



**T.C.
ONDOKUZ MAYIS ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ
MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANA BİLİM DALI**

**FARKLI ÇALIŞMA KOŞULLARINA MARUZ
FONKSİYONELLEŞTİRİLMİŞ BOR NANOPARTİKÜLLERİ
KATKILI NANOKOMPOZİTLERİN YAPISAL, TERMAL ve
MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

Yüksek Lisans Tezi

Yasemin KORKMAZ

Danışman
Dr. Öğr. Üyesi Kürşat GÜLTEKİN

SAMSUN
2022

**T.C.
ONDOKUZ MAYIS ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ
MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANA BİLİM DALI**



**FARKLI ÇALIŞMA KOŞULLARINA MARUZ
FONKSİYONELLEŞTİRİLMİŞ BOR NANOPARTİKÜLLERİ
KATKILI NANOKOMPOZİTLERİN YAPISAL, TERMAL ve
MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

Yüksek Lisans Tezi

Yasemin KORKMAZ

Danışman

Dr. Öğr. Üyesi Kürşat GÜLTEKİN

Bu çalışma Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu tarafından 119M939 proje numarası ile desteklenmiştir.

SAMSUN
2022

BİLİMSEL ETİĞE UYGUNLUK BEYANI

Hazırladığım Yüksek Lisans tezinin bütün aşamalarında bilimsel etiğe ve akademik kurallara riayet ettiğimi, çalışmada doğrudan veya dolaylı olarak kullandığım her alıntıya kaynak gösterdiğimi ve yararlandığım eserlerin Kaynaklar'da gösterilenlerden oluştuğunu, her unsurun enstitü yazım kılavuzuna uygun yazıldığını ve TÜBİTAK Araştırma ve Yayın Etiği Kurulu Yönetmeliği'nin 3. bölüm 9. maddesinde belirtilen durumlara aykırı davranılmadığını taahhüt ve beyan ederim.

Etik Kurul Gerekli mi ?

Evet

Hayır

İmza

23/05/2022

Yasemin KORKMAZ

TEZ ÇALIŞMASI ÖZGÜNLÜK RAPORU BEYANI

Tez Başlığı : FARKLI ÇALIŞMA KOŞULLARINA MARUZ FONKSİYONELLEŞTİRİLMİŞ BOR NANOPARTİKÜLLERİ KATKILI NANOKOMPOZİTLERİN YAPISAL, TERMAL ve MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Yukarıda başlığı belirtilen tez çalışması için şahsım tarafından 23/05/2022 tarihinde intihal tespit programından alınmış olan özgünlük raporu sonucunda;

Benzerlik oranı : % 3

Tek kaynak oranı : % 1 çıkmıştır.

İmza

23/05/2022

Dr. Öğr. Üyesi Kürşat GÜLTEKİN

ÖZET

FARKLI ÇALIŞMA KOŞULLARINA MARUZ FONKSİYONELLEŞTİRİLMİŞ
BOR NANOPARTİKÜLLERİ KATKILI NANOKOMPOZİTLERİN YAPISAL,
TERMAL ve MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Yasemin KORKMAZ
Ondokuz Mayıs Üniversitesi
Lisansüstü Eğitim Enstitüsü
MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANA BİLİM DALI
Yüksek Lisans, Haziran/2022
Danışman: Dr. Öğr. Üyesi Kürşat GÜLTEKİN

Epoksi reçineler yüksek termal ve mekanik özellikleri nedeniyle otomobil, havacılık ve denizcilik gibi birçok endüstriyel uygulamada kompozit malzemelerin matris malzemesi olarak kullanılmaktadır. Ancak, epoksi matrisin sıvı emilimine duyarlı bir malzeme olması çalışma koşullarında nemli ve sıcak ortamlara sıklıkla maruz kaldığı durumlarda güvenilirlik endişesi oluşturmaktadır. Bu nedenle epoksi matrisli kompozit malzemelerin farklı çalışma koşullarındaki davranışının belirlenmesi ve eksik yönlerinin geliştirilmesi önem arz etmektedir.

Bu amaçla tez çalışmalarında, katkısız ve %2 oranında fonksiyonelleştirilmiş hegzagonal bor nitrür (BN) ve hegzagonal bor karbür (B₄C) nanopartikülleri katkılı epoksi kompozitler üretilmiştir. Üretilen kompozitler 40°C saf su, tuzlu su ve sülfürik asit ortamlarına 20, 40 ve 60 gün sürelerde maruz bırakılmıştır.

Numunelerin karakterizasyonu için kütle değişimi testi, Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), Fourier Dönüşümlü Kızılötesi (FT-IR) Spektroskopisi, Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC), Dinamik Mekanik Analiz (DMA) ve çekme testi uygulanmıştır. Şartlandırma işlemi sonrasında bor nanopartiküllerinin kompozitlerin yapısal, termal ve mekanik özelliklerine etkisi ve yaşanan değişimler 20, 40 ve 60 günlük şartlandırma sürelerinin fonksiyonu olarak incelenmiştir. Elde edilen bulgular incelendiğinde, nanopartikül varlığına ve şartlandırma süresine bağlı olarak kompozitlerin yaşadığı bozunma miktarının değiştiği gözlemlenmiştir. Katkısız kompozite kıyasla bor nanopartiküllerinin varlığının epoksi matrisin sıvı emilimini ve dolayısıyla kompozitin bozunma miktarını azalttığı belirlenmiştir.

Anahtar Sözcükler: Bor nanopartikülleri, Epoksi, Nanokompozit, Şartlandırma, Mekanik Karakterizasyon

ABSTRACT

INVESTIGATION OF STRUCTURAL, THERMAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF FUNCTIONALIZED BORON NANOPARTICLES DOPED NANOCOMPOSITES EXPOSED TO DIFFERENT OPERATING CONDITIONS

Yasemin KORKMAZ

Ondokuz Mayıs University

Institute of Graduate Studies

Department of Mechanical Engineering

Master, June/2022

Supervisor: Assist. Prof. Dr. Kürşat GÜLTEKİN

Epoxy resins are used as matrix material of composite materials in many industrial applications such as automobile, aviation and marine, due to their high thermal and mechanical properties. However, the fact that the epoxy matrix is a material sensitive to liquid absorption poses a reliability concern in cases where it is frequently exposed to humid and hot environments under operating conditions. For this reason, it is important to determine the behavior of epoxy matrix composite materials in different operating conditions and to develop their deficiencies.

For this purpose, in the thesis studies, epoxy composites undoped and with 2% functionalized hexagonal boron nitride (BN) and hexagonal boron carbide (B₄C) nanoparticles were produced. Then, produced composites were exposed to 40°C distilled water, salt water and sulfuric acid environments for 20, 40 and 60 days.

Mass change test, Scanning Electron Microscope (SEM), Fourier Transform Infrared (FT-IR) Spectroscopy, Differential Scanning Calorimetry (DSC), Dynamic Mechanical Analysis (DMA) and tensile test were performed for the characterization of the samples. After conditioning, the effects of boron nanoparticles on the structural, thermal and mechanical properties of composites and the experienced changes were investigated as a function of 20, 40 and 60 day conditioning times. When the findings were examined, it was observed that the amount of degradation experienced by the composites changed depending on the presence of nanoparticles and the conditioning time. It was determined that the presence of boron nanoparticles reduces the liquid absorption of the epoxy matrix and hence the amount of degradation of the composite was reduced compared to the undoped composite.

Keywords: Boron nanoparticles, Epoxy, Nanocomposite, Conditioning, Mechanical Characterization

ÖN SÖZ VE TEŞEKKÜR

Tez çalışmalarım boyunca bilgi ve tecrübelerini benden esirgemeyen, yardımını ve desteğini bir an olsun eksik etmeyen, birlikte çalışma fırsatı bulduğum için kendimi çok şanslı hissettiğim kıymetli danışman hocam Dr. Öğr. Üyesi Kürşat GÜLTEKİN'e sonsuz teşekkürlerimi ve saygılarımı sunarım.

Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu'na 119M939 numaralı projeye verdiği maddi destek için teşekkürlerimi sunarım.

Verdiğim her kararda yanımda olan, sevgisini ve desteğini hayatımın her anında bana hissettiren sevgili aileme ve dostlarıma sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Yasemin KORKMAZ

İÇİNDEKİLER

TEZ KABUL VE ONAYI	i
BİLİMSEL ETİĞE UYGUNLUK BEYANI	ii
TEZ ÇALIŞMASI ÖZGÜNLÜK RAPORU BEYANI	ii
ÖZET	iii
ABSTRACT	iv
ÖNSÖZ VE TEŞEKKÜR	v
İÇİNDEKİLER	vi
SİMGELER VE KISALTMALAR	viii
ŞEKİLLER DİZİNİ	x
TABLolar DİZİNİ	xii
1. GİRİŞ	1
2. KURAMSAL TEMELLER VE LİTERATÜR ÖZETLERİ.....	5
2.1. Polimerler.....	5
2.1.1. Termoplastikler	6
2.1.2. Elastomerler	7
2.1.3. Termosetler	8
2.2. Kompozitler	11
2.3. Nanokompozitler.....	13
2.4. Bor Partikülleri.....	14
2.4.1. Bor Nitrür.....	15
2.4.2. Bor Karbür	18
2.4.3. Bor Nanopartikülleri Katkı Polimer Kompozitler	19
2.5. Çalışma Ortamlarının Polimer Kompozitler Üzerindeki Etkileri	24
2.6. Kütle Değişimi Testi	34
2.7. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM).....	35
2.8. Fourier Dönüşümlü Kızılötesi (FT-IR) Spektroskopisi	36
2.9. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC).....	37
2.10. Dinamik Mekanik Analiz (DMA).....	37
2.11. Çekme Testi	39
3. MATERYAL VE YÖNTEM.....	40
3.1. Kullanılan Malzemeler.....	40
3.2. Bor Nanopartiküllerinin Yüzeylerinin Fonksiyonelleştirilmesi.....	41
3.3. Bor Nanopartikülleri Katkı ve Katkısız Epoksi Reçinelerin Üretimi	43
3.4. Bor Nanopartikülleri Katkı ve Katkısız Epoksi Kompozitlerin Üretimi	44
3.5. Bor Nanopartikülleri Katkı ve Katkısız Epoksi Kompozitlerin Farklı Ortamlarda Şartlandırılması	45
3.6. Numunelere Uygulanan Testler	46
3.6.1. Kompozitlerin Kütle Değişim Testi.....	46
3.6.2. Kompozitlerin Fourier Dönüşümlü Kızılötesi (FT-IR) Spektroskopisi Analizi	47
3.6.3. Kompozitlerin Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi	47
3.6.4. Kompozitlerin Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Analizi.....	48
3.6.5. Kompozitlerin Dinamik Mekanik Analizi (DMA)	48
3.6.6. Kompozitlerin Çekme Testi.....	49
4. BULGULAR VE TARTIŞMA.....	50
4.1. Kompozitlerin Kütle Değişimi Sonuçları	50
4.1.1. Saf Su Ortamında Kompozitlerin Kütle Değişimi Sonuçları	50
4.1.2. Tuzlu Su Ortamında Kompozitlerin Kütle Değişimi Sonuçları	53
4.1.3. Sülfürik Asit Ortamında Kompozitlerin Kütle Değişimi Sonuçları.....	55
4.2. Kompozitlerin Fourier Dönüşümlü Kızılötesi (FT-IR) Spektroskopisi Analizi Sonuçları	58
4.2.1. Saf Su Ortamında Kompozitlerin FT-IR Analizi Sonuçları.....	58
4.2.2. Tuzlu Su Ortamında Kompozitlerin FT-IR Analizi Sonuçları.....	60
4.2.3. Sülfürik Asit Ortamında Kompozitlerin FT-IR Analizi Sonuçları.....	62

4.3. Kompozitlerin Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Analizi Sonuçları	63
4.3.1. Saf Su Ortamında Kompozitlerin DSC Analizi Sonuçları	64
4.3.2. Tuzlu Su Ortamında Kompozitlerin DSC Analizi Sonuçları	66
4.3.3. Sülfürik Asit Ortamında Kompozitlerin DSC Analizi Sonuçları.....	68
4.4. Kompozitlerin Dinamik Mekanik Analiz (DMA) Sonuçları	70
4.4.1. Saf Su Ortamında Kompozitlerin DMA Sonuçları	70
4.4.2. Tuzlu Su Ortamında Kompozitlerin DMA Sonuçları	74
4.4.3. Sülfürik Asit Ortamında Kompozitlerin DMA Sonuçları	77
4.5. Kompozitlerin Çekme Testi Sonuçları.....	80
4.5.1. Saf Su Ortamında Kompozitlerin Çekme Testi Sonuçları	80
4.5.2. Tuzlu Su Ortamında Kompozitlerin Çekme Testi Sonuçları	84
4.5.3. Sülfürik Asit Ortamında Kompozitlerin Çekme Testi Sonuçları	88
5. SONUÇ VE ÖNERİLER.....	92
KAYNAKÇA.....	98
ÖZGEÇMİŞ.....	110

SİMGELER VE KISALTMALAR

Al_2O_3	: Alüminyum oksit
Au	: Altın
B	: Bor
BN	: Bor nitrür
B_4C	: Bor karbür
B_2O_3	: Borik asit
C	: Karbon
$CaCO_3$: Kalsiyum karbonat
cm	: Santimetre
cm^3	: Santimetreküp
E'	: Depolama modülü
E''	: Kayıp modülü
g	: Gram
GPa	: Gigapaskal
K	: Kelvin
kN	: Kilonewton
m	: Metre
mg	: Miligram
ml	: Mililitre
MoS_2	: Molibden disülfür
MPa	: Megapaskal
nm	: Nanometre
Pd	: Paladyum
SiC	: Silisyum karbür
Si_3N_4	: Silisyum nitrür
SiO_2	: Silisyum dioksit
sn	: Saniye
T_g	: Camsı geçiş sıcaklığı
TiO_2	: Titanyum dioksit
W	: Watt
v	: Çapraz bağ yoğunluğu

Å	: Angstrom
µm	: Mikrometre
°C	: Derece Celsius
BNNT	: Bor Nitrür Nanotüp
BPA	: Bisfenol A
CFRP	: Cam Fiber Katkılı Polimer
CTE	: Termal Genleşme Katsayısı
CVD	: Kimyasal Buhar Biriktirme
CH ₃ COOH	: Asetik Asit
ÇDKNT	: Çok Duvarlı Karbon Nanotüp
DGEBA	: Bisfenol A'nın Diglisidil Eteri
DMA	: Dinamik Mekanik Analiz
DSC	: Diferansiyel Taramalı Kalorimetre
FT-IR	: Fourier Dönüşümlü Kızılötesi
GNP	: Grafen Nano Partikül
h-BN	: Hekzagonal Bor Nitrür
HCl	: Hidroklorik Asit
HNO ₃	: Nitrik Asit
HP-HT	: Yüksek Sıcaklık Yüksek Basınç
H ₂ SO ₄	: Sülfürik Asit
IR	: İnfrared
Kcal	: Kilokalori
KFRP	: Karbon Fiber Katkılı Polimer
KNF	: Karbon Nanofiber
KNT	: Karbon Nanotüp
k-BN	: Kübik Bor Nitrür
NaCl	: Sodyum Klorür
NaOH	: Sodyum Hidroksit
NH ₂	: Amin
OH	: Hidroksil
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
w-BN	: Würstetik Bor Nitrür

