üretilmektedir.

2.1.7 Tabakalı Kil/Polimer Nanokompozitlerin Özellikleri

2.1.7.1 Kil Tabakalarının Mekanik Özelliklere Etkisi

İlk polimerik nanokompozit malzeme Toyota Merkez Araştırma laboratuvarlarında geliştirilmiş ve kil/naylon6 nanokompozit malzemeler tabakalar arası polimerizasyon yöntemi ile sentezlenmiş ve mekanik özellikleri incelenmiştir (GAO, 2004). Sonuç olarak, malzemenin mukavemet ve modülüs değerlerinde artış olduğu, örneğin, çekme mukavemetinde %40, eğilme mukavemetinde %60, çekme modülünde %68 ve eğilme modülü değerinde %126 artış gözlemlendiği belirtilmiştir.

Termoplastik polimerlere, örneğin polipropilen, kil takviyesi ile malzemenin modülüs değerlerinde artış elde edilmektedir. Hasegawa ve ark. nin yaptığı bir çalışmaya göre, polipropilen matriks içerisine ağırlıkça %6 kil eklenmesi sonucu malzemenin modülüs değerinde 1.8 kat artış olduğu belirtilmiştir (HASEGAWA, 1998).

Nigam ve ark. nin yaptığı çalışmada, epoksi matriks ile K10 tipi Montmorillonit kullanılarak nanokompozit malzemeler sentezlenmiş ve organik kil takviyesinin mekanik özelliklere etkisi incelenmiştir (NIGAM, 2004). Epoksi içerisine % 6 (ağ.) kil eklenmesi ile çekme modülünde %100, kırılma mukavemetinde %20 artış elde edilirken malzemenin kırılma uzaması değerinde %80 azalma gözlemlendiği belirtilmiştir. Ayrıca, organik ve inorganik kil içeren kompozitlerin mekanik özellikleri incelenmiş ve organik kil kompozitlerin daha iyi mekanik özellikler gösterdiği belirtilmiştir.

Ranta ve ark., kil/epoksi nanokompozit malzemelerin eğilme özelliklerini araştırmışlardır. Çalışmalarında, bisfenol A tipi epoksi ile organik olarak modifiye edilmiş kil

kullanılmıştır. Saf epoksiye kil eklenmesi sonucu eğilme mukavemeti ve modülü değerlerinde artış belirtilmiştir. Ağırlıkça %5 OMMT içeren nanokompozit malzemenin eğilme mukavemeti değeri 120 MPa dan 146 MPa a yükseldiği belirtilmiştir. Ayrıca, matrikse %5 OMMT eklenmesi ile eğilme modülü değerinde %42 artış elde edildiği belirtilmiştir (RANTA, 2003).

Lin ve ark. (LIN, 2005) eksfoliyeye olmuş nanoparçacıklarının epoksi matriksin mekanik özelliklerine etkisini incelemişlerdir. Epoksi matriks içerisine iki farklı tip nanoparçacık ilave edilmiştir. Organik olarak modifiye edilmiş Na-montmorillonit (cloisite-30B) ve inorganik olarak modifiye edilmiş titanyum dioksit parçacıkları katkı malzemesi olarak kullanılmıştır. Sonuç olarak, cloisite-30B içeren kompozit malzemelerinin çekme mukavemeti değeri hacimce yüksek konsantrasyonlarda düşüş göstermiştir. Bu davranış, yüksek kil konsantrasyonlarında nanoparçacık-polimer arayüzeyi arasındaki bağların zayıflamasıyla ilişkilendirilmiştir.

2.1.7.2 Kil Tabakalarının Termal Özelliklere Etkisi

Polimerik kompozitlerin termal kararlılığı, malzeme içerisinde organik fazların ısıtma sonucu kütle kaybından hesaplanmaktadır. Polimerik nanokompozitlerde iyileştirilmiş termal kararlılık davranışı silikat tabakalarından kaynaklanmaktadır. Silikat tabakaları uçucu gazların yayılımını engellemekte ve termal kararlılığı artırmaktadır. Velmurugan ve Mohan çalışmalarında epoksi matriks içerisine ağırlıkça %10 oranında OMMT ilave ederek termal kararlılığını artırdıklarını ve kompozit malzemenin saf epoksiye kıyasla 60 °C daha yüksek sıcaklığında bozulma gösterdiğini bildirmektedirler (VELMURUGAN, 2004).

Aynı zamanda, nanokompozit malzemelerin termal karakterizasyonu diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) ile incelenmektedir. CaCO₃ nanoparçacıkları içeren polimetilmetakrilatın (PMMA) camı geçiş sıcaklığı DSC ile ölçülmüş ve çalışma sonucunda nanoparçacıkların saf polimerin T_g değerini yüksek değerlere çektiği bildirilmiştir (AVELLA, 2001). Ağırlıkça %6 oranında CaCO₃ eklenmesi saf PMMA nun T_g değerini 90 °C den 125 °C e yükseltmiştir.

Chen ve Yang çalışmalarında, organosilikat/epoksi nanokompozitlerin T_g değerlerini DSC cihazı ile incelemişlerdir. Elde edilen sonuçlara göre, kil içermeyen epoksi polimerinin T_g değerinin 92.5 °C olduğu bildirilmiştir (CHEN, 2002). MMT ilavesi polimerizasyon sırasında polimerin T_g değerini 92.5 °C ye düşürdüğü gözlenmiş, bu değer %5 ve %20

organik olarak modifiye edilmiş kil takviyesi ile sırasıyla 117.4 ve 146.1 °C ye yükseldiği belirtilmiştir.

Ayrıca, Işık ve ark. çalışmalarında tabakalar arası polimerizasyon yöntemi ile üretilen tabakalı silikat/epoksi nanokompozit malzemeleri araştırmışlar ve malzemelerin T_g değerlerini DSC yöntemi ile incelemişlerdir (IŞIK, 2003). Sonuç olarak, MMT takviyesinin malzemenin T_g değerini yükselttiği belirtilmiştir. Ağırlıkça %3 kil içeren nanokompozit malzeme saf polimere göre daha yüksek T_g değere sahip olduğu gözlenmiştir. Bu davranış, silikat tabakaları polimer zincirlerinin hareketini azaltmaları ile ve polimer moleküllerinin daha yüksek T_g değerlerine sahip olmaları ile ilişkilendirilmiştir.

2.1.7.3 Kil Tabakalarının Optik Geçirgenlik Özelliğine Etkisi

Nanokompozitlerin bir diğer önemli özelliği ise yüksek ışık geçirgenlikleridir. Geleneksel kompozitler oldukça opak malzemelerdir, çünkü malzeme içerisindeki parçacıklar ya da fiberler ışığın saçılmasını engellemektedir. Nanokompozit malzemelerde ise silikat parçacıkları 1 nm kalınlığa sahiptirler. Bundan dolayı, tabakalar polimer içerisinde homojen olarak yayıldıkları zaman ışık geçirgenlik özellikleri artmaktadır (SALAHUDDIN, 2004).

Deng ve çalışma ark. (DENG, 2003) MMT ve bisfenol A tipi epoksi ile hazırlanan nanokompozit malzemelerin ışık geçirgenlik spektrumunu incelemişlerdir. Sonuç olarak, OMMT ilavesinin nanokompozitin ışık geçirgenliğini etkilediği bildirilmiştir. OMMT ilavesi arttıkça, malzemenin ışık geçirgenliği değerlerinin tüm dalgaboyu aralıklarında azaldığı gözlenmiştir. Silikat parçacıkları arttıkça birim hacme düşen parçacık alanının arttığı ve bundan dolayı epoksi matriks ile kil arayüzeyine çarpan ışığın sönme miktarının arttığı bildirilmiştir.

Değişik konsantrasyonlarda (ağ. %0, 5, 10, 20 ve 24) nanometre boyutundaki silika parçacıklarının epoksi esaslı nanokompozitlerin ışık geçirgenliklerine etkisi Zhou ve ark. (ZHOU, 2004) tarafından incelenmiştir. Malzemelerin ışık geçirgenliği özelliği 300-900 nm dalgaboyu aralığında incelenmiştir. Elde edilen sonuçlara göre, silika takviyesi malzemenin ışık geçirgenliğinde azalmaya neden olduğu belirtilmiştir.

2.1.8 Tabakalı Kil İçeren Fiber Takviyeli Kompozitlerin Özellikleri

Fiberlerle güçlendirilmiş kompozit malzemelerde matriks içerisine nano parçacık takviyesi günümüzün çalışılan konularından biridir. Genellikle, matriks içerisine nanoparçacık ilavesi fiber takviyeli kompozit malzemelerin mekanik ve termal özelliklerini etkilemektedir.

Kornmann ve ark. nın yaptığı çalışmada, tabakalı kil/epoksi matriks içeren cam fiber takviyeli laminalar incelenmiştir (KORNMAN, 2005). Sonuç olarak, matriks sistemine nanoparçacık eklenmesi ile kompozit malzemenin eğilme mukavemetinde artış sağlandığı belirtilmiştir. Bu artışın tabakalı killerin cam fiberlerin yüzeyine tutulması ile ilişkili olduğu, killerin matriks ile fiberler arasındaki arayüzeyi iyileştirdiği belirtilmiştir.

Gonjy ve ark.ları çalışmalarında, reçine transfer yöntemi ile üretilmiş karbon nanotüp/epoksi matriksli cam fiberlerle güçlendirilmiş polimer kompozitleri incelemiştir (GONJY, 2005). Elde edilen sonuçlara göre, nanotube içeren matriks sisteminin kırılma tokluğu, çekme mukavemeti gibi malzemenin mekanik özelliklerine belirgin bir etkisi olmadığı belirtilmiştir.

2.2 DENEYSEL PROSEDÜR

2.2.1 Malzemeler

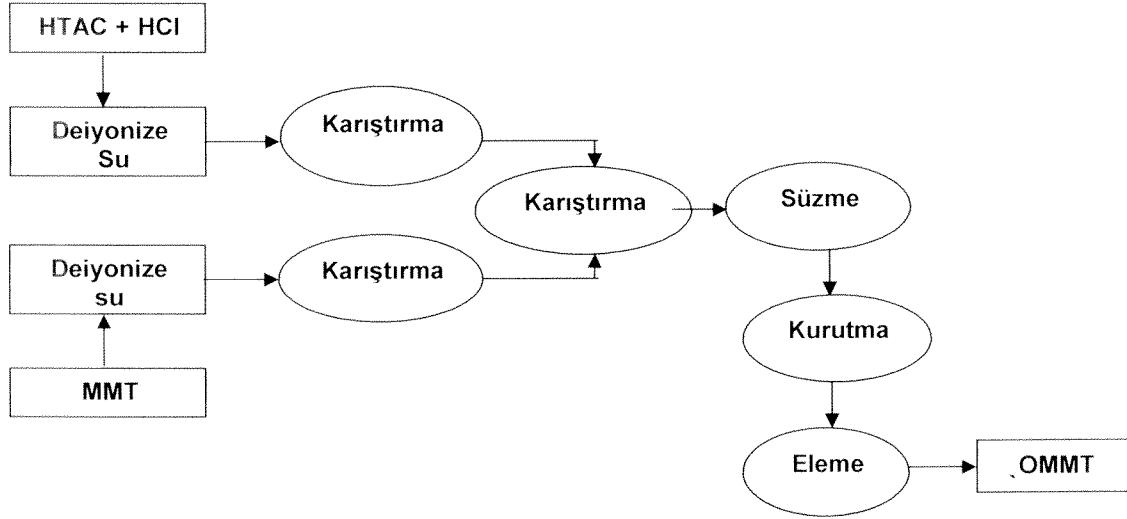
Bu çalışmada, Bisphenol-A tip termoset epoksi reçine (Aero A.Ş., Türkiye) ve Na⁺ katyonlu montmorillonite (MMT, K10- Aldrich) kullanılarak nanokompozit malzemeler üretilmiştir. Literatür araştırmasına göre, montmorillonitin tipik özellikleri aşağıda tablo olarak verilmiştir (Tablo 1). Cam fiber olarak 0/90 oriyantasyonuna sahip kıvrımsız E-cam katmanları (Metyx-Telateks A.Ş., Türkiye) kullanılmıştır. Epoksi reçinenin polimerizasyonu için amin bazlı dondurucu kullanılmıştır. Kullanılan kil 220 m²/g yüzey alanına ve 120 meq/100 gr katyon değişim katsayısına sahiptir. Dolgu malzemesini modifiye etmek için 25%’lik sulu çözelti halindeki heksadesiltrimetilamonyum klorür (HTAC, Aldrich) ve % 35’lik hidroklorik asit kullanılmıştır.

Tablo 1. Montmorillonit kilinin tipik özellikleri

Özellikler	Montmorillonit
Boyut (μm)	0.01-1.0
Şekil	İnce tabaka
Kabarma Kapasitesi	Yüksek
Tabakalar Arası Boşluk Mesafesi	1.0–2.0
Bağ Yapısı	Van der Walls
Katyon Değişim Kapasitesi (CEC)	120 meq/100 g

2.2.2 Kil Modifikasyonu

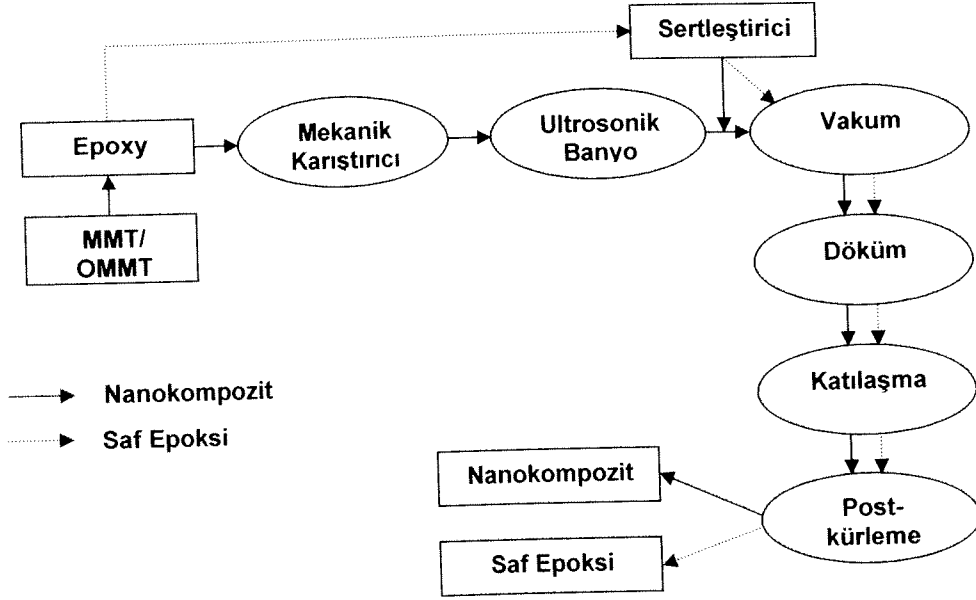
Şekil 13 de montmorillonit kil parçacıklarının yüzey modifikasyonun adımları şematik olarak gösterilmektedir. 20 gr Na^+ montmorillonite (MMT) tamamen dağılıncaya kadar 400 mL deiyonize su içinde 80°C de karıştırılmıştır. 0.05 mollük hegzadesiltrimetilamonyum klorür (HTAC) ve 4,8 ml hidroklorik asit (HCl) 100mL deiyonize su içine katıldıktan sonra, bu karışım daha önce hazırlanan kili çözeltiliye eklenerek 80°C de 1.5 saat karıştırılmaya devam edilmiştir. Sodyum katyonları içeren montmorillonite galerilerinde Hekzadesiltrimetilamonyum molekülleri Na^+ ile katyon değişimi sonucu organofilik özellikte kil elde edilmiştir. Çözelti soğumaya bırakılıp, daha sonra filtre edilmiştir. Filtre edilen malzeme içerisinde çözülmüş klor iyonlarının varlığı 0.1 M AgNO_3 çözeltisi kullanılarak tespit edilmiş ve çözeltiden klor iyonları tamamen uzaklaştırılana dek deiyonize su ile yıkama gerçekleştirilmiştir (SALAHUDDIN, 2004). Elde edilen klor iyonundan arındırılmış ve modifiye edilmiş kil (OMMT), fırında 70°C de sabit tartıma ulaşana kadar kurumaya bırakılmıştır. Kurumuş haldeki modifiye edilmiş kil kullanılmadan önce öğütülmüş ve elenmiştir.



Şekil 13. Kil modifikasyonun şematik gösterimi

2.2.3 Tabakalı kil / epoksi nanokompozitlerin üretilmesi

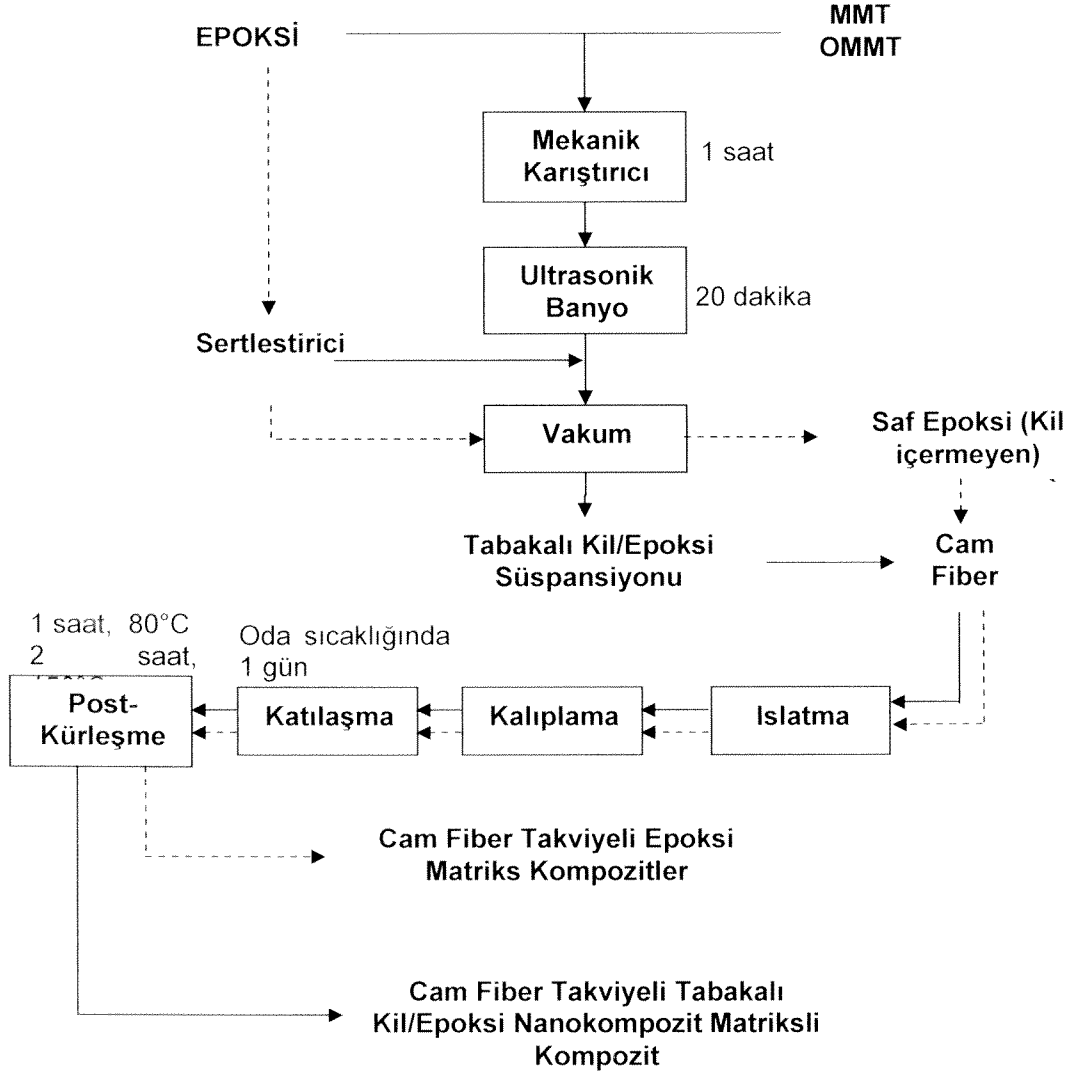
Bu çalışmada ağırlıkça % 1, 3, 6, 10 oranında modifiye edilmiş yani organofilik özellikler kazandırılmış kil (OMMT) ve modifiye edilmemiş kil (MMT) içeren epoksi esaslı nanokompozit malzemeler üretilmiştir. Şekil 14 de tabakalar arası polimerizasyon yönteminin üretim aşamaları şematik olarak verilmiştir. Belirtilen oranlarda kil içeren epoksi, mekanik karıştırıcıda 1 saat boyunca karıştırılmıştır. Bu işlemi kil parçacıklarının homojen dağılımı ve galeri boşluklarına epoksi moleküllerinin dağılmasını sağlamak amacıyla ultrasonik banyoda 20 dakika süreyle tutulması işlemi izlemiştir. Elde edilen karışımlara 35/100 oranında eklenmiştir. Bu işlemin sonucunda reçine, oluşan hava kabarcıklarının giderilmesi için 15 dakika vakum ortamında tutulmuştur. Vakumlama işleminden sonra hazırlanan karışım silikon kalıplara dökülerek oda sıcaklığında katılaşmaya (kürleme) bırakılmıştır. Katılaşma işlemi tamamlandıktan sonra 1 saat 80 °C ve 2 saat 150 °C 'de post kürleme işlemi yapılmıştır.



Şekil 14. Tabakalar arası polimerizasyon yöntemi ile nanokompozit üretimi şematik gösterimi

2.2.4 Cam fiberlerle mukavemetlendirilmiş tabakalı kil /epoksi nanokompozitlerinin üretilmesi

Cam fiberlerle mukavemetlendirilmiş ve epoksi nanokompozitlerin matris malzemesi olarak kullanıldığı kompozitler, ağırlıkça % 1, 3, 6, 10 oranında modifiye edilmiş kil (OMMT) ve modifiye edilmemiş kil (MMT) içeren epoksi esaslı nanokompozit malzemelerin matris olarak kullanılması ile üretilmiştir. Üretilmiş olan kompozit malzemelerin boyutları 25x25x4 mm'lik düz levhalar olarak önceden belirlenmiştir. Hazırlanan kil-epoksi reçine sistemleri alüminyum rulo ile cam katmanlara uygulanmıştır. Reçine ile ıslatılmış elyaf tabakaları PTFE kalıp içerisinde oda sıcaklığında preslenerek lamine edilmiş ve kürleşmeye bırakılmıştır. Kürleşme işlemi bittikten sonra kalıptan çıkarılan kompozit katmanlar 1 saat süre ile 80 °C ve 2 saat süre ile 150 °C 'de post katılma işlemi uygulanmıştır. Cam elyaf takviyeli kompozit malzemelerin üretim aşamalarının şematik gösterimi Şekil 15 de verilmiştir.



Şekil 15. Fiber takviyeli kompozit üretiminin şematik gösterimi

2.2.5 Fiber Hacim Oranı

Cam fiber takviyeli tabakalı kil/epoksi nanokompozit malzemelerin fiber hacim oranları matriks yanma testi ile ölçülmüştür. Ağırlıkları tartılan kompozit malzemeler fırında 600 °C de yakılmıştır. Daha sonra, geriye kalan fiber ağırlıkları tartılmış ve ağırlıkları fiberlerin yoğunluklarına bölünerek malzemenin fiber hacim oranları hesaplanmıştır. Katmanların fiber hacim oranları (V_f) aşağıdaki formül kullanılarak hesaplanabilir.

$$V_f = \frac{v_f}{v_f + v_m} \times 100 = \frac{\frac{m_f}{\rho_f}}{\left(\frac{m_f}{\rho_f} + \frac{m_m}{\rho_m}\right)} \times 100$$

Bu denklemde v_f ve v_m fiber ve matrisin hacmini, m_f ve m_m fiber ve matrisin ağırlığını ve ρ_f ve ρ_m fiber ve matrisin yoğunluğunu ifade etmektedir.

2.2.6 Nanokompozit Malzemelerin Karakterizasyonu

Kil/epoksi nanokompozit malzemelerinde ve aynı zamanda bu sistemlerin matrisi olarak kullanıldığı cam elyaf takviyeli kompozit malzemelerinde kil parçacıklarının polimer içerisindeki dağılımı çeşitli karakterizasyon teknikleri kullanılarak takip edilmiştir. Organik olarak modifiye edilmiş ve edilmemiş kil ilavesinin nanokompozit numunelerin mikroyapı, ısıl, mekanik ve optik özellikleri üzerine etkileri incelenmiş ve dolgusuz numunelerin özellikleriyle karşılaştırılmıştır.

2.2.6.1 Mikroyapı Karakterizasyonu

2.2.6.1.1 X-Işınları Kırınımı Yöntemi (XRD)

Organik olarak modifiye edilmiş (OMMT) ve edilmemiş (MMT) montmorillonit mineralleri ve ağırlıkça değişik oranlarda MMT ya da OMMT içeren kompozit malzemeler XRD yöntemiyle, Philips X'Pert Pro kırınım cihazı kullanılarak $\text{CuK}\alpha$ radyasyonu ile ölçülmüştür. Toz haline getirilmiş örnekler, $2-12^\circ$ arasındaki kırınım açılarında (2 θ) difraksiyon değerleri analiz edilmişlerdir. Bu yöntemle, nanokilin yapısı hakkında bilgi elde edilmiş, katyon değiştirme işleminden önce ve sonra, tabakalar arası mesafe ölçülmüştür.

2.2.6.1.2 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

Kil/epoksi nanokompozit malzemelerin ve cam fiber takviyeli katmanların kırık yüzey kırık yüzey mikroyapı analizleri Philips XL 30SFEG SEM cihazı kullanılarak yapılmıştır. Bu

yöntemle, malzemelerin kırık yüzeyleri, kil tabakalarının polimer içerisinde dağılımı davranışı, cam fiber ile tabakalı kil/epoksi matrisi arayüzeyi ve kırılma mekanizmasında kil minerali yüklemenin etkileri incelenmiştir. Örnekler, SEM ile incelenmeden önce altın ile kaplanmıştır.

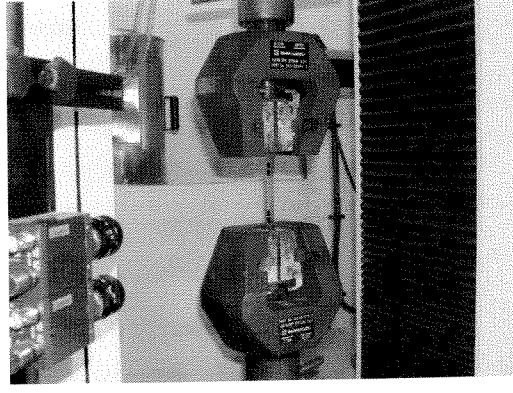
2.2.6.1.3 Optik Mikroskop

Kompozit malzeme içerisinde kil modifikasyon sonucu meydana gelen hava kabarcıklarını ve ayrıca, fiber takviyeli nanokompozit katmanlardaki kıvrımsız cam fiberlerin matris içerisindeki dağılımını inceleyebilmek için parlatılmış numuneler optik mikroskop ile incelenmiştir. Zımparalama 240, 600, 800 ve 1200'lük zımpara kâğıtları kullanılarak, parlatma ise 9, 6, 3 ve 1 µm'luk elmas sıvıları kullanılarak ipek keçeler üzerinde yapılmıştır. Nikon Eclipse L150 optik mikroskobu parlatılmış numunelerin analizi için kullanılmıştır.

2.2.6.2 Mekanik Özelliklerinin Karakterizasyonu

2.2.6.2.1 Çekme Testi

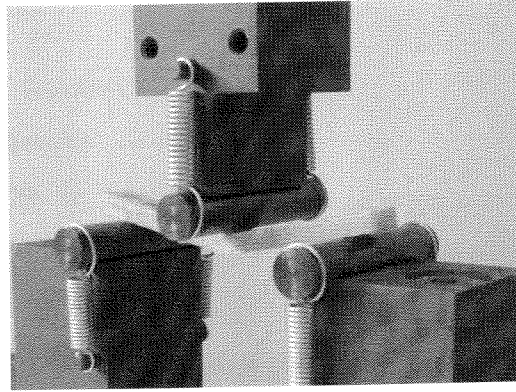
Kompozit malzemelerin çekme mukavemetini ve modülünü hesaplamak için edilen mekanik çekme test numuneleri ASTM D 3039M-93 standardına göre hazırlanmış ve test edilmiştir. Şekil 16'de çekme test numunesinin yükleme ve ekstensiometre ile gerinim (strain) ölçümü görüntüsü yer almaktadır. MMT ve OMMT içeren kompozit numunelerinin her birinden en az 5 adet örnek hazırlanmış ve SchimatzuTM Universal test cihazı kullanılarak çekme testi uygulanmıştır. Bütün testler oda sıcaklığında 2 mm/dak. hızla gerçekleştirilmiştir. Elde edilen stres-strain eğrileri üzerinde başlangıçta elastik deformasyonun gerçekleştiği lineer bölümün eğiminden elastik modül, elastikten plastik deformasyona geçişin gerçekleştiği stres değerinden akma stresi değeri hesaplanmıştır.



Şekil 16. Çekme test numunesinin yükleme anındaki görünümü

2.2.6.2.2 Eğilme Testi

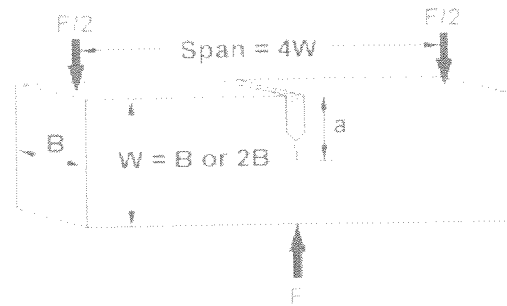
Nanokompozit malzemelerin eğme mekanik davranışı üzerinde kil konsantrasyonunun ve yüzey modifikasyonların etkileri belirlemek için ASTM D 790M-86 standardı ile üç nokta eğme testleri gerçekleştirilmiştir. Bu amaçla, numunelere üç nokta eğme konfigürasyonunda yük uygulanmıştır. Schimatzu™ Universal test cihazı kullanılmış ve yükleme hızı 1.7 mm/dak. olarak seçilmiştir. Elde edilen kuvvet-uzama grafiklerinin eğimi kullanılarak eğme elastik modülü değerleri hesaplanmıştır. Şekil 17'da eğme test numunesinin eğilme testi yükleme görüntüsü yer almaktadır.



Şekil 17. Eğilme test numunesinin yükleme anındaki görünümü

2.2.6.2.3 Kırılma Tokluğu Testi

Malzemelerin kırılma tokluğu tek kenardan çeltikli eğme testi ile incelenmiştir ve numuneler ASTM D5045-91a standardına göre hazırlanıp test edilmiştir. Tek kenardan çeltikli eğilme deneyi için kompozit numunelerinin her birinden 8 mm eninde (W), 4 mm kalınlığında (B) ve 40 mm uzunluğunda en az 5 adet örnek hazırlanmıştır ve yükleme hızı 10 mm/dak. olarak seçilmiştir. Çatlak uzunluğu, a, $0.45 < a/W < 0.55$ aralığında seçilmiştir (Şekil 18).



Şekil 18. Kırılma tokluğu test numune geometrisi

2.2.6.3 Termal Özelliklerinin Karakterizasyonu

2.2.6.3.1 Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC)

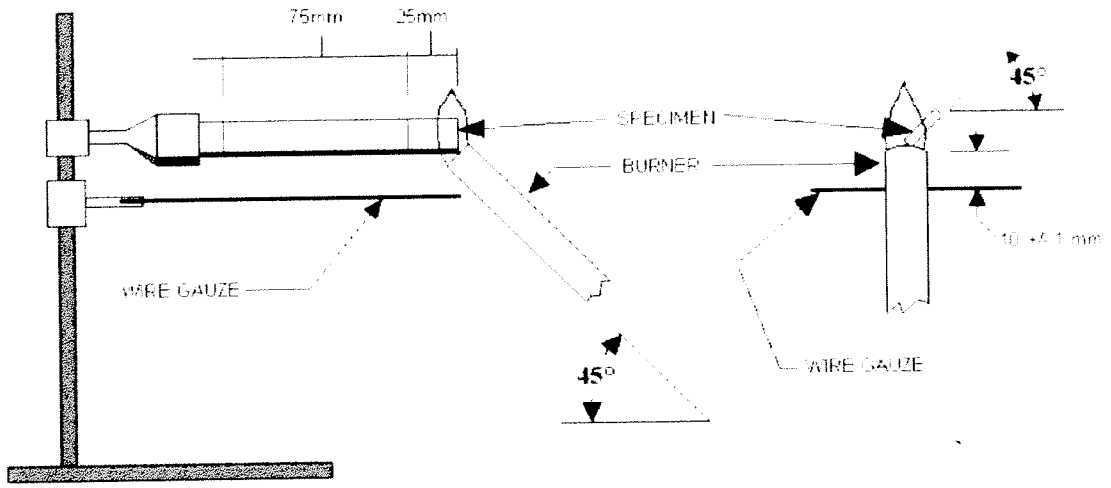
Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC), örnek ısıtılırken, soğutulurken yada sabit bir sıcaklıkta tutulurken soğurulan yada salıverilen enerji miktarını ölçer. Bu teknikte, referans ile örnekten gelen ya da uzaklaşan ısı farkı sıcaklığa bağlı olarak gösterilir ve malzemenin fiziksel özellikleri, örneğin, erime sıcaklığı, camlı geçiş sıcaklığı, yada reaksiyon kinetiği incelenebilmektedir (SKOOG, 1998). Epoksi reçine içerisine kil mineralinin eklenmesinin camlı geçirgenlik sıcaklığına (T_g) olan etkisi, nitrojen atmosferi altında ve 50 ml/dakika akış hızında TA Instrument Q10 model DSC cihazı ile analiz edilmiştir. DSC analizi için, her bir örnekten 5-6 mg kesilmiş ve alüminyum kaba konarak DSC cihazına yerleştirilmiştir. Dinamik ölçümler, 25 °C ile 200 °C arasında, sıcaklık dakikada 10 °C artırılarak yapılmıştır.

2.2.6.3.2 Dinamik Mekaniksel Analiz (DMA)

Dinamik Mekaniksel Analiz (DMA), malzemelerin üzerine belirlenen bir frekansta artıp azalan yük motoru kullanarak, malzemelerin viskoelastik özelliklerini ölçer. Sıcaklığın, “Storage modülüs” (deformasyona karşı maddenin elastik davranışına karşılık gelmektedir) “Loss modülüs” (deformasyona karşı maddenin plastik davranışını ifade etmektedir), $\tan\delta$ (moleküler hareketliliğin geçişinin bir göstergesidir)’nın bir fonksiyonu olarak bir maddenin salınım deformasyonuna gösterdiği tepki hakkında bilgi vermektedir. DMA analizi için, 55x12x2mm boyutlarında numuneler hazırlanmış 25 °C ile 150 °C arasında, sıcaklık dakikada 2 °C artırılarak ölçümler yapılmıştır.