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1. Polimerlerin farklı molekül yapılarının şematik gösterimi.....	5
Şekil 2.2. Termoplastiklerin moleküler yapıları (a) Amorf, (b) Yarı kristal.....	6
Şekil 2.3. Polimerlerin çapraz bağ yoğunlukları (a)Termoplastikler, (b)Elastomerler, (c)Termosetler.....	7
Şekil 2.4. Termoset polimerlerin çapraz bağlı ağ yapısı.....	8
Şekil 2.5. Epoksit grubu.....	9
Şekil 2.6. Bisfenol A ve epiklorohidrinin reaksiyonu ile DGEBA sentezi.....	10
Şekil 2.7. Hekzagonal bor nitrür ve kübik bor nitrürün kristal yapıları.....	16
Şekil 2.8. BNNT kristal yapıları a) arm-chair, b) zig-zag, c) kiral.....	17
Şekil 2.9. Bor karbürün kristal yapısı.....	18
Şekil 2.10. Polimerler yapıdaki serbest hacmin şematik gösterimi.....	25
Şekil 2.11. Polimerlerin hidrolizi.....	26
Şekil 2.12. Dolambaçlı yol modelinin şematik gösterimi.....	27
Şekil 2.13. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) çalışma prensibi.....	35
Şekil 2.14. Fourier dönüşümü kızılötesi spektroskopisi şematik diyagramı.....	36
Şekil 2.15. Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) çalışma prensibi.....	37
Şekil 2.16. Dinamik mekanik analiz (DMA) çalışma prensibi.....	38
Şekil 2.17. Çekme testi.....	39
Şekil 3.1. Bor nanopartiküllerinin SEM görüntüleri (a) BN, (b) B ₄ C.....	41
Şekil 3.2. Hekzagonal bor nitrür nanopartiküllerinin yüzey modifikasyonu işlemi (a) Tavlama, (b) Karıştırma, (c) pH ayarlama, (d) Refluks, (e) Santrifüj.....	42
Şekil 3.3. Hekzagonal bor karbür nanopartiküllerinin yüzey modifikasyonu işlemi (a) Karıştırma, (b) pH ayarlama, (c) Refluks, (d) Ultrasantrifüj, (e) Kurutma.....	42
Şekil 3.4. Bor nanopartikülleri katkılı epoksi reçinelerin üretim aşamaları (a) Nanopartikül tartımı, (b) Ultrasonik karıştırma, (c) Yüksek hız karıştırma işlemi, (d) Asetonun buharlaştırılması, (e) Sertleştirici eklenmesi.....	44
Şekil 3.5. Bor nanopartikülleri katkılı epoksi kompozitlerin üretimi.....	44
Şekil 3.6. Bor nanopartikülleri katkılı ve katkısız epoksi kompozitlerin farklı ortamlarda şartlandırılması.....	45

Şekil 3.7. Farklı ortamlarda şartlandırılan kompozitlerin kütle değişim testi.....	46
Şekil 3.8. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) cihazı	47
Şekil 3.9. Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) cihazı	48
Şekil 3.10. Dinamik mekanik analiz (DMA) cihazı.....	48
Şekil 3.11. Farklı ortamlarda şartlandırılan kompozitlerin çekme testi	49
Şekil 4.1. Saf su ortamında şartlandırılan katkısız, BN ve B ₄ C katkılı epoksi kompozitlerin kütle değişim grafiği.....	50
Şekil 4.2. Saf su ortamında şartlandırılan kompozitlerin SEM görüntüleri (a) Katkısız, (b) BN katkılı, (c) B ₄ C katkılı	52
Şekil 4.3. Tuzlu su ortamında şartlandırılan katkısız, BN ve B ₄ C katkılı kompozitlerin kütle değişim grafiği.....	53
Şekil 4.4. Tuzlu su ortamında şartlandırılan kompozitlerin SEM görüntüleri (a) katkısız, (b) BN katkılı, (c) B ₄ C katkılı	54
Şekil 4.5. Sülfürik asit çözeltisi ortamında şartlandırılan katkısız, BN ve B ₄ C katkılı kompozitlerin kütle değişim grafiği	56
Şekil 4.6. Sülfürik asit ortamında şartlandırılan kompozitlerin SEM görüntüleri (a) katkısız, (b) BN katkılı, (c) B ₄ C katkılı	57
Şekil 4.7. Saf su ortamında şartlandırılan epoksi kompozitlerin FT-IR spektrumları (a) katkısız, (b) BN katkılı, (c) B ₄ C katkılı	59
Şekil 4.8. Tuzlu su ortamında şartlandırılan epoksi kompozitlerin FT-IR spektrumları (a) Katkısız, (b) BN katkılı, (c) B ₄ C katkılı	61
Şekil 4.9. Sülfürik asit ortamında şartlandırılan epoksi kompozitlerin FT-IR spektrumları (a) Katkısız, (b) BN katkılı, (c) B ₄ C katkılı.....	63
Şekil 4.10. Saf su ortamında şartlandırılan (a) katkısız, (b) BN katkılı, (c) B ₄ C katkılı kompozitlerin DSC eğrileri.....	65
Şekil 4.11. Tuzlu su ortamında şartlandırılan (a) katkısız, (b) BN katkılı, (c) B ₄ C katkılı kompozitlerin DSC eğrileri	67
Şekil 4.12. Sülfürik asit ortamında şartlandırılan (a) katkısız, (b) BN katkılı ve (c) B ₄ C katkılı kompozitlerin DSC eğrileri.....	69
Şekil 4.13. Saf su ortamında şartlandırılan (a) katkısız, (b) BN katkılı ve (c) B ₄ C katkılı kompozitlerin depolama modülü ve tan δ grafikleri.....	71
Şekil 4.14. Tuzlu su ortamında şartlandırılan (a) katkısız, (b) BN katkılı ve (c) B ₄ C katkılı kompozitlerin depolama modülü ve tan δ grafikleri.....	75
Şekil 4.15. Sülfürik asit ortamında şartlandırılan (a) katkısız, (b) BN katkılı ve (c) B ₄ C katkılı kompozitlerin depolama modülü ve tan δ grafikleri.....	78

Şekil 4.16. Saf su ortamında şartlandırılan (a) katkısız, (b) BN ve (c) B ₄ C katkıli kompozitlerin gerilme-şekil değiştirme grafikleri	81
Şekil 4.17. Tuzlu su ortamında şartlandırılan (a) katkısız, (b) BN ve (c) B ₄ C katkıli kompozitlerin gerilme-şekil değiştirme grafikleri	85
Şekil 4.18. Sülfürik asit ortamında şartlandırılan (a) katkısız, (b) BN ve (c) B ₄ C katkıli kompozitlerin gerilme-şekil değiştirme grafikleri.....	89

TABLULAR DİZİNİ

Tablo 3.1. Epoksi ve sertleştiricinin fiziksel özellikleri.....	40
Tablo 3.2. Hekzagonal bor nitrür ve bor karbür nanopartiküllerinin fiziksel özellikleri	40
Tablo 3.3. Deneysel parametreler	46
Tablo 4.1. Saf su ortamında kompozitlerin sıvı emilim yüzdeleri ve difüzyon katsayıları ...	52
Tablo 4.2. Tuzlu su ortamında kompozitlerin sıvı emilim yüzdeleri ve difüzyon katsayıları	55
Tablo 4.3. Sülfürik asit ortamında kompozitlerin sıvı emilim yüzdeleri ve difüzyon katsayıları	57
Tablo 4.4. Saf su ortamında şartlandırılan kompozitlerin DMA sonuçları	72
Tablo 4.5. Tuzlu su ortamında şartlandırılan kompozitlerin DMA sonuçları	77
Tablo 4.6. Sülfürik asit ortamında şartlandırılan kompozitlerin DMA sonuçları	79
Tablo 4.7. Saf su ortamında şartlandırılan kompozitlerin çekme testi sonuçları	82
Tablo 4.8. Tuzlu su ortamında şartlandırılan kompozitlerin çekme testi sonuçları	86
Tablo 4.9. Sülfürik asit ortamında şartlandırılan kompozitlerin çekme testi sonuçları	90

1. GİRİŞ

Polimerler kolay, hızlı ve düşük maliyetle karmaşık şekillere sahip ürünlere dönüştürülebilir olmasının yanı sıra yüksek özgül mukavemete, kimyasal kararlılığa ve elektriksel yalıtım özelliklerine sahip malzemelerdir. Bu özellikleri sayesinde elektronik, biyomedikal, enerji ve imalat endüstrisi gibi pek çok alanda yaygın olarak kullanılmaktadır (Saba ve Jawaid, 2018).

Polimer malzemelerin özellikleri yapıyı oluşturan monomerlerinin kimyasına ve bu monomerlerin polimer yapı diziliminde birbirleri ile nasıl bağlandığı ile ilişkilidir. Özelliklerinin belirlenmesindeki önemi sebebiyle polimerler genellikle moleküler yapılarına göre sınıflandırılmaktadır. Bu sınıflandırma termoplastikler, termosetler ve elastomerler olmak üzere üçe ayrılarak yapılmaktadır (Li ve Strachan, 2015; Young, 1981). Termosetler en yüksek mekanik özelliklere sahip olan polimerlerdir. Genellikle reçine ve sertleştirici olmak üzere iki bileşenden oluşmaktadır. Termosetleri termoplastiklerden ve elastomerlerden ayıran temel fark ise yüksek çapraz bağ yoğunluğudur (Quirino vd., 2021; Ullah vd., 2015). Termosetlerin en bilinen örneği ise epoksilerdir. Epoksiler yüksek mekanik özellikleri, üstün yapışma davranışı, ısı ve kimyasal dirençleri nedeniyle günümüzde kaplamalar, yapıştırıcılar ve kompozitlerin matris malzemesi olarak yaygın bir şekilde kullanılmaktadır (Jin vd., 2015).

Epoksi malzemeler doğaları gereği buldukları ortamlara karşı oldukça duyarlı bir yapıya sahiptirler (Starkova vd., 2019). Özellikle yapısal uygulamalarda yapıştırıcı ve matris malzemesi olarak kullanılan epoksiler çalışma süreleri boyunca sıcaklık, nem, deniz suyu, asit ve alkali ortamlara sıklıkla maruz kalmakta ve bu durum tehlike oluşturmaktadır (Li vd., 2019; Reis vd., 2019; Xiao ve Shanahan, 1997). Epoksi malzemelerin çalışma koşullarından etkilenmesi özellikle çevrede ciddi hasara yol açabileceği bazı endüstriyel uygulamalarda güvenilirliğini kısıtlamaktadır. Dayanıklılık sorunları hizmet ömrü boyunca epoksiyi etkileyen bozunma süreci ile doğrudan ilişkilidir. Epoksiler polar su molekülleri ile etkileşime giren hidrofilik gruplara sahip olması nedeniyle sıvı emilimine yatkın malzemelerdir (Chakraverty vd., 2017). Epoksi malzemelerin bulunduğu ortamdan sıvı emmesi fiziksel ve kimyasal özelliklerinde tersinir ve tersinmez değişimlere neden olmaktadır. Epoksiler matris içerisine emilen sıvı ile kimyasal olarak reaksiyona girmekte ve bunun sonucunda malzemede şişme, plastikleşme ve hidroliz gibi sonuçlar yaşanmaktadır (Capiel vd.,

2018). Gerçekleşen bu olaylar neticesinde malzemenin fiziko-kimyasal ve mekanik özelliklerini etkilenmekte ve camsı geçiş sıcaklığı (T_g) düşmektedir. Kompozit malzeme tarafından emilen sıvının matris içerisinde dağılımı malzemenin difüzyon ve plastikleşme davranışlarını önemli ölçüde etkilemektedir (Starkova vd., 2013).

Epoksi yapıştırıcıların ve epoksi matrisli kompozitlerin çalışma ortamındaki davranışlarının incelenmesi hizmet süresinin ve performansının belirlenebilmesi için oldukça önemli bir husustur.

Epoksi malzemelerin eksik yönlerini giderebilmek, fiziksel ve mekanik özelliklerini geliştirebilmek, çatlak ilerlemesini engellemek ve farklı çalışma ortamlarındaki hizmet ömrünü iyileştirmek amacıyla genellikle matris içerisine rijit mikro ve nano boyutlarda takviye malzemeleri ilave edilmektedir (Choi vd., 2021; Sanya vd., 2019; Rodrigues ve Broughton, 2013; Wu vd., 2017). Sert doğaya sahip takviye malzemeleri epoksi malzemelerin sertlik, tokluk, mukavemet gibi mekanik özellikleri üzerinde olumlu etkiye sahiptirler.

Tüm bu yararlı etkilerinin yanı sıra matris içerisine nanopartikül katkısı epoksi malzemelerin sıvı emilimini zorlaştıran daha karmaşık bir mikro yapı oluşumunu sağlamaktadır (Sugiman ve Salman, 2019). Epoksi matris içerisindeki partikül varlığı sıvının matris içerisine difüzyonu için mevcut hacmi azaltmasının yanı sıra difüzyon yollarını daha dolambaçlı hale getirmektedir. Bu sayede epoksi malzemelerin en önemli dezavantajlarından birisi olan nemli ve korozyif ortamlardan sıvı emilimine yatkın davranışını ve dolayısıyla bozunma oranını azaltıcı yönde pozitif bir etki yaratmaktadır. Kim vd. (2005) tarafından gerçekleştirilen bir çalışmada, matris içerisine dağılmış olan nano boyuttaki partiküllerin sıvı difüzyonunu zorlaştırdığı ifade edilmiştir. Prolongo vd. (2012) katkısız, karbon nanotüp (KNT) ve karbon nanofiber (KNF) takviyeli epoksi kompozitleri 55°C ve %95 bağıl nem ortamına maruz bırakmışlardır. Hesaplanan difüzyon katsayılarının nanopartikül katkısı ile %20-30 aralığında bir azalma yaşandığı ifade edilmiştir. Elde edilen bu azalmanın, kıvrımlı yollar oluşturan ve su moleküllerinin ilerlemesini engelleyerek difüzyon oranını azaltıcı yönde etki eden partiküllerin varlığından kaynaklandığı ifade edilmiştir. Matris içerisinde sıvı difüzyonunun engellenmesi nanopartiküllerin matris içerisinde ki homojen dağılımı ile ilişkilidir. Çünkü partiküllerin optimum dağılımının elde edildiği durumlarda matris içerisindeki difüzyon yolları olabilecek en karmaşık halini almaktadır.

Takviye malzemelerinin özellikleri, yapısal şekli, boyutu, miktarı, yüzeyinin fonksiyonelleştirilmesi gibi parametreler kompozitlerin sıvı emilim davranışına ve dolayısıyla kompozit malzemelerde oluşan hasar boyutuna etki etmektedir. Imran vd. (2021) tarafından gerçekleştirilen bir çalışmada deniz suyu ortamında şartlandırdıkları nanokil/karbon/epoksi kompozitlerin özelliklerinin, matrise ilave edilen kil miktarına göre değişkenlik gösterdiğini ifade etmişlerdir. Alamri ve Low (2012) tarafından yürütülen bir çalışmada, su ortamında şartlandırdıkları nanokil, nanotüp, nano silisyum karbür gibi çeşitli nanopartiküllerle takviye edilmiş epoksi kompozitlerin özelliklerinin, nanopartiküllerin özellikleri doğrultusunda değişkenlik gösterdiği ifade edilmiştir.