2.2.6.3.3 Yanma Direnci

UL 94 testinde test çubuğuna belirli sabit bir süre için uygulanan alev ardından alevin sönme süresi ölçülür. Bu yöntemde, küçük ölçekte laboratuvar deney sistemi kurulmuş ve epoksiye ya da cam fiber takviyeli epoksi kompozit malzemeye kil ilavesinin malzemenin yanma hızına veya yanma zamanına olan etkisi gözlenmiştir. Bu amaçla, kompozit test çubuğu yatay konumda tutulmuş ve örneğe 45° açıyla alev uygulanmaktadır (Şekil 19). 10 mm genişliğinde, 4 mm kalınlığında ve 125 mm uzunluğunda test çubukları ASTM D635-91 standardına göre hazırlanmıştır. Alev test çubuğuna 20mm yüksekliğinde 30 sn boyunca yada alev 25 mm işaretine ulaşıncaya kadar tutulmuştur. Eğer test çubuğu alev çekildikten sonra yanmaya devam ediyorsa, 25 mm ile 100mm arasındaki yanma süresi kaydedilmiştir. Eğer alev 100mm ye gelmeden durduysa, yanma zamanı ve test çubuğunun yanan uzunluğu ölçülmüş ve kaydedilmiştir.



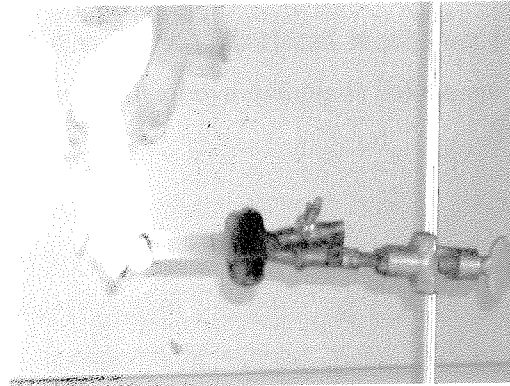
Şekil 19. UL 94 yatay yanma testinin şematik gösterimi (WEB_1)

Test çubuğunun yatay yanma hızı, ortalama yanma miktarı (AEB) ve ortalama yanma süresi (ATB) aşağıdaki formüller ile hesaplanabilir.

$$\text{Yanma Hızı} = \text{yanma uzunluğu} / (t_{\text{yanma}} - t_{25\text{mm}})$$

$$\text{AEB} = \sum(100\text{mm-yanmayan uzunluk}) / (\text{test çubuğu sayısı})$$

$$\text{ATB, mm} = \sum(t_{\text{yanma}} - t_{25\text{mm}}) / (\text{test çubuğu sayısı})$$



Şekil 20. UL-94 testi

2.2.6.4 Işık Geçirgenliği Özelliklerinin Karakterizasyonu

Tabakalı kil/epoksi nanokompozit malzemelerin ışık geçirgenliği özelliklerini inceleyen HR 2000 yüksek çözünürlüklü minyatür fiber optik spektrometre (Ocean Optics) kullanılmıştır. Malzemenin optik özelliklerini inceleyen genellikle dört çeşit ölçüm yapılabilmektedir: soğurganlık, ışık geçirgenliği, yansımaya ve relatif aydınlatma.

Soğurganlık analizi, malzemenin ne kadar ışık soğurabildiğini ölçebilmektedir. Birçok örnek için, soğurganlık maddenin konsantrasyonu ile doğru orantılıdır. Soğurganlık (A_λ) aşağıdaki formül ile hesaplanabilir.

$$A_\lambda = -\log_{10} \frac{(S_\lambda - D_\lambda)}{(R_\lambda - D_\lambda)}$$

Bu denklemde S_λ malzemenin λ dalga boyundaki yoğunluğunu, D_λ karanlık ortamda malzemenin λ dalga boyundaki yoğunluğunu, R_λ referans malzemenin λ dalga boyundaki yoğunluğunu ifade etmektedir.

Işık geçirgenliği, malzemedan geçen ışık enerjisi ile referanstan geçen ışık enerjisinin birbirine oranıdır. $\%T_\lambda$ aşağıdaki formül ile hesaplanabilir.

$$\%T_\lambda = -\log_{10} \frac{(S_\lambda - D_\lambda)}{(R_\lambda - D_\lambda)}$$

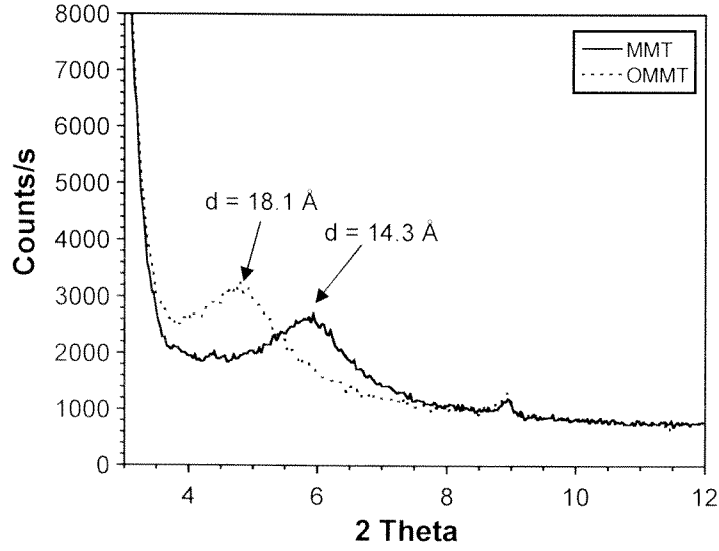
Dört farklı kalınlıkta (1, 2, 4 ve 6 mm) hazırlanan nanokompozit malzemelerin ışık geçirgenlik özellikleri 200 ile 1100 nm dalga boyu aralığında bakılmıştır. Tüm ölçümler oda sıcaklığında yapılmıştır.

2.3 DENEYSEL SONUÇLAR

2.3.1 Mikro yapısal Özellikler

Nanokompozitlerin mikro yapısal karakterizasyonu incelemek için X-Işını Kırınımı (XRD) tekniği kullanılmıştır. XRD tekniği ile analiz edilecek numuneler öğütülerek toz haline

getirilmiş ve toz numuneler CuK_α ışınımı ile analiz edilmiştir. Şekil 21'de modifikasyon işlemine tabi tutulmuş (OMMT) ve modifiye edilmemiş (MMT) kil malzemesine ait XRD analizi sonuçları yer almaktadır. Modifiye edilmiş kil tabakalarının galeri mesafelerinin, modifiye edilmemiş ile kıyaslandığında artış gösterdiği ve tabakalar arası mesafenin modifiye işlemiyle birlikte 14.8 \AA ($2\theta=6.17^\circ$) dan 18.5 \AA ($2\theta=4.87^\circ$) değerine çıktığı gözlenmiştir.



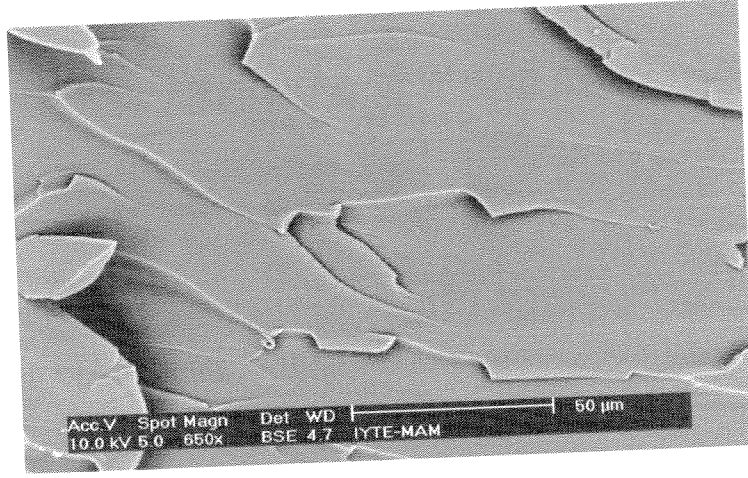
Şekil 21. MMT ve OMMT'ye ait XRD sonuçları

Şekil 22, 23 ve 24'de saf epoksi ve %10 oranında modifiye edilmiş kil (OMMT) içeren tabakalı kil/epoksi nanokompozit numunelerin çekme yükü altında oluşmuş kırılma yüzeylerine ait SEM görüntüleri yer almaktadır. Şekil 22'de görüldüğü gibi içinde kil bulunmayan epoksi malzeme gevrekçi bir biçimde kırılmıştır. Epoksiye çok düşük oranda OMMT ilavesi ile birlikte numunenin kırılma mekanizması tamamen değişmektedir. OMMT kil içeren epoksi numunede topaklanmaya (agglomerate) de bağlı olarak kırılma mekanizmasının daha kompleks hale geldiği ve kırılma alanının arttığı gözlemlenmektedir.

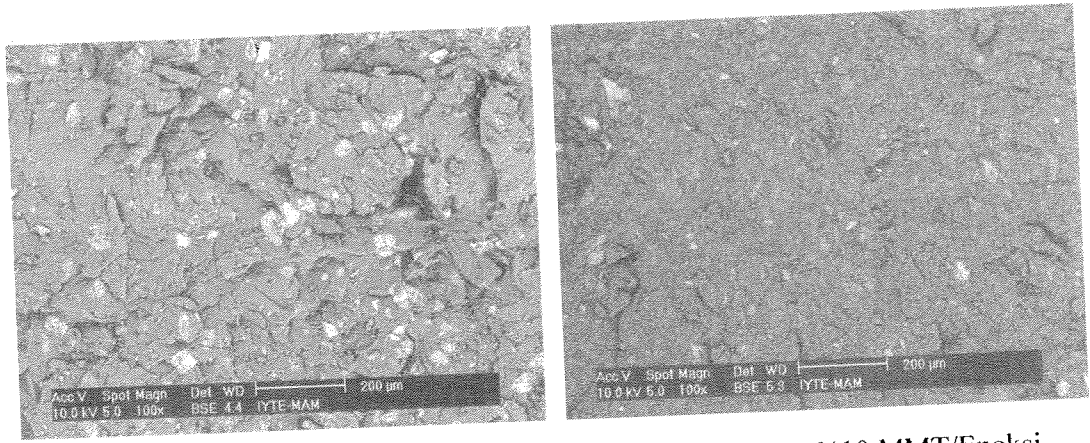
Yüksek kil konsantrasyonlarda yüksek oranlarda kil topaklanmaları gözlenmektedir. Bu topaklanmalar kil/epoksi arayüzünde zayıf bağlara neden olmakta ve yüksek kuvvet konsantrasyonlar oluşturmaktadır.

Şekil 23 (a) da görüldüğü gibi OMMT parçacıkları epoksi matrisi içerisinde daha iyi dağılım göstermektedir. Yüzey modifikasyonu OMMT parçacıklarının epoksi içerisindeki

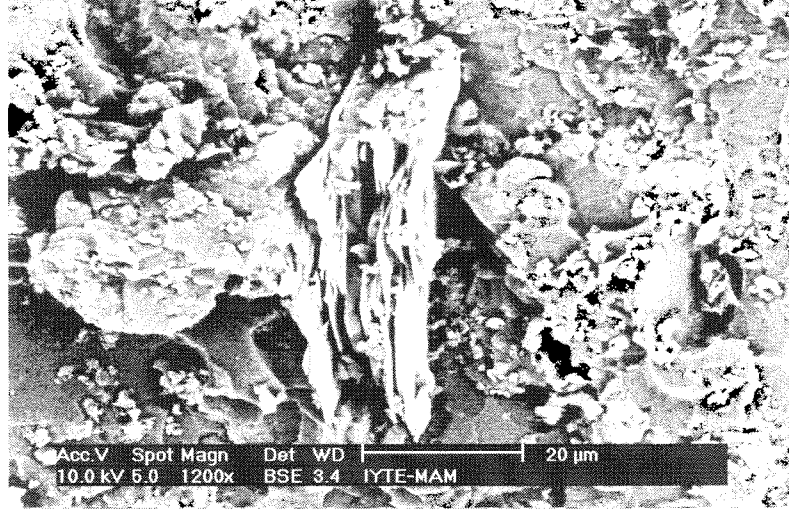
dağılımını homojen hale getirmektedir. Şekil 23 (b) de açıkça modifiye edilmemiş MMT parçacıklarının epoksi içerisinde büyük topaklanmalara neden olduğu gözlenmektedir.



Şekil 22. Katkısız epoksinin kırılma yüzeyi

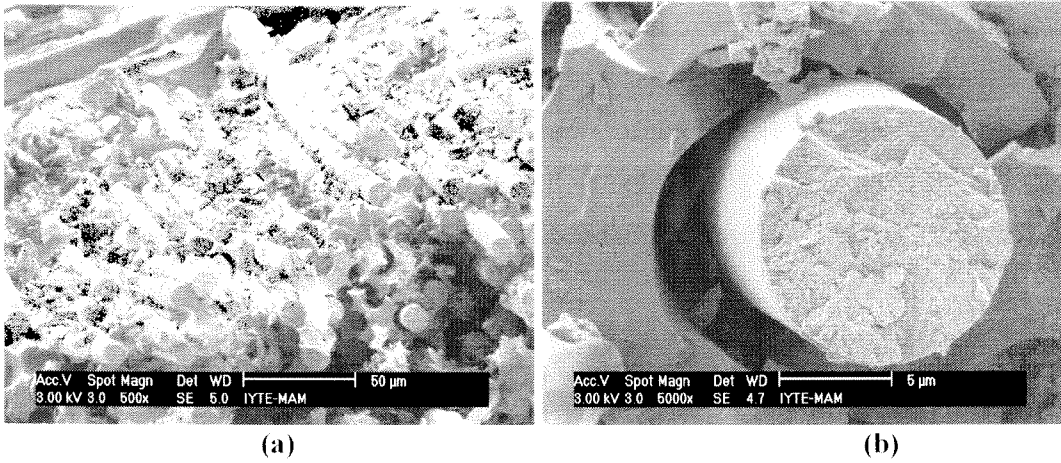


Şekil 23. Tabakalı kil /epoksi nanokompozitlerin kırılma yüzeyi (a) %10 MMT/Epoksi nanokompozit (b) % 10 OMMT/Epoksi nanokompozit

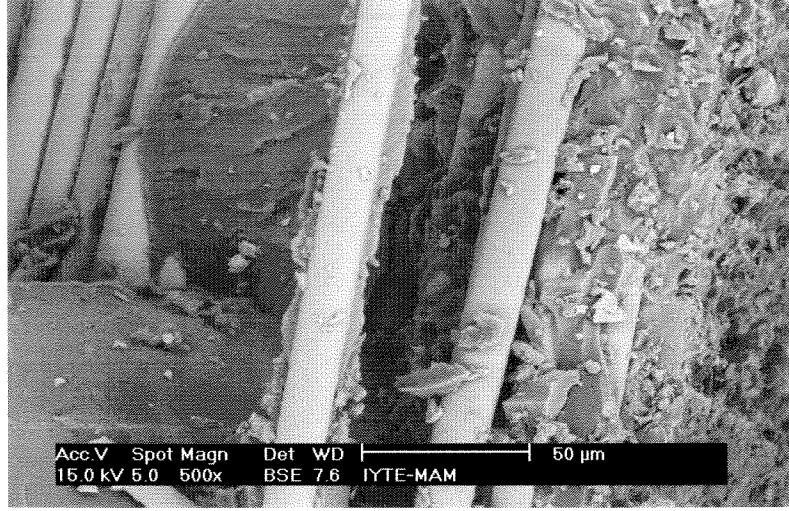


Şekil 24. Tabakalı kil /epoksi (ağ. % 10 OMMT) nanokompozitlerin kırılma yüzeyi 1200x

Şekil 25 ve 26'de katkısız epoksi ve %10 oranında modifiye edilmiş kil (OMMT) içeren epoksi ile hazırlanmış cam fiberlerle mukavemetlendirilmiş nanokompozit numunelerin çekme yükü altında kırılma yüzeylerine ait SEM görüntüleri yer almaktadır. Şekil 25 ve 26 incelendiğinde kil ilavesinin fiber-matriks arayüzündeki bağlanmayı arttırdığı gözlenmiştir.