Literatürde yer alan çalışmalar incelendiğinde, epoksi matrise karbon nanofiber (KNF), karbon nanotüp (KNT) kil, silisyum karbür, kalsiyum karbonat (CaCO_3), silisyum dioksit (SiO_2) gibi farklı nanopartiküllerin eklendiği ve farklı ortamlardaki özelliklerinin iyileştirildiği çalışmaların yer aldığı görülmektedir (Tai ve Szklarska-Smialowska, 1993; Wang vd., 2021b; Wang vd., 2006). Ancak dünyadaki bor rezervinin %75 oranına sahip olan ülkemizde bor nanopartiküllerinin kullanımının yaygınlaşması, bor nitrür (BN) ve bor karbür (B_4C) nanopartikülleri katkılı epoksi kompozitlerin farklı çalışma ortamlardaki özelliklerinin incelenmemiş olması yapılan yüksek lisans tez çalışmasının özgün değere sahip olduğunu ve bu çalışma konusunun araştırılmaya değer olduğunu ortaya koymaktadır.

Yapılan bu tez çalışmasının amacı yapısal uygulamalar, havacılık, otomotiv ve diğer endüstrilerde yaygın olarak kullanılan epoksi kompozitlerin saf su, tuzlu su ve sülfürik asit gibi çalışma koşulları altında davranışını belirlemektir. Ayrıca tez çalışmaları kapsamında epoksi matris içerisine bor nanopartikülleri katkısı yapılarak üretilen kompozit malzemeler üzerine ortam koşullarının olumsuz etkilerini azaltmak ve hizmet ömrünü arttırmak hedeflenmiştir. Bu amaçla katkısız ve ağırlıkça %2 oranında silan bileşikleriyle fonksiyonelleştirilmiş bor nitrür (BN) ve bor karbür (B_4C) nanopartikülleri katkılı epoksi kompozitler üretilmiştir. Üretilen kompozit numuneler 40°C saf su, tuzlu su ve sülfürik asit (H_2SO_4) ortamlarına 20, 40 ve 60 günlük süreler boyunca maruz bırakılmıştır. Epoksi kompozitlerin farklı ortamlara farklı sürelerde maruz bırakılması sonucunda yapısal, termal ve mekanik özelliklerindeki değişimler kütle değişimi, Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FT-IR), Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM), Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC), Dinamik

Mekanik Analiz (DMA) ve çekme testleri ile belirlenmiştir. Katkısız, silan bileşikleri ile fonksiyonelleştirilmiş bor nitrür (BN) ve bor karbür (B_4C) nanopartikülleri katkılı epoksi kompozitlerin sonuçları birbiri ile kıyaslanarak ortamların kompozitler üzerindeki etkilerinin ve sonuçlarının nedenleri ifade edilmiştir.

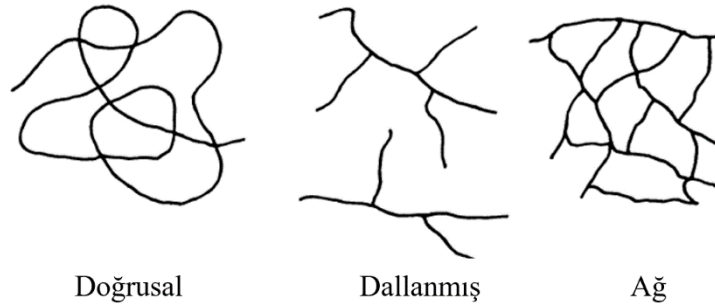
2. KURAMSAL TEMELLER VE LİTERATÜR ÖZETLERİ

2.1. Polimerler

Polimer malzemeler kovalent bağlar yardımıyla bir arada tutulan atom zincirlerinden oluşan uzun moleküllerdir. Polimerler, monomerlerin doğrusal veya üç boyutlu polimer ağ zincirlerini oluşturması için polimerizasyon adı verilen işlem ile üretilmektedir. Polimer malzemeleri diğer malzemelerden ayıran en belirgin özellik ise polimerlerin uzun moleküllerden oluşmasıdır. Tipik bir polietilen ortalama 50000 atom içeren ve 25000 Å uzunluğuna sahip moleküllerden oluşabilmektedir. Bu makromoleküllerin varlığı polimer malzemeler üzerinde önemli bir etkiye sahiptir (Young, 1981).

Polimer malzemelerin en önemli karakteristik özelliklerinden birisi camsı geçiş sıcaklığıdır (T_g). Camsı geçiş sıcaklığı malzemelerin bu değer altındaki sıcaklıklarda cam gibi kırılğan bir yapıya sahipken üzerindeki sıcaklıklara çıktığında daha sünek bir yapıda olduğunu belirten sınır sıcaklık değeridir. Bu sebeple camsı geçiş sıcaklığının polimerik malzemelerin özellikleri üzerinde önemli etkisi bulunmaktadır. Polimerin çapraz bağlanma miktarı camsı geçiş sıcaklığını etkileyen en önemli faktördür. Polimer malzemeler ağ yapısı içerisindeki komşu zincirlerin birbirleri ile çapraz bağ reaksiyonları gerçekleştirerek bağlanması ile oluşmaktadır. Yüksek seviyede çapraz bağlı bir polimer yapısının kayma hareketleri sınırlandırılmış olmaktadır (Aslan, 2018).

Tanımı gereği uzun moleküller olan polimerler malzemeler Şekil 2.1’de gösterildiği gibi doğrusal, dallanmış veya üç boyutlu bir ağ şekline sahip formlarda bulunmaktadır.

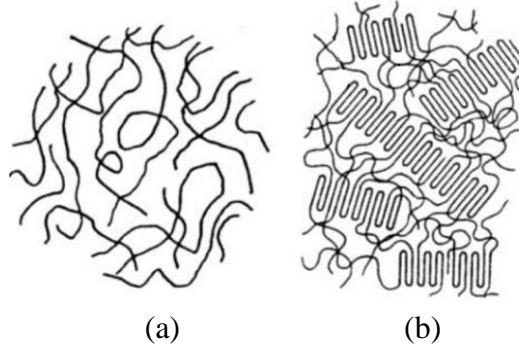


Şekil 2. 1. Polimerlerin farklı molekül yapılarının şematik gösterimi (Young, 1981)

Bu durum polimer malzemelerin sahip oldukları moleküler yapı özelliklerini etkilemektedir. Bu sebeple polimer malzemeler moleküler yapılarına göre termoplastikler, elastomerler ve termosetler olmak üzere üç ana sınıfa ayrılmaktadırlar.

2.1.1. Termoplastikler

Genellikle plastikler olarak isimlendirilen termoplastikler doğrusal veya dallı yapıya sahip olan polimerik malzemelerdir. Termoplastikler polimer zincirleri arasında çapraz bağlanma gerçekleşmeyen malzemeler olup amorf veya yarı kristal formda olabilirler. Amorf yapıdaki termoplastikler dağınık halde kümelenmiş moleküler zincir içermektedir (Şekil 2.2(a)). Bu moleküler yapıdaki termoplastikler iyi uzama, tokluk ve darbe direnci sergilemektedirler. Yarı kristal yapıya sahip termoplastikler ise amorf bölgeler ile birbirine bağlanmış kristalitler (sıkıca katlanmış zincirler) içermektedir (Şekil 2.2(b)). Yarı kristal termoplastikler amorf olanlara kıyasla daha yüksek kimyasal direnç göstermektedir. Bu sebeple, özellikle havacılık sektörüne ait yapıların üretiminde (kimyasallar ile temas halinde olan kanatlar gibi) amorf yapıli termoplastiklere kıyasla daha fazla kullanılmaktadır (Campbell, 2004).