Şekil 25. Cam fiber/epoksi kompozitlerin SEM kırılma yüzeyi (a) 500x (b) 5000x

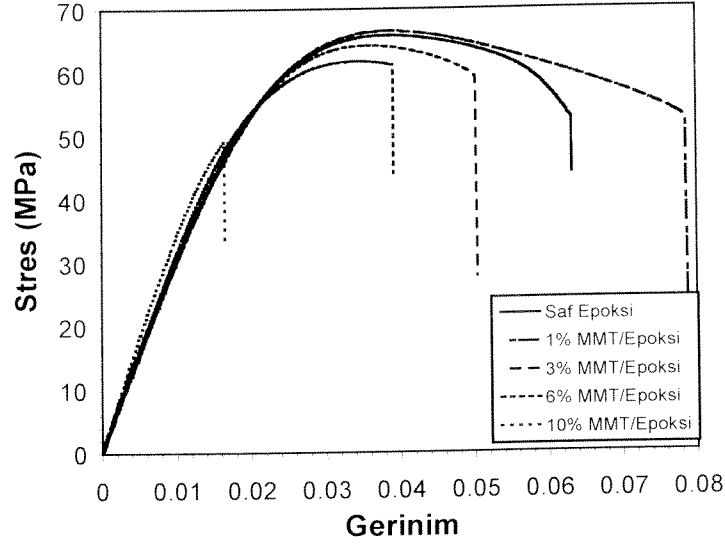


Şekil 26. Cam fiberlerle mukavemetlendirilmiş tabakalı kil /epoksi (ağ. % 10 OMMT) nanokompozitlerin SEM kırılma yüzeyi

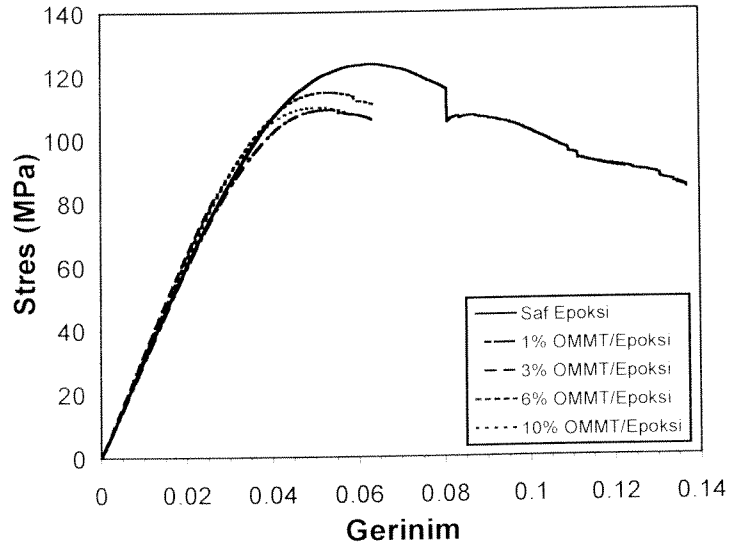
2.3.2 Mekanik Özellikleri

2.3.2.1 Tabakalı Kil/Epoksi Nanokompozitlerin Mekanik Özellikler

Proje kapsamında üretilen nanokompozit malzemelerin mekanik özelliklerini değerlendirmek amacı ile çekme, eğme ve kırılma tokluğu testleri yapılmıştır. Kil yüzey modifikasyonun ve ağırlıkça kil oranının mekanik özelliklerine etkisini gözlemleyebilmek için tabakalı kil/epoksi nanokompozit malzemelerin çekme testi özellikleri incelenmiştir. Saf epoksinin ve MMT ve OMMT içeren nanokompozitlerin stres-gerinim grafikleri Şekil 27 ve 28 de verilmiştir.



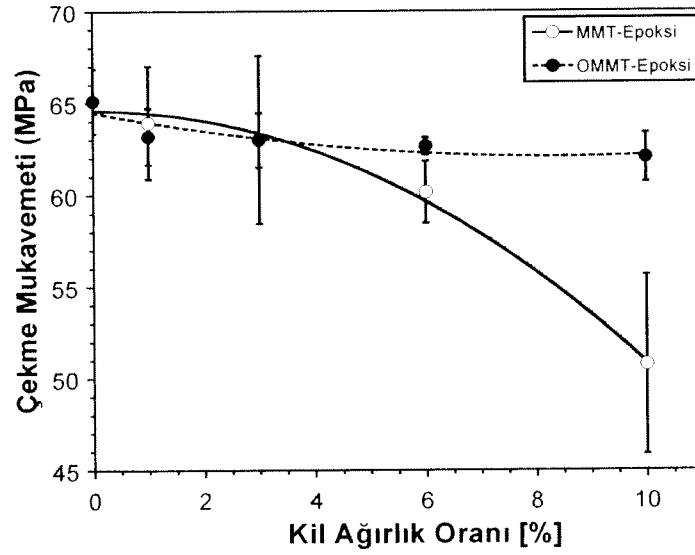
Şekil 27. Saf epoksi ve MMT içeren nanokompozit malzemenin stres-gerinim grafiği



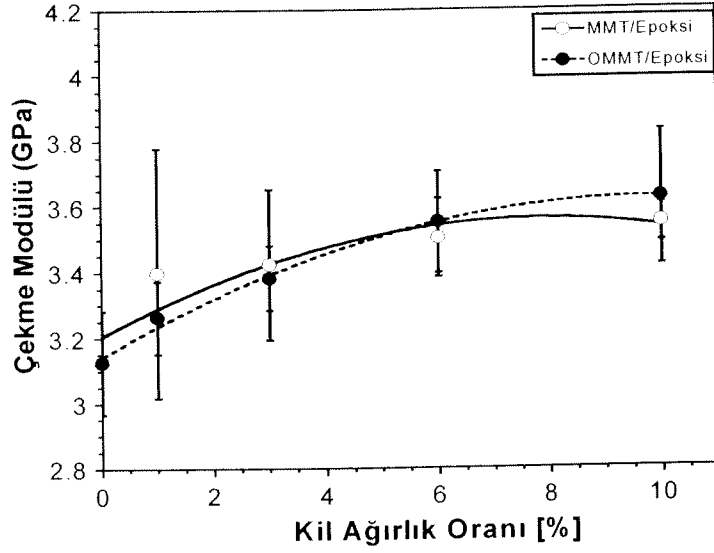
Şekil 28. Saf epoksi ve OMMT içeren nanokompozit malzemenin stres-gerinim grafiği

Şekil 29'da, çeşitli oranlarda modifiye edilmiş (OMMT) ve edilmemiş (MMT) kil içeren epoksi nanokompozitlerin çekme mukavemet değerleri gösterilmektedir. Şekilde de görüldüğü gibi, katkısız epoksinin çekme mukavemeti 56 MPa'dır. MMT konsantrasyonunun ağırlıkça oranının artırılması malzemenin çekme mukavemetinin azalmasına neden olmuştur.

Katkısız epoksi mukavemetiyle karşılaştırıldığı zaman, OMMT içeren epoksinin çekme mukavemetinde önemli bir değişim gözlenmemiştir. Şekil 30'da tabakalı kil /epoksi nanokompozit malzemelere ait elastik modülü değerlerinin kil konsantrasyonuna göre değişimi gösterilmektedir. Katkısız epoksinin elastik modülü değeri 3.1 GPa dır. Epoksiye MMT ve OMMT ilavesiyle çekme modülü değerinin arttığı gözlenmiştir. Katkısız epoksi ile kıyaslandığında %10 OMMT miktarı için %20 lik bir artışı bulmuştur.

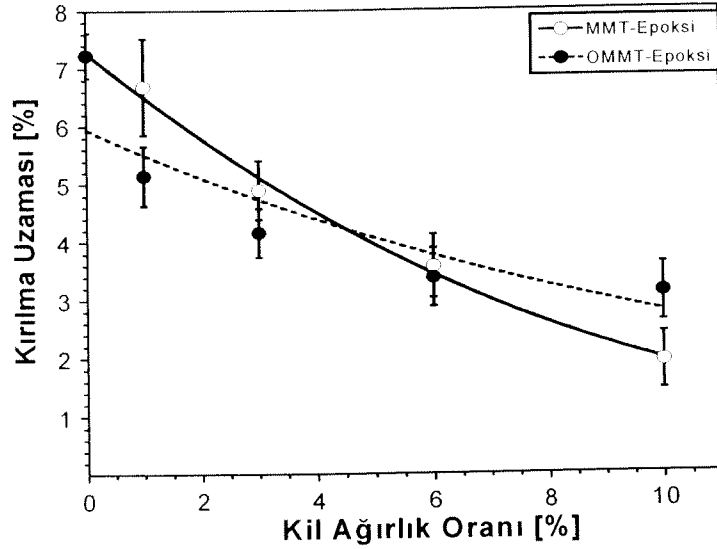


Şekil 29. Tabakalı kil /epoksi nanokompozit sisteminin çekme mukavemetinin kil konsantrasyonuna göre değişimi



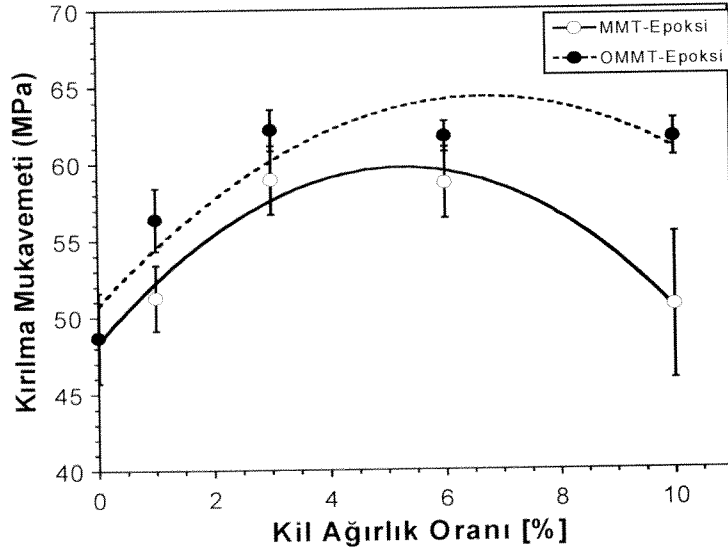
Şekil 30. Tabakalı kil / epoksi nanokompozit sisteminin çekme modülünün kil konsantrasyonuna göre değişimi

Şekil 31 tabakalı kil /epoksi nanokompozit malzemelerin kırılma uzaması değerlerinin modifiye edilmiş (OMMT) ve edilmemiş (MMT) kil konsantrasyonuna göre değişimini göstermektedir. Şekilden de görüldüğü gibi MMT/epoksi ve OMMT/epoksi nanokompozitlerde kil konsantrasyonunun artırılması, kırılma uzaması değerleri azaltmıştır.



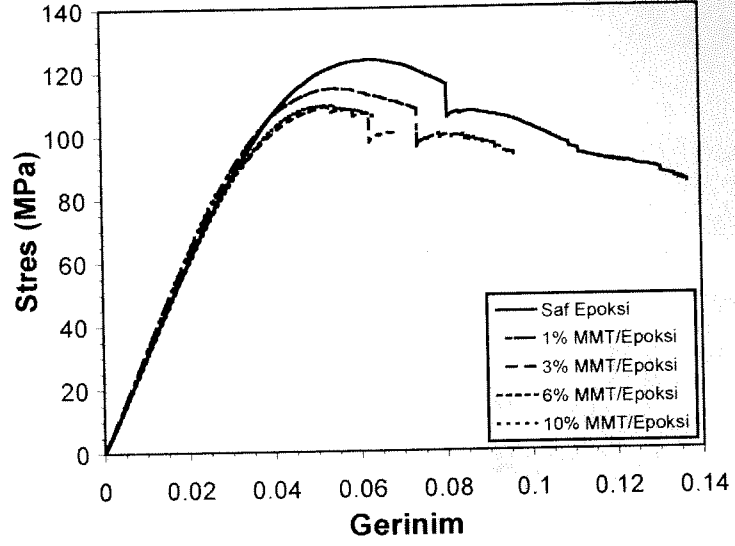
Şekil 31. Tabakalı kil /epoksi nanokompozit sisteminin kırılma uzamasının kil konsantrasyonuna göre değişimi

Şekil 32 tabakalı kil /epoksi nanokompozit malzemelerin kırılma mukavemeti değerinin modifiye edilmiş (OMMT) ve edilmemiş (MMT) kil konsantrasyonuna göre değişimi gösterilmektedir. Katkısız epoksinin kırılma mukavemeti yaklaşık olarak 48 MPa'dır. Epoksiye OMMT ve MMT ilavesi ile kırılma mukavemetinin değerlerinin arttığı görülmektedir. %10 OMMT miktarı için mukavemetteki artış 30% i bulurken, MMT ilavesi ile %6 kil konsantrasyon değerlerine kadar bir artış görülür iken yüksek konsantrasyonda (%10 MMT) kırılma mukavemetinde düşüş gözlenmektedir. Kil parçacıklarının epoksi yapı içerisinde dağılımının yeterli seviyede olmaması ve topaklanma oluşması MMT kil takviyeli malzemenin daha düşük mukavemet değerinde kırılmasına yol açmıştır.

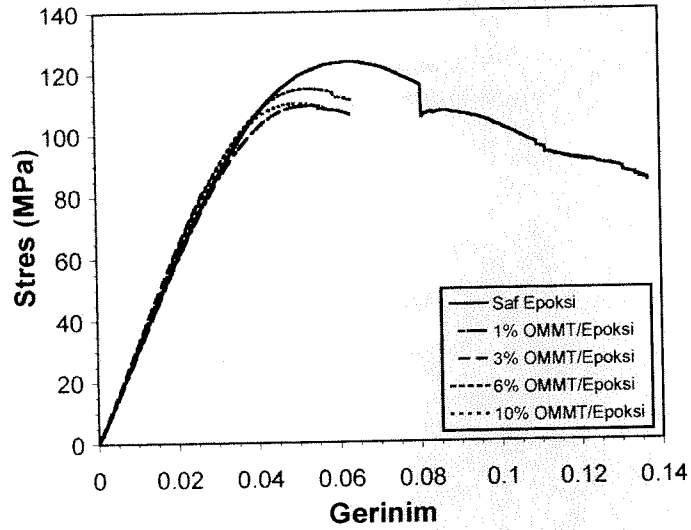


Şekil 32. Tabakalı kil /epoksi nanokompozit sisteminin kırılma mukavemetinin kil konsantrasyonuna göre değişimi

Ayrıca, nano boyuttaki kil tabakalarının epoksi içerisine eklenmesinin malzemenin eğilme özelliklerine etkisi incelenmiştir. Saf epoksi ve nanokompozit malzemelerin eğilme stresi-gerinim grafikleri Şekil 33 ve 34 de gösterilmektedir.



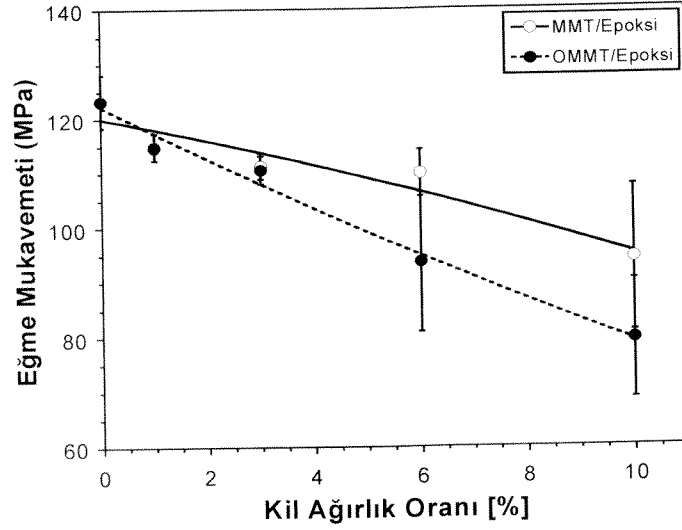
Şekil 33. Saf epoksi ve MMT içeren nanokompozit malzemenin eğilme stresi-gerinim grafiği



Şekil 34. Saf epoksi ve OMMT içeren nanokompozit malzemenin eğilme stresi-gerinim grafiği

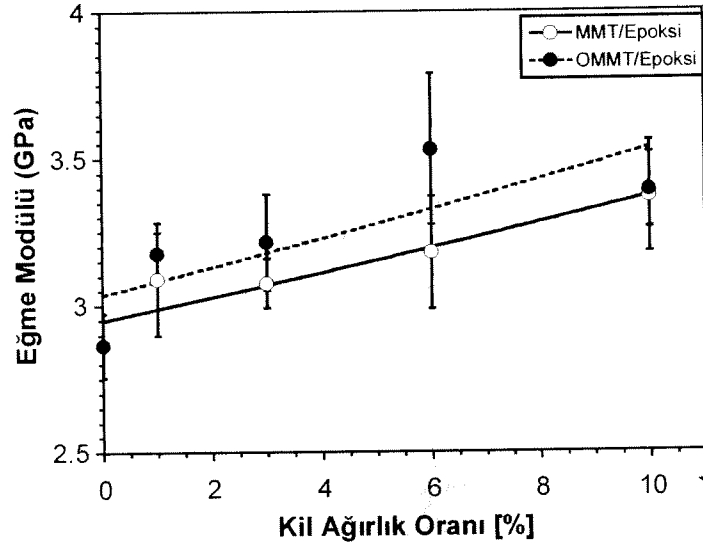
Şekil 35'de, çeşitli oranlarda modifiye edilmiş (OMMT) ve edilmemiş (MMT) kil içeren epoksi nanokompozitlerin eğilme mukavemeti gösterilmektedir. Şekilde de görüldüğü gibi, katkısız epoksinin eğilme mukavemeti 120 MPa'dır. MMT ve OMMT konsantrasyonlarının ağırlıkça oranlarının artırılması malzemenin eğilme mukavemetinin

azalmasına neden olmuştur. Bu düşme davranışı matriks içinde oluşan hava boşluklarına veya nanokompozit üretimi sırasında kil parçacıklarının matriks içinde topaklanmasına bağlıdır.



Şekil 35. Tabakalı kil /epoksi nanokompozit sisteminin eğilme mukavemetinin kil konsantrasyonuna göre değişimi

Şekil 36 modifiye edilmiş (OMMT) ve edilmemiş (MMT) kil içeren epoksi nanokompozitlerin kil konsantrasyonlarına göre eğilme modülü gösterilmektedir. Epoksiye MMT ve OMMT ilavesiyle çekme modülü değerinin arttığı gözlenmektedir. OMMT parçacıklarının epoksi içinde daha iyi dağılımı sonucu MMT parçacık içeren nanokompozit malzemelere göre OMMT parçacıklar epoksinin eğilme mukavemetini daha çok geliştirmektedir. Katkısız epoksi ile kıyaslandığında, %6 OMMT miktar %24 lük bir artışı bulmaktadır.

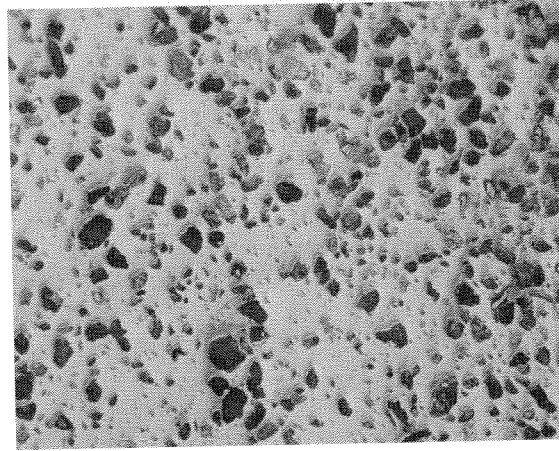


Şekil 36. Tabakalı kil /epoksi nanokompozit sisteminin eğilme modülünün kil konsantrasyonuna göre değişimi

Malzemelerin kırılma tokluğu (K_{IC}) değerleri tek kenardan çeltikli eğme testi ile yapılmıştır ve Tablo 2 modifiye edilmiş (OMMT) ve edilmemiş (MMT) kil içeren epoksi nanokompozitlerin kil konsantrasyonlarına göre kırılma tokluğu ve matriks içinde oluşan hava boşluğu değerlerini göstermektedir. Saf epoksinin kırılma tokluğu değeri $0.5 \text{ MPa.m}^{1/2}$ dir. Ağırlıkça %10 MMT ve OMMT parçacıklarının eklenmesi epoksinin kırılma tokluk değerini sırasıyla % 44 ve 54 düşürmektedir. Aynı konsantrasyonda kil içeren malzemeler için matriks içindeki hava boşluğu değeri sırasıyla % 14.7 ve 20.16 olarak ölçülmüştür. Şekil 37 optik mikroskopla elde edilen ağırlıkça %6 MMT kil içeren nanokompozit malzeme içinde oluşan hava boşluğu görüntüsü göstermektedir. Göze çarpan siyah şekiller matriks içinde oluşan boşluklarını belirtmektedir. Kil miktarı arttıkça matriks içinde oluşan boşluk miktarı artmaktadır. Kil miktarının artması aynı zamanda kırılma tokluğu değerini azaltmaktadır. OMMT parçacıklarının eklenmesi matriks içindeki boşluk miktarını MMT parçacıklarına göre daha çok arttırmaktadır. Bu artış kil modifikasyonunda kullanılan yüzey aktif maddeden kaynaklanmaktadır.

Tablo 2. Tabakalı kil /epoksi nanokompozit sisteminin kırılma tokluğu ve matrisi içinde oluşan gözenek değerlerinin kil konsantrasyonuna göre değişimi

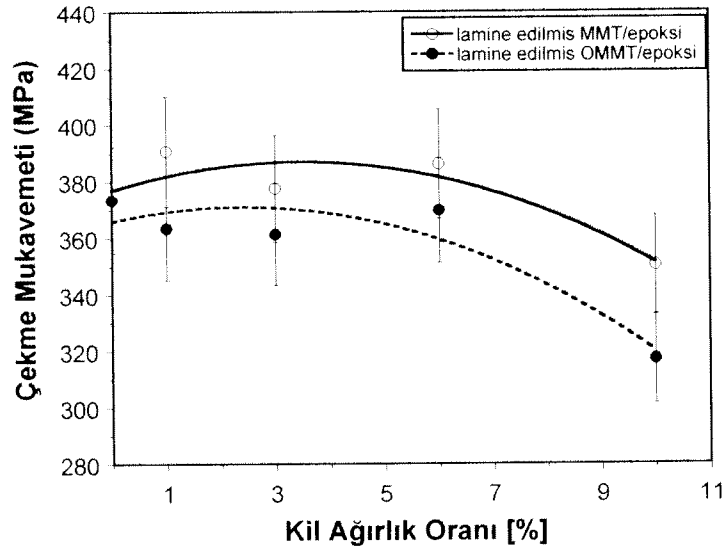
Nanokompozitler	Kil Oranı (% ağı.)	Kırılma Tokluğu (K_{IC}) (MPa m ^{1/2})	Gözenek miktarı (% vol.)
Neat Epoxy	0	0.498 ± 0.034	0.21 ± 0.13
MMT/Epoxy	1	0.438 ± 0.054	1.21 ± 0.11
	3	0.354 ± 0.021	2.62 ± 0.64
	6	0.334 ± 0.044	5.89 ± 1.30
	10	0.276 ± 0.018	14.71 ± 4.1
OMMT/Epoxy	1	0.275 ± 0.029	3.63 ± 0.9
	3	0.257 ± 0.033	6.62 ± 1.2
	6	0.227 ± 0.024	13.04 ± 1.3
	10	0.231 ± 0.023	20.46 ± 3.8



Şekil 37. Ağı. % 6 MMT/epoksi nanokompozitin optik mikroskop görüntüsü

2.3.2.2 Elyaf lar ile mukavemetlendirilmiş lamine edilmiş kompozitlerin mekanik özellikleri

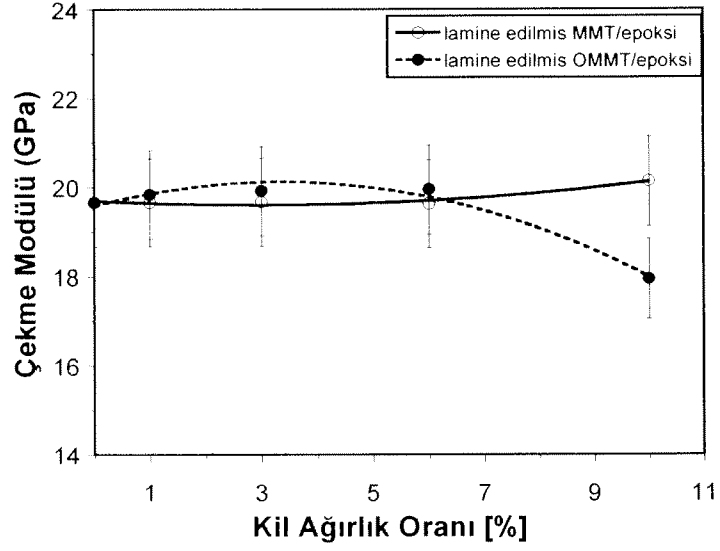
Şekil 38’de çeşitli oranlarda modifiye edilmiş (OMMT) ve edilmemiş (MMT) kil içeren, fiberlerle mukavemetlendirilmiş epoksi nanokompozitlerin çekme mukavemeti değerleri gösterilmektedir. Grafikten de görüldüğü gibi fiberlerle mukavemetlendirilmiş lamine sistemlerde matris fazı içerisinde kil parçacıklarının yer alması çekme mukavemetine belirgin bir etkisi bulunmamıştır. Kompozit yapı içerisinde yük taşıyan bileşenin fiberler olması ve kompozit kırılma mekaniğini fiberlerin kırılmasının belirlenmesi nedeni ile matris fazının modifiye edilmiş olması kompozit laminelerin çekme mukavemetini belirgin olarak etkilememiştir. Ancak, yüksek konsantrasyon değerlerinde çekme mukavemetlerinden bir miktar azalma ölçülmüştür.



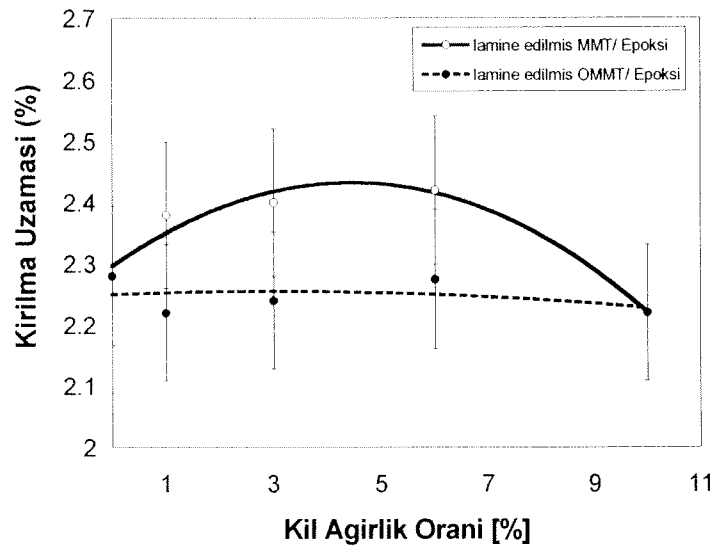
Şekil 38. Cam fiberlerle mukavemetlendirilmiş tabakalı kil /epoksi nanokompozit sisteminin çekme mukavemetinin kil konsantrasyonuna göre değişimi

Şekil 39’da, çeşitli oranlarda modifiye edilmiş (OMMT) ve edilmemiş (MMT) kil içeren, fiberlerle mukavemetlendirilmiş epoksi nanokompozitlerin çekme modülü değerlerinin matris malzemesindeki kil konsantrasyonlarına göre değişimi gösterilmektedir. Çekme mukavemeti değerlerinde olduğu gibi elastik modülü değerlerinde de ciddi bir değişim

gözlenmemektedir. Çekme modülü değerleri kil içermeyen kompozitler için yaklaşık 18 GPa iken, kil ilavesi ile bu değer 18 GPa ile 21 GPa arasında değişmektedir.



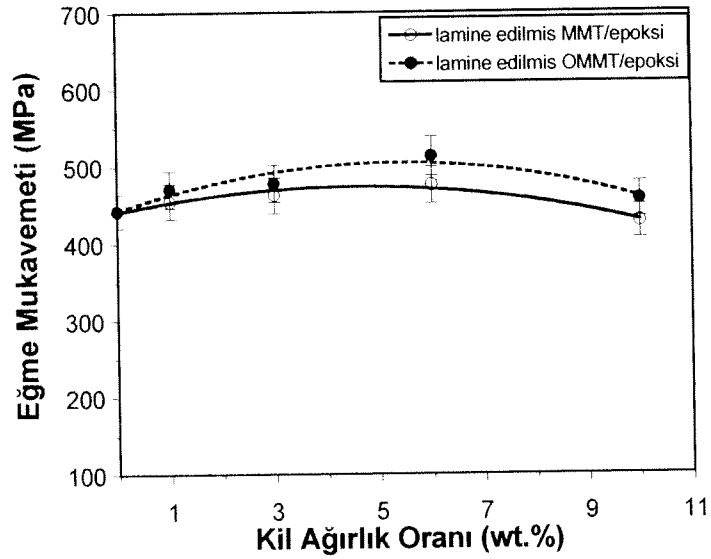
Şekil 39. Cam fiberlerle mukavemetlendirilmiş tabakalı kil /epoksi nanokompozit sisteminin elastik modülünün kil konsantrasyonuna göre değişimi



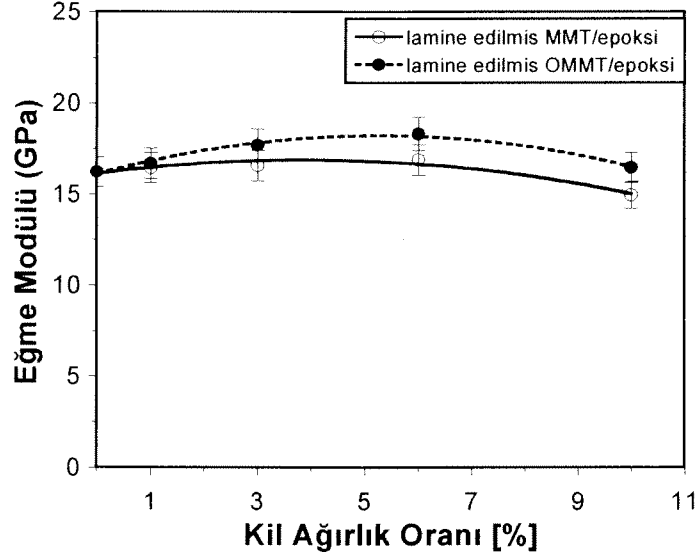
Şekil 40. Cam fiberlerle mukavemetlendirilmiş tabakalı kil /epoksi nanokompozit sisteminin kırılma uzamasının kil konsantrasyonuna göre değişimi

Şekil 40'da, fiberlerle mukavemetlendirilmiş tabakalı kil /epoksi nanokompozitlerinin kırılma uzaması değerlerinin modifiye edilmemiş (MMT) ve edilmiş (OMMT) kil konsantrasyonuna göre değişimi gösterilmektedir. Grafikten de görüleceği gibi reçinedeki kil konsantrasyonunun değişiminin kırılma uzaması üzerinde belirgin bir etkisi yoktur.

Şekil 41 ve 42'de, çeşitli oranlarda modifiye edilmiş (OMMT) ve edilmemiş (MMT) kil içeren, fiberlerle mukavemetlendirilmiş epoksi nanokompozitlerin eğilme mukavemeti ve modülü değerlerinin matris malzemesindeki kil konsantrasyonlarına göre değişimi gösterilmektedir. Saf epoksinin eğilme mukavemeti ve eğilme modülü değerleri 443 MPa ve 16 GPa olarak ölçülmüştür. MMT ve OMMT parçacıklarının eklenmesi ile malzemenin eğilme mukavemeti ve eğilme modülünde artış gözlenmektedir. Ağırlıkça %6 OMMT kil eklenmesi ile eğilme mukavemeti ve eğilme modülü değerlerinde sırasıyla %16 ve 13 artış elde edilmektedir.

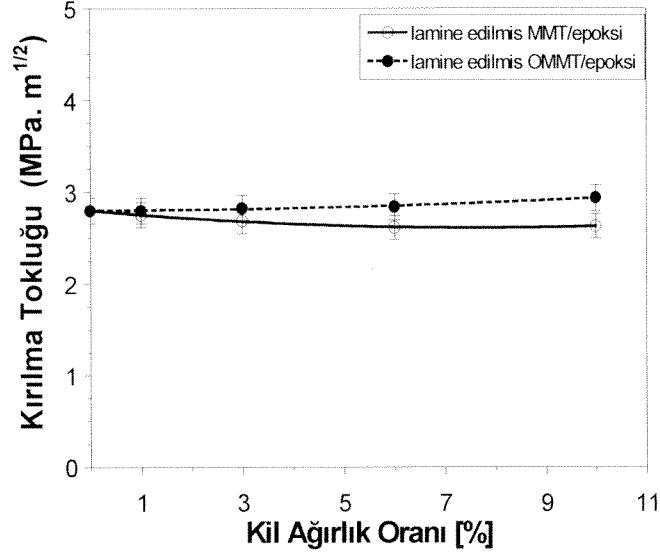


Şekil 41. Cam fiberlerle mukavemetlendirilmiş tabakalı kil /epoksi nanokompozit sisteminin eğilme mukavemetinin kil konsantrasyonuna göre değişimi



Şekil 42. Cam fiberlerle mukavemetlendirilmiş tabakalı kil /epoksi nanokompozit sisteminin eğilme modülünün kil konsantrasyonuna göre değişimi

Şekil 43' da çeşitli oranlarda modifiye edilmiş (OMMT) ve edilmemiş (MMT) kil içeren, fiberlerle mukavemetlendirilmiş epoksi nanokompozitlerin kırılma tokluğu değerlerinin matriks malzemesindeki kil konsantrasyonlarına göre değişimi gösterilmektedir. Malzemelerin kırılma tokluğu tek kenardan çeltikli eğilme testi ile incelenmiştir ve numuneler ASTM standartlarına göre hazırlanıp test edilmiştir. Saf epoksi ile hazırlanmış kompozitin kırılma tokluğu değeri $2.8 \text{ MPa.m}^{1/2}$ dir. Ağırlıkça %10 OMMT kilin eklenmesi sonucu kompozitin kırılma tokluğu değeri % 5 artmaktadır. Diğer taraftan MMT parçacıklarının eklenmesi sonucu kırılma tokluğu değeri azalmaktadır. OMMT/Epoksi nanokompozitlerde kırılma tokluğu değerlerinin daha iyi sonuç vermesi OMMT parçacıklarının kompozit içinde daha iyi dağılım vermesiyle bağlantılıdır.