Şekil 2. 2. Termoplastiklerin moleküler yapıları (a) Amorf, (b) Yarı kristal (Campbell, 2004)

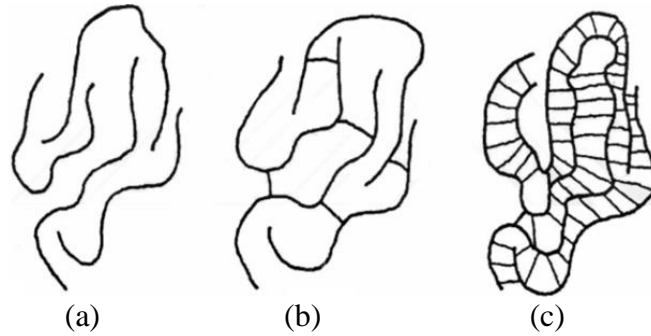
Termoplastik polimerlerin kimyasal dayanıklılığı, su ve ultraviyole gibi ortam faktörlerine karşı direnci, yapısal ve kimyasal özellikleri üzerinde önemli bir etkiye sahiptir. Pek çok endüstriyel uygulamada ve özellikle karmaşık ürünlerin üretiminde yaygın olarak kullanılmaktadır (Öner, 2019). Termoplastikler tekrar tekrar eritilebilen veya yeniden işlenebilen malzemelerdir. Bu sayede geri dönüştürülebilme avantajına sahiptirler. Isı ve basınç altında akışkan bir davranış sergileyen, yani ısıtıldığı zaman yumuşayan, polimerik malzemelerdir. Ancak çok yüksek sıcaklık veya belirli bir sıcaklıkta uzun süre kalması özellikle darbe dayanımı özelliğini hasara

uğratabilmektedir. Termoplastik polimerler oda sıcaklığında soğutulma işlemi uygulandığında ise tam tersi şekilde sert bir hal almaktadırlar. Ancak soğuma süresi termoplastiğin kristallik derecesini etkilemektedir. Bunun nedeni ise polimer zincirlerin kristal hale geçişte zamana ihtiyaç duymasıdır. Termoplastiklerin çok hızlı soğutma işlemlerinde kristal yapının oluşması tamamlanamamaktadır. Yaygın olarak kullanılan termoplastiklere polipropilen, naylon, termoplastik polyesterler ve poliamid gibi malzemeler örnek olarak verilebilir (Chawla, 2012).

2.1.2. Elastomerler

Elastomerler, çekme yükü altında kolayca yüksek uzama miktarlarının elde edildiği ve serbest bırakıldığında hızlıca ilk haline dönebilen düşük elastisite modülüne sahip malzemelerdir. Elastomerlerin bu elastik özelliği düşük çapraz bağlı makromoleküler ağdan oluşan yapısından kaynaklanmaktadır. Moleküller deformasyon anında birbirlerinin üzerinden kaymaktadırlar. Ancak moleküler ağ yapısını oluşturan çapraz bağlar kalıcı boyutta kaymayı engelleyerek, yükün kaldırılması sonrasında malzemenin ilk konumuna geri dönmesini sağlamaktadır (Young, 1981).

Elastomerler sahip oldukları çapraz bağ yoğunlukları açısından termoplastikler ve termosetler arasında yer alan malzemelerdir (Şekil 2.3).



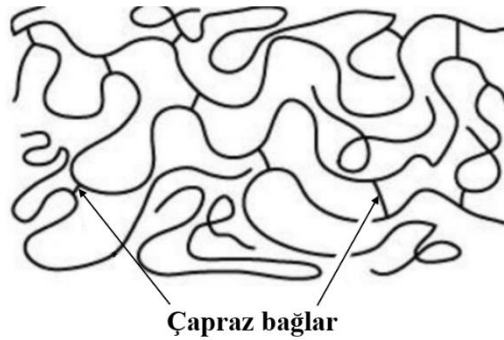
Şekil 2. 3. Polimerlerin çapraz bağ yoğunlukları (a)Termoplastikler, (b)Elastomerler, (c)Termosetler (Soyubol, 2006)

Elastomerler sentetik ve doğal kauçuktan oluşan malzemelerdir. Kauçukların kimyasal değişime uğrayarak (çapraz bağlanma reaksiyonları) elastik özelliğe sahip bir malzeme halini alması ile oluşmaktadır. Vulkanizasyon olarak isimlendirilen bu proses neticesinde malzemenin plastik özellikleri yerini elastik özelliklere bırakmaktadır. Vulkanizasyon sonucunda yüksek mukavemet, elastik özellikler, düşük

kalıcı deformasyon ve ısıdan daha az etkilenme gibi özelliklere sahip malzemeler elde edilmektedir (Soyubol, 2006).

2.1.3. Termosetler

Termosetler, katılaşma gerçekleşmeden önce birbirinden bağımsız halde olan makromoleküllerin, kürleşme işlemi esnasında kovalent bağlar ile bir araya gelerek çapraz bağlı bir ağ yapı halini alması ile oluşan polimerler malzemelerdir (Şekil 2.4). Polimer zincirleri kovalent bağlar ile birbiriyle bağlandığı için malzeme ısı ve basınç altında üretildikten sonra termoset malzemeler tekrardan şekillendirilememektedir (Var, 2021). Bu nedenle istenilen şekle sahip termoset malzemenin üretilmesi genellikle bir kalıp yardımıyla kürleşme işlemi esnasında gerçekleştirilmektedir. Termoset polimerler genellikle amorf halde bulunmaktadırlar. Çünkü, çapraz bağların meydana getirdiği kısıtlamalar nedeniyle polimer ağ yapı bölümlerinin sıralı bir hal alma olasılığı bulunmamaktadır (Quirino vd., 2020).



Şekil 2. 4. Termoset polimerlerin çapraz bağlı ağ yapısı (Kaya, 2018)

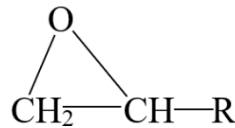
Termoset malzemelerin polimerizasyonu genellikle iki aşamalı bir süreçle tamamlanmaktadır. İlk olarak düşük mol kütlelerine sahip “önpolimer” olarak isimlendirilen polimer hazır hale getirilir. Daha sonra içerisine çeşitli katkıları ilave edilerek viskoz sıvı halindeki karışım elde edilir. Reçine olarak isimlendirilen bu viskoz sıvı kalıplama prosesi sonrasında termoset bir malzeme halini almaktadır. Bu sebeple termoset polimerler sıklıkla reçine olarak isimlendirilmektedirler (Ün, 2015).

Termosetlerin özellikleri ağ yapısının oluşumunu sağlayan moleküllerin özelliklerine ve aralarındaki bağlara göre değişkenlik göstermekte ve kürleşme işlemi esnasındaki çapraz bağlanma süreci ile kontrolü sağlanmaktadır. Termoset malzemeler termoplastik polimerlere kıyasla daha sert ve daha yüksek dayanıma sahiptirler (Sönmez, 2009).

Termosetlerin çapraz bağ yoğunluğu, çapraz bağlar arasındaki moleküler ağırlık ile ters orantılı olarak, malzemenin birim hacmi başına düşen çapraz bağ sayısı olarak tanımlanmaktadır. Bu parametre zincir uzunluğu ve çapraz bağlar arasındaki zincir hareketliliği gibi değişkenlerden etkilenmektedir. Çapraz bağ yoğunluğu kürleşmiş reçinenin özellikle mekanik özelliklerini etkileyen önemli bir parametredir. Yüksek çapraz bağ yoğunluğuna sahip olan bir termoset reçine daha sert ve kırılğan özellik gösterirken, düşük yoğunluğa sahip olduğunda ise daha fazla esneklik, yüksek uzama ve daha iyi darbe mukavemeti göstermektedir. Bununla birlikte çapraz bağ yoğunluğu termoset malzemelerin özelliklerinin belirlenmesindeki tek faktör değildir. Moleküler yapı ve polimerin morfolojisi de özelliklerin belirlenmesinde etken önemli parametrelerdir (Dodiuk ve Goodman, 2014).