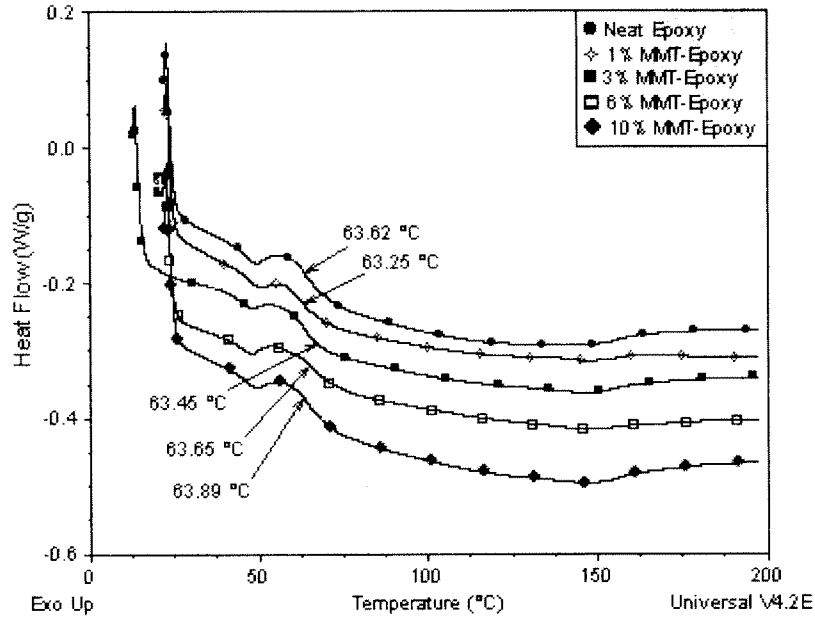


Şekil 43. Cam fiberlerle mukavemetlendirilmiş tabakalı kil /epoksi nanokompozit sisteminin kırılma tokluğu değerinin kil konsantrasyonuna göre değişimi

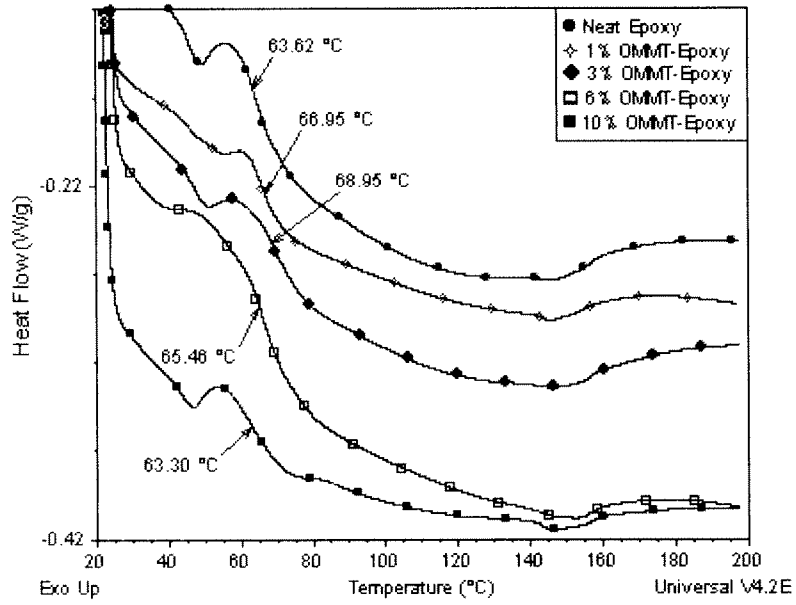
2.3.3 Termal Özellikler

2.3.3.1 Tabakalı Kil/Epoksi Nanokompozitlerin Termal Özellikleri

Şekil 44 ve 45’de sırasıyla modifiye edilmemiş (MMT) ve edilmiş (OMMT) killere hazırlanmış olan tabakalı kil /epoksi nanokompozitlerin camısı geçiş sıcaklıkları (T_g) gösterilmiştir. Katkısız epoksinin camısı geçiş sıcaklığı 63.62 °C dir. Epoksi matrikse yapılan MMT kil takviyesi camısı geçiş sıcaklığında önemli bir değişikliğe sebep olmamıştır. OMMT takviyesi ise sadece düşük konsantrasyonlarda camısı geçiş sıcaklığını arttırmış, %10 luk konsantrasyonda bir değişme oluşturmamıştır. Ağırlıkça %3 kil eklenmesi epoksinin T_g değerini 68.9°C ye yükseltmiştir. Organik olarak modifiye edilmiş kil parçacıklarının epoksi içerisinde daha iyi dağılım göstermesi polimer matriksin hareketini sınırlamaktadır ve malzemenin T_g değerinin artmasını sağlamaktadır. Diğer taraftan yüksek konsantrasyonlarda modifiye edilmiş OMMT parçacıkları malzemenin yumuşamasına neden olmakta ve T_g değerini düşürmektedir. Bu yumuşama modifikasyon sırasında kullanılan yüksek orandaki yüzey aktif maddeden kaynaklanmaktadır.



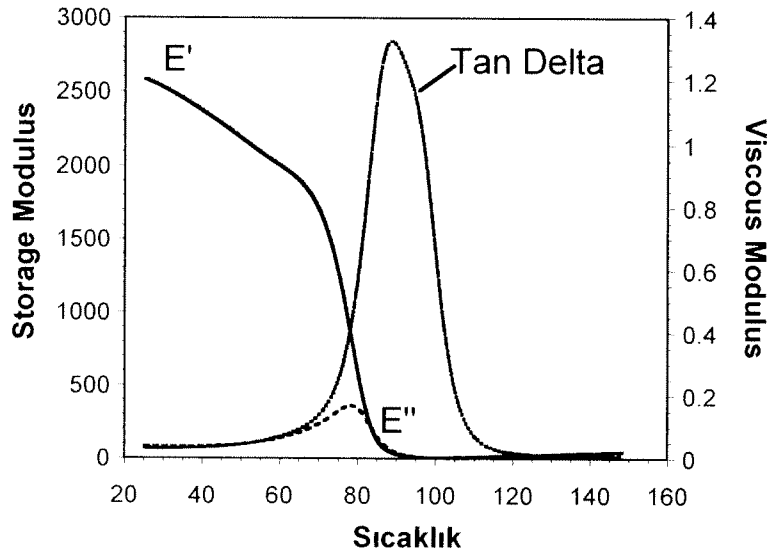
Şekil 44. Modifiye edilmemiş (MMT) killerle hazırlanmış tabakalı kil /epoksi nanokompozitlerin camısı geçiş sıcaklıkları (T_g)



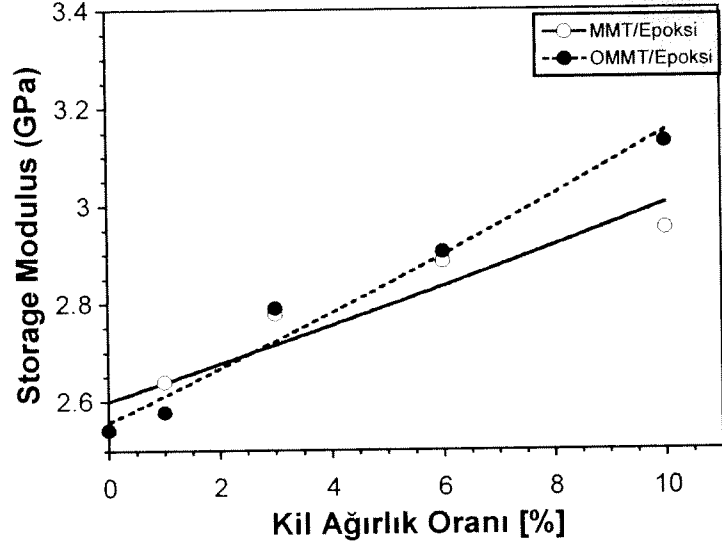
Şekil 45. Modifiye edilmiş killerle hazırlanmış tabakalı kil /epoksi nanokompozitlerin camısı geçiş sıcaklıkları (T_g)

Ayrıca, kompozit malzemelerin dinamik mekanik özellikleri araştırılmıştır. Şekil 47, 48 ve 49'da saf epoksinin, modifiye edilmemiş (MMT) ve edilmiş (OMMT) killere hazırlanmış olan tabakalı kil /epoksi nanokompozitlerin sırasıyla storage modulus, viscous modulus ve camısı geçiş sıcaklıkları (T_g) gösterilmektedir. Storage modulus değerleri oda sıcaklığı koşullarında ve viskoz modulus değerleri ise en yüksek değer olarak alınmıştır. Epoksiye MMT ve OMMT ilavesiyle storage modulus ve viscous modulus değerlerinin arttığı gözlenmektedir. Epoksi matrisine içine ağırlıkça %10 MMT ve OMMT parçacıklarının eklenmesi storage modulus değerini sırasıyla % 16 ve 23 arttırmıştır. Epoksinin viscous modulus değerinde % 10 MMT ve OMMT parçacık eklenmesiyle sırasıyla % 37 ve 41 artış gözlenmektedir.

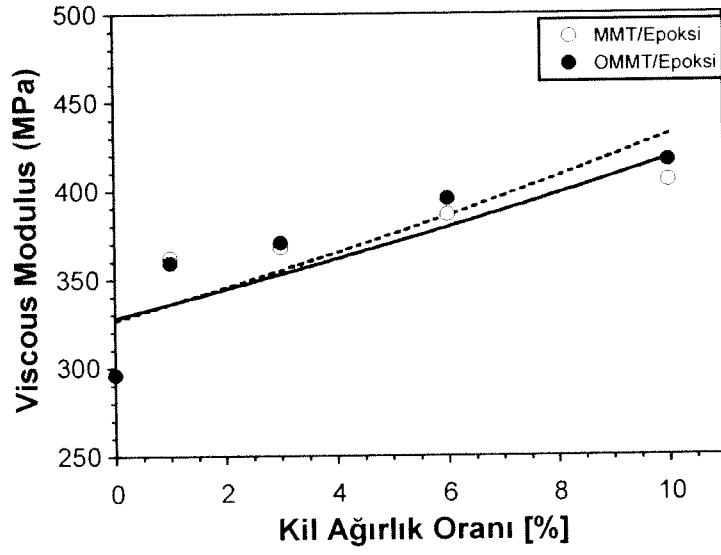
DMA testi sonucunda saf epoksinin camısı geçiş sıcaklığı 77.94°C olarak gözlemlenmektedir. DSC analizi sonucunda da gözlemlendiği gibi epoksi matrisine yapılan MMT kil takviyesi camısı geçiş sıcaklığında önemli bir değişikliğe sebep olmamaktadır. OMMT takviyesi ise sadece düşük konsantrasyonlarda camısı geçiş sıcaklığını arttırmakta, %6 lık ve üzerindeki konsantrasyonlarda bir değişme gözlenmemektedir.



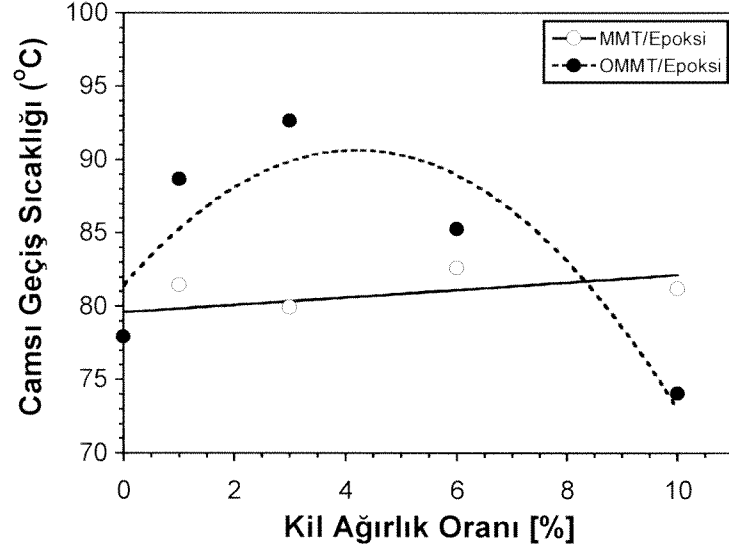
Şekil 46. Saf epoksinin DMA davranışı



Şekil 47. Tabakalı kil /epoksi nanokompozit sisteminin storage modulusunun kil konsantrasyonuna göre değişimi



Şekil 48. Tabakalı kil /epoksi nanokompozit sisteminin viscous modulusunun kil konsantrasyonuna göre değişimi



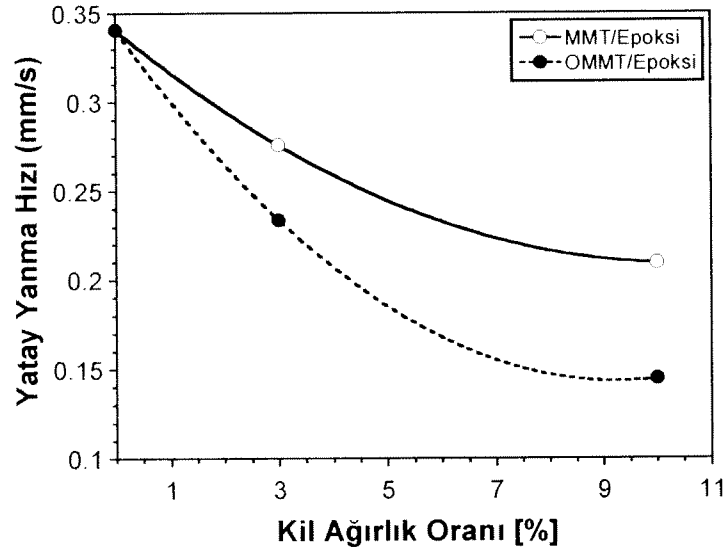
Şekil 49. Tabakalı kil /epoksi nanokompozit sisteminin camsı geçiş sıcaklığının kil konsantrasyonuna göre değişimi

Saf epoksinin, modifiye edilmemiş (MMT) ve edilmiş (OMMT) killere hazırlanmış olan tabakalı kil /epoksi nanokompozitlerin yanma zamanı, uzunluğu ve yanma hızını incelemek için UL-94 yatay yanma testi uygulanmıştır ve test sonuçları Tablo 3 de gösterilmektedir. Saf epoksi atmosferik koşullarda tamamen yanarken MMT ve OMMT parçacık içeren nanokompozit malzemelerin kısmen yandığı gözlenmektedir.

Tablo 3. Saf epoksi ve kil/epoksi nanokompozitlerin UL-94 yanmazlık testi sonuçları

Nanokompozit Malzemeler		Yanma Hızı (mm/s)	Yanma Uzunluğu (mm)	Yanma Zamanı (s)
Saf Epoksi		0.34	75	220
3%	MMT/Epoksi Nanokompozit	0.28	60	217.5
10%	MMT/Epoksi Nanokompozit	0.20	36.5	174
3%	OMMT/Epoksi Nanokompozit	0.23	45	192.5
10%	OMMT/Epoksi Nanokompozit	0.14	32	221

Şekil 50 modifiye edilmemiş (MMT) ve edilmiş (OMMT) killeriyle hazırlanmış olan tabakalı kil /epoksi nanokompozitlerin yanma hızını göstermektedir. Saf epoksinin yanma hızı 0.34 dır. MMT ve OMMT parçacıklarının epoksi içine eklenmesi epoksinin yanma direncini artırmaktadır. Katkısız epoksi ile kıyaslandığına, %10 MMT ve OMMT miktarları için sırasıyla %38 ve 58 lik artışlar elde edilmiştir. OMMT parçacıklarının epoksi matriks içinde daha iyi dağılımı, MMT parçacıklarına kıyasla epoksinin yanmazlık direncini daha çok artırmaktadır.

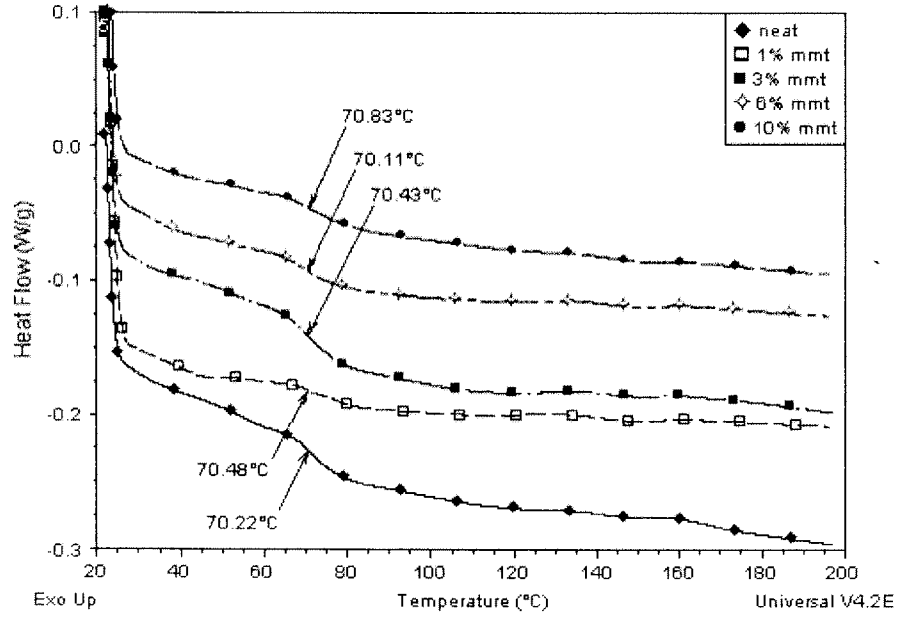


Şekil 50. Tabakalı kil /epoksi nanokompozit sisteminin yatay yanma hızının kil konsantrasyonuna göre değişimi

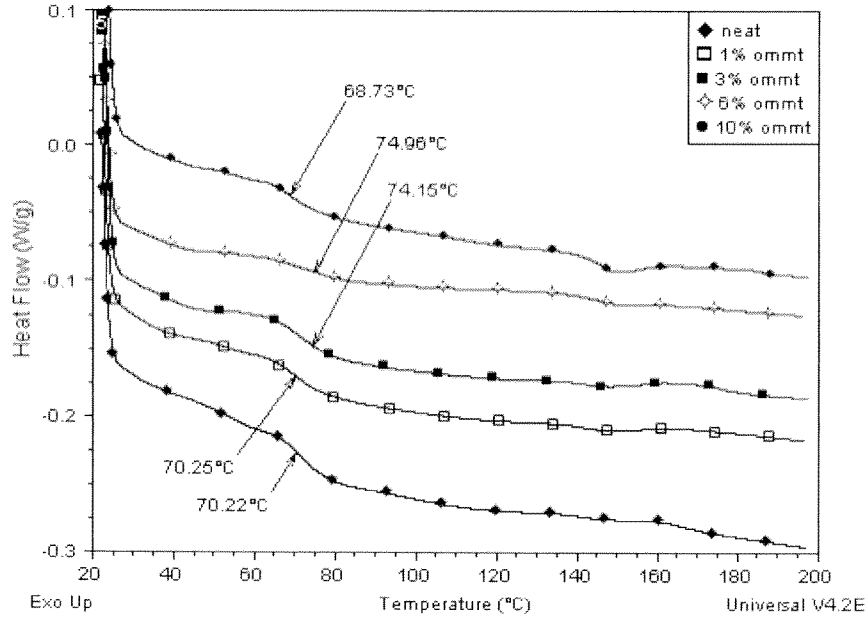
2.3.2.2 Elyaf ile mukavemetlendirilmiş lamine edilmiş kompozitlerin termal özellikleri

Şekil 51 ve 52’de sırasıyla modifiye edilmemiş ve edilmiş killeriyle hazırlanmış, cam fiberlerle mukavemetlendirilmiş tabakalı kil /epoksi nanokompozitlerin camsı geçiş sıcaklıkları (T_g) gösterilmiştir. Tabakalı kil /epoksi nanokompozitlerde de gözlemlendiği gibi cam fiber takviyeli sistemde epoksi matrikse yapılan MMT ilavesinin camsı geçiş sıcaklığı üzerinde önemli etkisi yoktur. Şekil 52’de OMMT ilavesinin camsı geçiş sıcaklığını bir miktar arttırdığı gözlenmektedir. Katkısız epoksi/cam fiber sisteminin camsı geçiş sıcaklığı 70.22 °C iken, epoksi matrikse yapılan %3’lük OMMT takviyesi bu değeri 74.15 °C’ ye

çıkarmıştır. Nanokompozit içerisinde silikat tabakaları polimer zincirlerinin hareketini azaltmakta ve polimer molekülleri daha yüksek T_g değerlerine sahip olmaktadır.