Polimer kompozitlerin matris malzemesi olarak kullanılan termosetlerin kürleşme işlemi sırasında ortaya çıkan çekmeler ve soğutma işlemi esnasında gerçekleşebilecek iç gerilmelerin varlığı dikkat edilmesi gereken bir durumdur. Çünkü oluşan bu iç yapı sorunları özellikle yüksek performans gerektiren malzemelerde istenilmeyen sorunlar ile karşılaşılmasına neden olmaktadır (Sönmez, 2009). Yaygın olarak kullanılan termoset polimerlere polyester, vinil ester, poliüretan, fenolik ve epoksi malzemeler örnek olarak verilebilir.

Epoksi malzemeler molekül başına birden fazla epoksit grubu içeren (Şekil 2.5) ve birçok kürleşme maddesine karşı oldukça reaktif olan termoset polimerlerdir. 1936'da De Trey Freres ftalik anhidrit ile termoset bir bileşim veren düşük erime noktalı bisfenol A bazlı epoksi reçinesi üretmiştir. Epoksilere olan ticari ilginin ortaya çıkışı ise 1940 yılında sıvı poliepoisitler ile ilgili bir patentin yayınlanması ile ortaya çıkmıştır (Tomuta, 2013).

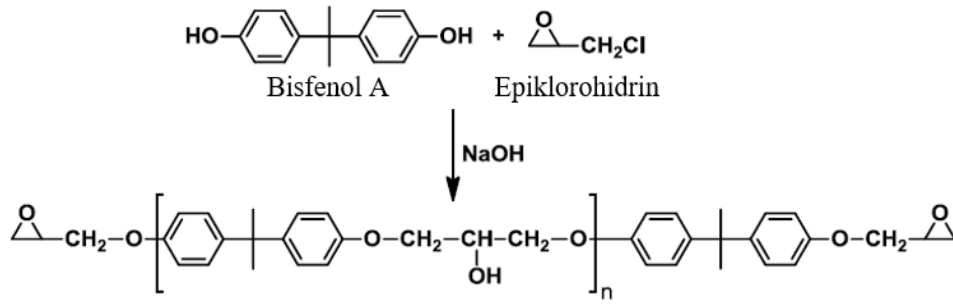


Şekil 2. 5. Epoksit grubu (Jin vd., 2015)

Epoksiler üstün mekanik ve elektriksel özellik, yüksek yapışma davranışı, kürleşme öncesi kolay işlenebilme, takviye malzemelerini mükemmel ıslatma gibi özellikleri sayesinde termoset polimerler arasında en çok olarak kullanılan malzemelerdir. Yapıştırıcılar, yüksek performanslı kaplama malzemeleri ve

kompozitlerin matris malzemesi olarak yaygın bir şekilde kullanılmaktadır. (Tomuta, 2013).

Epoksiler genellikle reçine ve sertleştirici olmak üzere iki bileşenden oluşmaktadırlar. Özellikleri kullanılan reçine ve sertleştiricinin türüne ve kombinasyonuna bağlıdır. Sertleştiriciler epoksi reçinenin kürleşme reaksiyonunu kontrol ederek katılaşmasını sağlamaktadır. Sertleştiriciler kimyasal bileşimlerine göre amin tipi, alkali tipi, anhidritler ve katalik sertleştiriciler olarak sınıflandırılmaktadır (Jin vd., 2015). En yaygın kullanılan epoksi çeşitlerinden biri olan bisfenol A'nın diglisidil eteri (DGEBA) ilk üretilen ve hala epoksilerin en önemli sınıfı konumunda olan epoksi reçinedir. Bisfenol A (BPA) ve epiklorohidrinin sodyum hidroksit varlığında reaksiyonu ile elde edilmektedir. DGEBA Şekil 2.6'te gösterilen genel yapıya sahiptir (Tomuta, 2013).



Şekil 2. 6. Bisfenol A ve epiklorohidrinin reaksiyonu ile DGEBA sentezi (Tomuta, 2013)

Kürleşme işlemi epoksi içerisindeki epoksit gruplarının sertleştirici ile kimyasal reaksiyona girmesi sonucu oluşmaktadır. Reaksiyonlar sonucu ortaya üç boyutlu bir ağ yapısı çıkmaktadır (Jin vd., 2015). Sertleştirici ve epoksit grubu sabit bir oranda kimyasal reaksiyon gerçekleştirdikleri için epoksi reçine ve sertleştirici karışımının doğru oranlarda elde edilmesi reaksiyonun tamamlanabilmesi açısından oldukça önemlidir. Tersine durumda yapı içerisinde reaksiyona girmeyen sertleştirici/reçine kalabilmektedir. Bu durum ise elde edilecek malzemenin özelliklerini etkileyecek boyutta olumsuzluklara neden olmaktadır (Ün, 2015).

Epoksileri diğer termoset reçinelerden ayıran bir takım avantajları bulunmaktadır. Bunlar aşağıda ifade edildiği gibidir:

- Farklı sertleştiriciler kullanılarak çeşitli özelliklere sahip epoksiler elde edilmektedir.

- Farklı takviye malzemelerine, elyaflara ve birçok yüzeye oldukça iyi yapışabilme kabiliyetine sahiptir.
- Kürleşme işlemi esnasında büzülme ihtimali düşüktür (Kaybal, 2019).

2.2. Kompozitler

Kompozitler, istenilen özellikleri tek başlarına barındıramayan, matris ve takviye fazları olarak isimlendirilen iki veya daha fazla bileşenden oluşan malzemelerdir. Matris ve takviye fazının istenilen özellikleri tek bir yapıda barındıracak şekilde, belirli koşullarda birbirleri içerisinde çözünmeden makro düzeyde bir araya getirilmesi ile kompozit malzemeler oluşmaktadır. Kompozit malzemelerin elde edilen son halinde bileşenleri bir arada işlev görmekte ve her biri kendi özelliklerini korumaktadır. Üretilen kompozit malzemelerin özellikleri bu bileşenlerinin ayrı ayrı özelliklerinden daha üstündür (Murali ve Chandramohan, 2014).

Kompozit malzemeler yüksek performans ve hafiflik gerektiren uygulamalarda kullanabilmek amacıyla tasarlanarak üretilmektedir. Geleneksel mühendislik malzemeleri ile kıyaslandığında birçok avantaja sahiptir. Bu avantajlardan bir kaç aşağıda sıralanmıştır (Mazumdar, 2002).

- Kompozit malzemeler birden fazla parçanın bir araya getirilerek tek bir parça halinde çalışabilmesi olanağı sağlamaktadır. Pek çok uygulamada birden fazla metalik parçalar tek bir kompozit parça ile değiştirilebilmektedir.
- Kompozitler özgül mukavemeti oldukça yüksek malzemelerdir. Bu nedenle otomobil ve uçak gibi taşıtlarda yüksek hız ve yakıt verimliliği ile hareket etmektedir.
- Bazı durumlarda metaller için mümkün olmayan karmaşık görünümlere sahip parçalar kaynak veya perçinleme gerektirmeden kompozit malzemeler olarak üretilebilirler. Bu avantajı sayesinde üretim sürelerini azaltmakta ve güvenilirliğini arttırmaktadır.
- Kompozitlerin işlenmesi için gerekli olan takım maliyeti düşüktür. Çünkü metal işleme için gerekli olan yüksek basınç ve sıcaklık gereksinimleri kompozit malzemelerin işlenebilmesi için daha düşüktür.