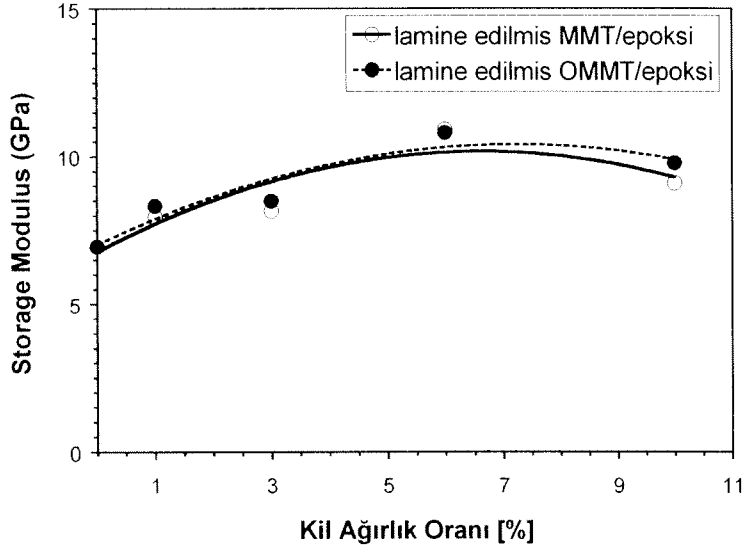


Şekil 51. Modifiye edilmemiş killeriyle hazırlanmış cam fiberlerle mukavemetlendirilmiş tabakalı kil /epoksi nanokompozitlerin camı geçiş sıcaklıkları (T_g)

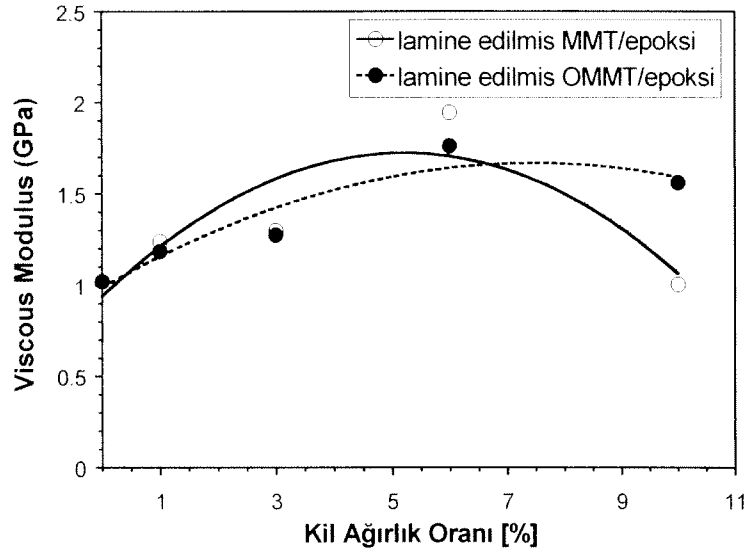


Şekil 52. Modifiye edilmiş killere hazırlanmış cam fiberlerle mukavemetlendirilmiş tabakalı kil /epoksi nanokompozitlerin camsı geçiş sıcaklıkları (T_g)

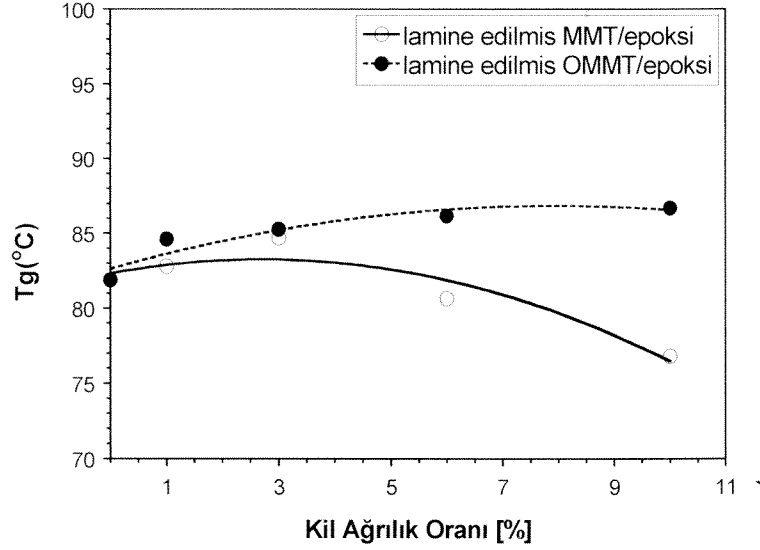
Şekil 53, 54 ve 55’de cam fiberlerle mukavemetlendirilmiş tabakalı kil /epoksi nanokompozitlerin sırasıyla storage modulus, viscous modulus, ve camsı geçiş sıcaklıkları (T_g) gösterilmektedir. %6 kil konsantrasyonuna kadar kil parçacıklarının eklenmesi malzemenin storage modulus değerini artırmaktadır. Ağırlıkça %6 MMT ve OMMT eklenmesi malzemenin storage modulus değerini sırasıyla % 57 ve 51 artırmaktadır. Saf epoksi ile üretilmiş kompozitin viscous modulus değeri 1.02 GPa dir. %6 MMT ve OMMT eklenmesi sonucu bu değer 1.9 ve 1.8 GPa’ya ulaşmaktadır. Saf epoksi ile hazırlanmış kompozitin T_g değeri 81.9 °C dir. 3% MMT konsantrasyonuna kadar malzemenin T_g değerinde artış elde edilmiştir. % 10 MMT eklenmesi sonucu %6 lık bir düşme gözlemlenmektedir. Bu düşüşe matriks içinde meydana gelen hava boşlukları veya kil parçacıklarının topaklanması neden olmuş olabilir. Diğer taraftan, %10 OMMT parçacıklarının eklenmesi malzemenin T_g değerini %5 artırmıştır.



Şekil 53. Cam fiberlerle mukavemetlendirilmiş tabakalı kil /epoksi nanokompozitlerin storage modulus değerleri

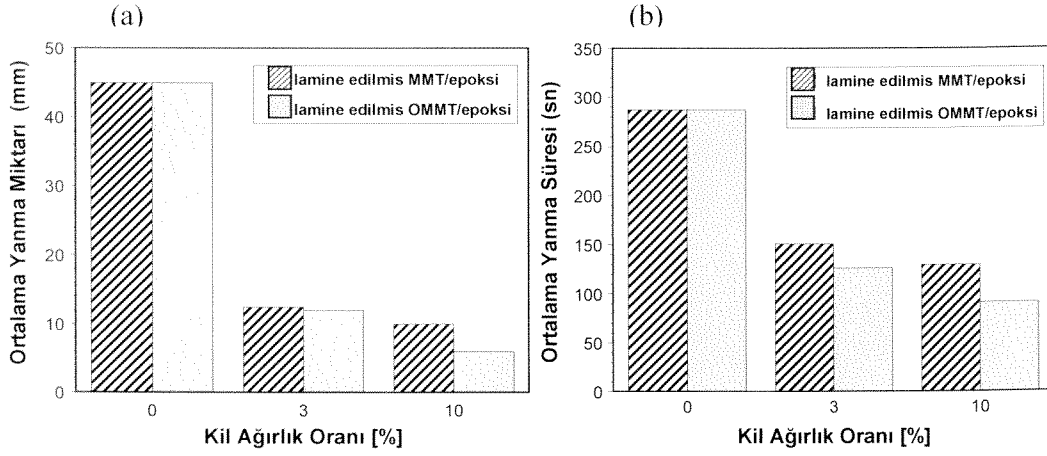


Şekil 54. Cam fiberlerle mukavemetlendirilmiş tabakalı kil /epoksi nanokompozitlerin viscous modulus değerleri



Şekil 55. Cam fiberlerle mukavemetlendirilmiş tabakalı kil /epoksi nanokompozitlerin camı geçiş sıcaklığı değerleri

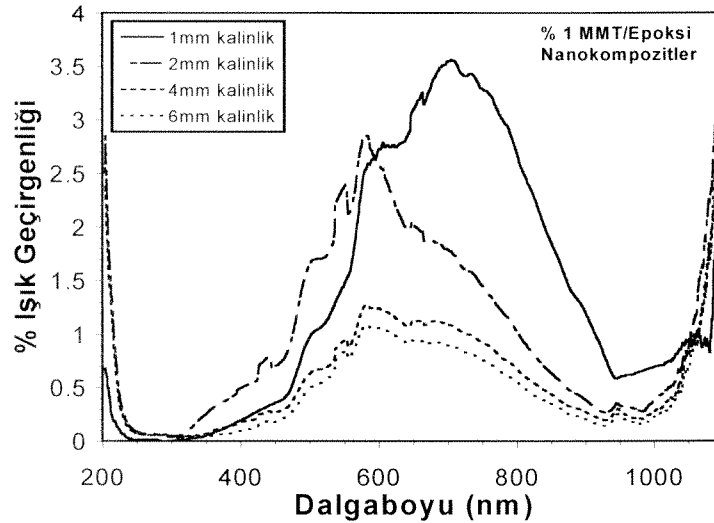
Ayrıca, cam fiberlerle güçlendirilmiş kil/epoksi nanokompozit malzemelerin yanma dirençleri UL-94 testi ile incelenmiştir. Şekil 56'de cam fiberlerle mukavemetlendirilmiş tabakalı kil /epoksi nanokompozitlerin UL-94 testi sonucu sırasıyla yanma miktarı ve hızı değerleri gösterilmektedir. Atmosferik koşullarda numunelerin yanmadığı gözlenmektedir. Saf epoksi ile hazırlanmış kompozitin yanma miktarı 45 mm dir. Bu değer ağırlıkça %10 OMMT ve MMT eklenmesi sonucu sırasıyla 10 ve 6 mm ye düşmektedir. Epoksiye % 10 MMT ve OMMT eklenmesi sonucu yanma süresi 287 saniyeden sırasıyla 129 ve 92 saniyeye düşmektedir. Şekillerden de açıkça görüldüğü gibi epoksi matrikse kil eklenmesi malzemenin yanmazlık direncini artırmaktadır.



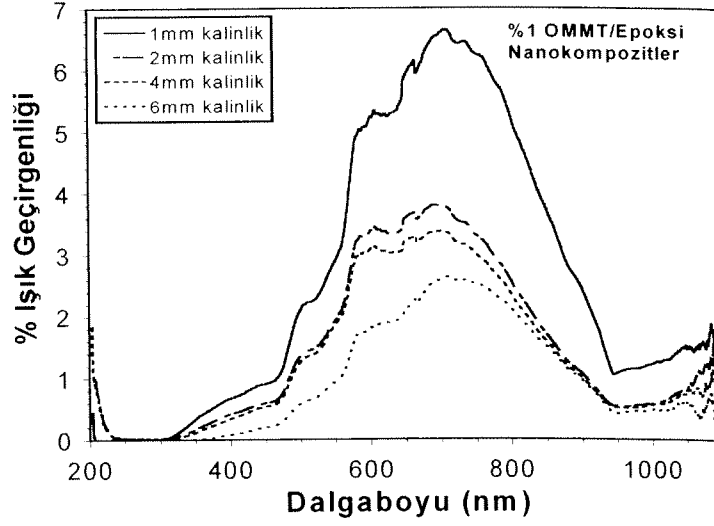
Şekil 56. MMT ve OMMT killeriyle hazırlanmış cam fiberlerle mukavemetlendirilmiş tabakalı kil /epoksi nanokompozitlerin (a) yanma miktarı (b) yanma süresi değerleri

2.3.4 Optik Özellikler

Saf epoksi ve kil/epoksi nanokompozitlerin optik geçirgenliği UV geçişim (transmission) spektroskopisi ile ölçülmüştür. Şekil 57 ve 58 farklı kalınlıklardaki (1, 2, 4, ve 6 mm) ağırlıkça %1 MMT ve OMMT parçacık içeren nanokompozitlerin 200–1100 nm dalga boyu aralığında ışık geçirgenliği davranışını göstermektedir. Malzemenin kalınlığı artması sonucu optik geçirgenliği değerinin azaldığı gözlemlenmektedir. MMT parçacıklarıyla kıyaslandığında, organik olarak modifiye edilmiş OMMT parçacıklarının epoksi içerisine eklenmesiyle daha iyi optik geçirgenliği değerleri elde edilmektedir.

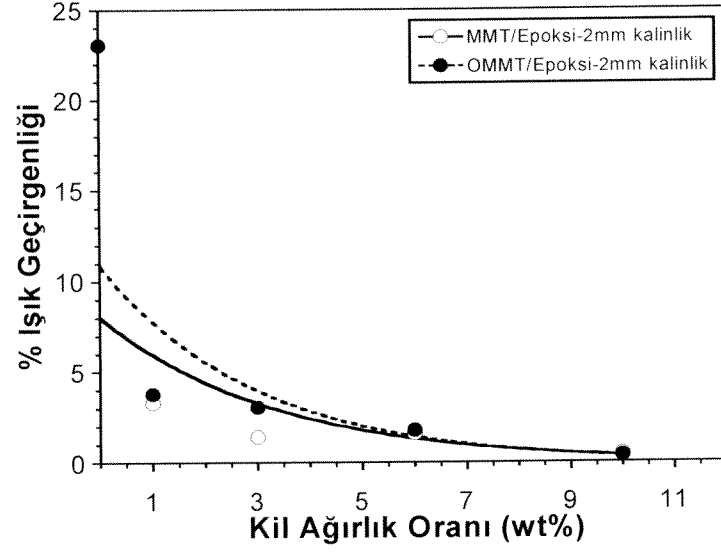


Şekil 57. Farklı kalınlıklardaki %1 MMT / Epoksi nanokompozitlerin optik geçirgenliği



Şekil 58. Farklı kalınlıklardaki %1 OMMT / Epoksi nanokompozitlerin ışık geçirgenliği

Saf epoksinin ve MMT ve OMMT içeren nanokompozitlerin 700 nm dalga boyundaki ışık geçirgenliğinin kil konsantrasyonuna göre davranışı Şekil 59’da verilmiştir. Saf epoksinin 700 nm dalga boyundaki ışık geçirgenliği %23 dür. Epoksinin optik özelliğinin MMT ve OMMT parçacıklarının eklenmesi ile değiştiği gözlenmektedir. Kil konsantrasyonu arttıkça, ışık geçirgenliği değeri azalmakta ve malzeme ışık geçirmez hale gelmektedir. OMMT parçacıkları epoksi içerisinde daha iyi dağılım vermesinden dolayı OMMT/epoksi nanokompozitlerin ışık geçirgenliği MMT parçacıklarına göre daha iyi sonuç vermektedir. Tabakalı killerin sadece kalınlığı nanometre boyuttadır. Diğer boyutları mikrometre ölçüsünde olmasından dolayı kilin geniş yüzeyi ışık geçirgenliğini önlemektedir. Bundan dolayı, kil konsantrasyonu arttıkça ışık geçirgenliği daha fazla engellenmektedir.



Şekil 59. 2 mm kalınlıktaki kil /epoksi nanokompozit sisteminin ışık geçirgenliğinin kil konsantrasyonuna göre değişimi

BÖLÜM 3

SONUÇ

3.1 Sonuçlar

Bu çalışmada, tabakalı kil/polimer nanokompozitleri Na^+ kanyonları içeren kil (montmorillonit) ve epoksi reçine kullanılarak hazırlanmıştır. Kil parçacıkları heksadesiltrimetilamonyum klorür (HTAC) kullanılarak modifiye edilmiş ve polimer içerisinde homojen dağılmaya elverişli kil parçacıkları (eksfoliye) elde edilmiştir. XRD sonuçlarına göre, yüzey modifikasyonuna bağlı olarak kil tabakaları arasındaki boşluk mesafesi 14.3' dan 18.1' a açılmıştır. Kil tabakaları arasındaki boşluk mesafesinin açılması MMT parçacıklarının interkale olduğunu göstermektedir. XRD sonuçlarından elde edilen verilere göre, MMT ve OMMT içeren nanokompozit malzemelerde karakteristik kil piki gözlenmemektedir. Bu davranış, killerin polimer matrisi içerisinde daha fazla interkale olduğunu göstermektedir. SEM görüntülerine göre, nanokompozit içerisindeki kil konsantrasyonu arttıkça parçacık boyutu artmaktadır. Yüksek kil konsantrasyonlarında, epoksi matrisi içerisinde daha büyük aglomerasyon gözlenmektedir. OMMT parçacıkları MMT/epoksi nanokompozitlere göre epoksi içerisinde daha iyi dağılım göstermektedir. Ağırlıkça %10 OMMT içeren nanokompozit malzemenin çekme modülü %16 oranında artmaktadır. Ancak, epoksiye %10 MMT eklenmesi ile çekme modülündeki artış yalnızca %12 civarındadır. MMT eklenmesi ile epoksinin çekme mukavemeti değeri düşerken OMMT ilavesi ile bu değer sabit kalmaktadır. Nanokompozit malzemelerin eğilme modülü değerlerinde epoksi içerisine %6 (ağ.) OMMT ilavesi ile %24 oranında ve %10 (ağ.) MMT ilavesi ile %17 artış elde edilmektedir. Kil konsantrasyonu arttıkça, çekme mukavemeti özelliklerinde de gözlemlendiği gibi eğilme mukavemeti değeri azalmaktadır. Malzemenin kırılma tokluğu değeri yüksek konsantrasyonlarda (örn: %10 (ağ.)) MMT ve OMMT ilavesi ile sırası ile % 44 ve 55 oranında azalmaktadır. Elde edilen sonuçlar göstermektedir ki, yüksek kil konsantrasyonlarında kırılma tokluğu değeri azalırken matrisi içerisinde oluşan hava boşluğu oranı artmaktadır. Kil/epoksi nanokompozit malzemelerin camsı geçirgenlik sıcaklıkları DSC yöntemi ile ölçülmüş ve epoksiye MMT ilavesinin T_g değerini etkilemediği gözlenmiştir. Diğer taraftan, OMMT kil takviyesi ile malzemenin T_g değerinde artış elde

edilmiştir. Ayrıca, nanokompozitlerin termo mekanik özellikleri incelenmiş ve kil ilavesinin malzemenin storage ve viscous modulus değerlerini arttırdığı gözlenmiştir. UL-94 yanmazlık testi sonuçlarına göre, polimerin yanma direnci kil parçacıklarının ilavesi ile artmaktadır. Ağırlıkça %10 oranında MMT ve OMMT takviyesi ile nanokompozit malzemelerin yanma hızı sırası ile %38 ve 58 azalmaktadır. Yanma direncindeki bu artış, kil katmanlarının bariyer özelliği ile ilişkilendirilmiştir. Bariyer görevi gören kil katmanları polimer içerisinde oksijen ve artık gazların taşınmasını azaltmakta ve atmosferik koşullarda polimerin yanmasını engellemektedir. Ayrıca, malzemelerin ışık geçirgenliği özelliği kil ilavesi ile etkilenmektedir. OMMT kil parçacıkları içeren nanokompozitler MMT içerenlere göre daha iyi ışık geçirgenliği özelliği göstermektedir. OMMT/epoksi nanokompozitlerin daha şeffaf olması OMMT parçacıklarının epoksi içerisinde daha iyi eksfoliye olması ile ilişkilidir. Kil tabakalarının polimer içerisinde daha iyi dağılması sonucu, nanometre boyutunda kalınlığa sahip tabakaları malzemeden geçen ışığın dağılmasını engellemektedirler.

Farklı konsantrasyonlarda MMT ve OMMT parçacıkları içeren kil/epoksi nanokompozit süspansiyonu tabakalar arası polimerizasyon yöntemi ile sentezlendikten sonra kıvrımsız cam fiber takviyeli kompozit üretiminde matriks olarak kullanılmıştır. Fiber takviyeli kompozit malzemeler el yatırması yöntemi ile üretilmiş ve oda sıcaklığında 8 kPa basınç altında sertleştirilmiştir. Üretilen nanokompozit malzemelerde hacimsel fiber oranı yaklaşık olarak %40-44 tür. Polimer içerisine kil eklenmesi katmanlardaki hava boşluğu hacmi artmaktadır ve bu artış, yüzey modifikasyonu sonucu elde edilen OMMT parçacıkları için daha fazladır. Yüzey modifikasyonu sırasında kullanılan yüzey aktifleştirici madde, polimer matriks içerisinde oluşan hava kabarcıklarının miktarını artırmıştır. Cam fiberlerle güçlendirilmiş kompozitlerde polimer matriksin kil takviyesi ile modifikasyonu sonucu, kompozit malzemelerin mekanik özelliklerinde önemli bir gelişme gözlenmemiştir. Sonuçlar cam fiber takviyesinin malzemenin mekanik özelliklerine daha belirgin etkileri olduğunu göstermiştir. Ancak, polimere kil ilavesi malzemelerin eğilme mekanik özelliklerini artırmıştır. Eğilme özelliklerindeki bu artış, fiber ile matriks arasındaki ara yüzeyde bulunan kil parçacıkları ile ilişkilendirilmiştir. Kil tabakaları arayüzey özelliklerini kritik konsantrasyon değerine kadar artırmaktadır. Eğilme testinde, yükleme üç yönde yapılmaktadır: çekme, basma ve kayma. Çekme sırasında hava kabarcıkları açılırken, basmada ise kabarcıklar kapanmaktadır. Ayrıca bu davranış da belli konsantrasyonlara kadar eğilme özelliklerinin artışı ile ilişkilendirilebilir. Kil/epoksi nanokompozitlerde de gözlemlendiği gibi MMT eklemesi ile malzemenin T_g değerinde herhangi bir değişim

gözlenmezken OMMT takviyesi ile 7% oranında artış elde edilmiştir. Ayrıca, polimer malzemeler için kritik bir özellik olan yanma direnci kil takviyesi ile önemli artış göstermiştir.

Kaynaklar

- Ahmadi S. J., Huang Y. D., Li W., Review: Synthetic Routes, Properties and Future Applications of Polymer-layered Silicate Nanocomposites, *Journal of Materials Science*, 39, 1919-25, (2004)
- Ajayan P. M., Schadler L. S., Braun P. V., *Nanocomposite Science and Technology*, Wiley-VCH, Newyork, USA, 2003
- Chen K. H., Yang S. M., Synthesis of Epoxy–Montmorillonite Nanocomposite, *J. Appl. Poly Sci.*, 86., 414–21, 2002.
- Chen C., Khobaib M., Curliss D., Epoxy layered-silicate nanocomposites., *Progress in Organic Coatings*, 47, 376–83, (2003)
- Chin I. J., Albrecht T. T., Kima H. C., Russella T. P., Wang J., On exfoliation of montmorillonite in epoxy, *Polymer*, 42, 5947-52, (2001)
- Deng Y., Gu A., Fang Z., The Effect of Morphology on the Optical Properties of Transparent Epoxy/Montmorillonite Composites, *Polym. Int.* 53, 85–91, 2003.
- Fischer H., Polymer nanocomposites: from fundamental research to specific applications., *Materials Science and Engineering C*, 23, 763–72, (2003)
- Gao F., Clay / Polymer Composites: The Story, *Materialstoday*, 50-55, (2004).
- Giannelis E. P., Review: Polymer-Layered Silicate Nanocomposites: Synthesis, Properties and Applications , *Appl. Organometal. Chem.*, 12, 675–80, (1998)
- Gilman J. W., Flammability and Thermal Stability Studies of Polymer Layered-silicate clay/nanocomposites, *Applied Clay Science*, 15, 31–49, (1999).
- Hasegawa N., Preparation and Mechanical Properties of Polypropylene- Clay Hybrids Using a Maleic Anhydride-Modified Polypropylene Oligomer, *J. Of Appl. Polm. Sci.*, 67, 87-92, (1998).
- Isik I., Yilmazer U., Bayram G., Impact Modified Epoxy/Montmorillonite Nanocomposites: Synthesis and Characterization, *Polymer*, 44, 6371–77, 2003.
- Jiankun L., Yucai K., Zongneng Q., Su Y. X., *J. Polym. Sci., Part B*, 39, 115 (2001)
- Jordan J., Jacob K. I., Tannenbaum R., Sharaf M. A., Jasiuk I., Review: Experimental Trends in Polymer Nanocomposites-a Review, *Materials Science and Engineering A*, (2004).
- Lan T., Kaviratna P. D., Pinnavaia T. J., Mechanism of Clay Tactoid Exfoliation in Epoxy-Clay Nanocomposites, *Chem. Mater.*, 7, 2144 (1995)
- Lan T., Pinnavaia T. J., Clay-Reinforced Epoxy Nanocomposites, *Chem. Mater.*, 6, 2216 (1994)

Lee A., Lichtenhan J. D., Thermal and Viscoelastic Property of Epoxy–Clay and Hybrid Inorganic–Organic Epoxy Nanocomposites, *Journal of Applied Polymer Science*, 73, 1993–2001, (1999)

Lee H., Neville K., *Epoxy Resins: Their Applications and Technology*, McGraw-Hill Book Company, Inc., Newyork, (1957), pp: 4-12.

Lin J., Chang L.C., Nien M.H., Ho H.L., *Mechanical Behavior of Various Nanoparticle Filled Composites at Low-Velocity Impact*, *Composite Structures*, 2005

Luo J., Daniel I. M., *Characterization and Modeling of Mechanical Behavior of Polymer/Clay Nanocomposites*, *Composites Science and Technology*, 63, 1607–16, (2003).

Ma J., Xu J., Ren J., Mai Y., *A New Approach to Polymer/Montmorillonite Nanocomposites*, *Polymer*, 44., 4619–24, (2003).

Nigam V., Setua D. K., Mathur G. N., Kar K. K., *Epoxy-Montmorillonite Clay Nanocomposites: Synthesis and Characterization*, *Journal of Applied Polymer Science*, 93, 2201–10, (2004)

Ranta D., Manoj N. R., Varley R., Raman S. and Simon G. P., *Clay-reinforced epoxy nanocomposites*, *Polym Int.*, 52, 1403–07, (2003).

Ray S. S., Okamoto M., *Polymer/Layered Silicate Nanocomposites: A Review from Preparation to Processing*, *Prog. Polym. Sci.*, 28, 1539–1641, (2003).

Qutubuddin S., Fu X., *Nano-Surface Chemistry*, New York, NY, USA, 2001, pp: 653-672.

Salahuddin N. A., *Layered Silicate/Epoxy Nanocomposites: Synthesis, Characterization and Properties*, *Polym. Adv. Technol.*, 15, 251–59, (2004).

Schmidt D., Shah D., Giannelis E. P., *New advances in polymer/ layered silicate nanocomposites*, *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 6, 205–12, (2002).

Skoog D. A., Holler F. J., Nieman T. A., *Principles of Instrumental Analysis*, Harcourt Brace & Company, United state of America, pp:798. 1998.

Standard Test Method for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials, American Society for Testing and Materials (ASTM) D 790M – 86.

Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics, American Society for Testing and Materials (ASTM) D 638M - 91a.

Standard Test Method for Plane-Strain Fracture Toughness and Strain Energy Release Rate of Plastic Materials, American Society for Testing and Materials (ASTM) D 5045 – 91a.

Standard Test Method for Rate of Burning and/or Extent and Time of Burning of Self-Supporting Plastics in a Horizontal Position (ASTM) D 635 – 91.

Thostenson E. T., Li C., Chou T., Review: Nanocomposites in Context, *Composites Science and Technology*, (2004).

Tolle T. B., Anderson D. P., Morphology Development in Layered Silicate Thermoset Nanocomposites, *Composites Science and Technology*, 62, 1033–41, (2002)

Velmurugan R., Mohan T. P., Room Temperature Processing of Epoxy-Clay Nanocomposites, *Journal of Materials Science*, 39, 7333 – 39, 2004.

Wang Z., Pinnavaia T. J., Hybrid Organic-Inorganic Nanocomposites: Exfoliation of Magadiite Nanolayers in an Elastomeric Epoxy Polymer, *Chem. Mater.*, 10, 1820, (1998)

Wetzel B., Hauptert F., Zhang M.Q., Epoxy nanocomposites with high mechanical and tribological performance, *Composites Science and Technology*, 63, 2055–67, (2003)

Zanetti M., Lomakina S., Camino G., Polymer layered silicate nanocomposites, *Macromol. Mater. Eng.*, 279, 1–9, (2000)

Zhang K., Wang L., Wang F., Wang G., Li Z., Preparation and Characterization of Modified-Clay-Reinforced and Toughened Epoxy-Resin Nanocomposites, *Journal of Applied Polymer Science*, 91, 2649–2652, (2004).

Zerda A. S., Lesser A. J., Intercalated Clay Nanocomposites: Morphology, Mechanics, and Fracture Behavior, *Journal of Polymer Science: Part B: Polymer Physics*, 39, 1137–46, (2001)

Zhou Y., Shi F. G., Epoxy-based Optically Transparent Nanocomposites for Photonic Packaging, 9th Int'l Symposium on Advanced Packaging Materials, 100-103, 2004.

**TÜBİTAK
PROJE ÖZET BİLGİ FORMU**

Proje No: TBAG 104M365
Proje Başlığı: NANOKOMPOZİT MALZEMELERİN POLİMER VE TABAKALI KİL YAPILARDAN GELİŞTİRİLMESİ VE KARAKTERİZASYONU
Proje Yürütücüsü ve Araştırmacılar: DOÇ.DR. METİN TANOĞLU (Proje Yürütücüsü) DOÇ. DR. SALİH OKUR, ARŞ. GÖR. ELÇİN DİLEK KAYA, ARŞ. GÖR. BAHAR BAŞAK PEKŞEN, Y. L. ÖGR. EMRAH BOZKURT
Projenin Yürütüldüğü Kuruluş ve Adresi: İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsü Gülbahçe kampüsü, Urla, İzmir
Projenin Başlangıç ve Bitiş Tarihleri: 1 Temmuz 2005 – 1 Aralık 2007
Öz (en çok 70 kelime) <p>Tabakalı kil/polimer nanokompozitleri Na⁺ katyonları içeren kil (montmorillonite) ve epoksi reçine kullanılarak hazırlanmıştır. Kil yüzeyleri HTAC kullanılarak modifiye edilmiş ve organik uyumlu killer (OMMT) elde edilmiştir. Ağırlıkça %0-10 kil parçacıkları epoksi matriks içerisine ultrasonik yöntemler yardımı ile karıştırılmış nanokompozit sistemleri elde edilmiştir. Reçineye tabakalı kil partiküllerinin eklenmesi epoksinin mekanik, termal ve optik özelliklerini etkilemiştir. Kivımsız cam fiberlerle takviye edilmiş tabakalı polimer kompozitler için kullanılan matriks malzemesi modifiye edilmiş kil nano parçacıkları içeren epoksi ile hazırlanmıştır. Tabakalı kil nano parçacıkların cam takviyeli kompozitlerin mekanik, ısı ve yanma özelliklerine etkisi araştırılmıştır.</p>
Anahtar Kelimeler: Kompozit malzeme, epoksi matriks, nanokompozit, tabakalı kil, montmorillonit, cam elyaf, termal, mekanik ve optik özellikler.
Projeden Yapılan Yayınlar: <ol style="list-style-type: none">1. E. Kaya, S. Okur, M. Tanoğlu "Mechanical and optical properties of clay/epoxy nanocomposites" Conference proceeding of Advancing with Composites 2005, Naples, Italy, (11-14 Oct. 2005). Bildiri sunuldu.2. Kaya, E., S. Okur, S., Tanoğlu, M., "Epoxy/clay nanocomposites; processing, microstructural and mechanical characterization", Abstracts book of NanoTR-I Nanoscience and Nanotechnology 2005 Conferences, Bilkent University, 80 (25-27 May 2005). Bildiri sunuldu.3. Kaya, E., S. Okur, S., Tanoğlu, M., "Layered Clay/Epoxy Nanocomposites", Abstracts book of NanoTR-II Nanoscience and Nanotechnology 2006 Conferences, METU, Ankara, 57 (3-5 May 2006). Bildiri sunuldu.4. Kaya E., Pekşen B., Tanoğlu M. "Effects of Processing Parameters on the Properties of Clay/Epoxy-amine Nanocomposites", Conference proceedings of 12th European Conference on Composite Materials 2006, Biarritz, France (29 Aug.-1 Semp. 2006). Bildiri sunuldu.5. Kaya, E., Bozkurt, E., Tanoglu, M., "Tabakalı Kil / Epoksi Nanokompozitler", Polimerik Kompozitler Sempozyumu Bildiri Kitabı, İzmir, Türkiye p. 223 - 234 (Kasım 2006).6. Kaya E., Tanoğlu M. "Layered clay/epoxy nanocomposites. Part I: Morphology and Mechanical Properties" (2006), Composites, Part A, submitted.7. Kaya E., Okur S., Tanoğlu M. "Layered clay/epoxy nanocomposites. Part II: Thermal, Flame Retardancy and Optical Properties" (2006), J. of Applied Polymer Science, under review.8. Emrah Bozkurt, Elçin Kaya and Metin Tanoğlu, Mechanical and thermal behavior of non-crimp glass fiber reinforced layered clay/epoxy nanocomposites, <i>Composites Science and Technology</i>, Available Online, 28 March 20079. E. Kaya, Development of Layered Clay/Epoxy Nanocomposites, Master Thesis, 2006, İYTE.10. Emrah Bozkurt, Elçin Kaya and Metin Tanoğlu, Mechanical and thermal behavior of non-crimp glass fiber reinforced layered clay/epoxy nanocomposites with Silicate nanoparticle modified epoxy matrix, Master Thesis, 2006, İYTE.