- Kompozitler yorulma dayanımı oldukça yüksek malzemelerdir. Çelik ve alüminyum alaşımlarının yorulma dayanımı yaklaşık olarak mukavemetlerinin %50 kadarına denk gelirken, bir tek yönlü karbon/epoksi kompozitte bu oran %90' a kadar ulaşmaktadır.
- Yüksek tasarım esnekliğine sahip olan kompozit malzemeler uygun malzeme ve konumlandırma seçildiği takdirde termal genişleme katsayısı (CTE) sıfır olarak elde edilebilir. Metallere kıyasla oldukça düşük CTE sayesinde iyi oranda boyutsal kararlılık sağlamaktadır.

Yukarıda bahsedilen avantajlar ile hayatımızı kolaylaştıran kompozit malzemelerin bazı dezavantajları da bulunmaktadır. Bunlar:

- Kompozit malzemelerin maliyeti çelik ve alüminyum gibi malzemelere kıyasla yüksektir.
- Yüksek hacimli üretim yöntemlerinin bulunmaması kompozit malzemelerin kullanım alanlarını sınırlandırmaktadır.
- Kompozitler boyutsal kararlılığını ve özelliklerini etkileyen nemi emmeye yatkın malzemelerdir (Mazumdar, 2002).

Kompozitlerin yukarıda ifade edilen avantaj/dezavantajları ele alındığında, dikkat çekici avantajları endüstriyel uygulamalarda kullanımının artmasına neden olmaktadır. Ancak bahsedilen üstün özelliklere sahip kompozitlerin elde edilebilmesi için uygun matris ve takviye malzemesi, üretim yöntemi, optimizasyon gibi faktörlerin dikkate alınması önem taşımaktadır. Uygun matris ve takviye malzemesi seçiminin kompozitin mekanik ve fiziksel özelliklerine etkisi büyüktür. Çünkü kompozite uygulanan yükün matris tarafından takviye malzemesine homojen bir şekilde iletilmesi matris/takviye elemanı arasındaki arayüz etkileşimine bağlıdır. Bahsedilen bu etkileşimin yüksek olması ise matris ve takviye elemanının uyumuna ve matrisin ıslatabilirliği ile ilişkilidir. Bunun yanı sıra uygun üretim yönteminin ve uygun matris/takviye elemanlarının seçimi takviye malzemesinin matris içerisinde homojen dağılımını elde etmekte oldukça önemli bir husustur (Şahin, 2000).

Matris fazı kompozit malzemelerin temelini oluşturmaktadır. Kompozite şekil vererek rijit bir yapı halini almasını sağlamaktadır. Bir başka önemli etkisi ise takviye elemanlarını kompozit yapı içerisinde bir arada tutarak hareket kabiliyetini engellemektir. Ayrıca takviye elemanlarını fiziksel ve çevresel zararlı etkilerden

koruyarak malzemenin yüzeyinde oluşabilecek kusurların engellenmesini sağlamaktadır. Kompozit malzemelerin matris fazında polimer, metal ve seramik esaslı malzemeler kullanılmaktadır. Kompozitlerin %90'nını ise polimer matrisli kompozitler oluşturmaktadır (Asi, 2018; Türedi, 2015).

Kolay üretim olanaklarına ve düşük maliyete sahip olması nedeniyle polimer matrisli kompozitler kullanım alanı en yaygın olan kompozit sınıfıdır. Polimer matrisli kompozitlerin yüksek özgül mukavemet, düşük elastisite modülüne ve düşük kullanım sıcaklıklarına sahip olmaları, diğer malzemelerden üstün konuma gelmesini sağlamaktadır. Bu sebeple uzay ve havacılık endüstrilerinde diğer metal alaşımlarına kıyasla tercih edilmektedirler. Matris malzemesinin ucuz ve kolay elde edilebilir olması ise polimer matrisli kompozitlerin talep oranını arttırmaktadır. Kompozit malzemelerin matris malzemesi olarak en sık kullanılan polimerler ise termoset reçinelerdir (Asi, 2018; Türedi, 2015).

2.3. Nanokompozitler

Son yıllarda nanokompozitler klasik kompozit malzemelerin performansını aşan yeni özelliklere sahip yeni bir malzeme sınıfı haline gelmiştir. Bu yeni nano yapı katkılı malzemelerin geleneksel malzemelere kıyasla çok daha gelişmiş özelliklere sahip olduğu fark edilmiştir. Nanokompozit terimi evrensel olarak nanometre boyut aralığına sahip yapılar içeren çok geniş bir malzeme topluluğunu tanımlamaktadır. Tıpkı kompozit malzemeler gibi nanokompozitler de matris ve takviye fazlarından oluşmaktadır. Matris malzemesi seramik, metal ve polimer esaslı olabilirken takviye malzemeleri ise nanometre boyutlarına sahip malzemelerdir. Bu sebeple nanokompozitlerin üretim aşamasında kullanılan takviye malzemeleri nano dolgu malzemeleri olarak isimlendirilmektedir (Bhattacharya vd., 2008; Kotsilkova, 2007).

Polimer nanokompozitler 1980'li yılların sonunda ticari kuruluşlarda ve akademik laboratuvarlarda geliştirilmiştir. Toyota yeni araba modellerinin üretiminde kullanarak polimer nanokompozitleri ticarileştiren ilk şirkettir. Devam eden süreçte başka şirketlerde nanokompozitler üzerinde çalışmalara başlayarak bu malzemeler üzerinde ticari ilginin geniş uygulama alanlarında yaygınlaşmasına yol açmıştır.

Organik veya inorganik malzemelerin polimerlerin takviye malzemeleri olarak kullanılması oldukça yaygın bir işlemdir. Bu takviye malzemelerinin şekli, boyutu, dağılımı ve yüzey morfolojisi polimer nanokompozitlerin özellikleri üzerinde önemli

etkileri vardır. Polimer nanokompozitler, matriste düşük takviye fazı dağılımı elde edilen geleneksel polimer kompozitlere alternatif olarak geliştirilen malzemelerdir. Nano boyuttaki partiküller düzgün dağılım sergilemekte ve matris/dolgu arasında birim hacim başına geniş arayüzey alanı elde edilmesini sağlamaktadır. Elde edilen iç arayüzey alanı ve partiküller arasındaki nanoskopik boyutlar nanokompozitleri diğer kompozitlerden ayıran hibrit bir yapının oluşmasını sağlamaktadır. Polimer nanokompozitlerin bir başka dikkat çekici özelliği ise az miktardaki dolgu içeriğinde bile malzemenin özelliklerinde dikkat çekici gelişmelerin yaşanmasıdır (Kotsilkova, 2007).

Pek çok nanopartikül ve matris kombinasyonu olmasına rağmen polimer nanokompozitleri hazırlama yöntemleri, morfoloji karakterizasyonu ve temel fizik açısından ortak özellikleri taşımaktadır. Nanokompozit üretiminin en önemli noktası nanoparçacık yüzeyine iyonik veya kimyasal olarak bağlanmış organik değiştiriciler tarafından sağlanan polimer matris/nanoparçacık arayüzeyinin mühendisliğidir. Nanokompozitlerin araştırılmasının ve üretilmesinin ana zorlukları tasarım yolu ile malzemelerin üretimi, yapı ve özellik ilişkisinin geliştirilmesi ve uygun maliyetlere sahip üretim tekniklerinin geliştirilmesini içermektedir. Polimer nanokompozitlerin nano boyutlu yapısının getirdiği üstün özellikler diğer kompozit ve malzeme uygulamalarından daha yüksek performans elde edilme fırsatı sağlamaktadır (Kotsilkova, 2007).

2.4. Bor Partikülleri

Bor (B), molekül ağırlığı 10.81 g/mol olan ve $2190\pm 20^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta ergiyebilen bir elementtir. Yer kabuğunda boratlar ve borasilikatlar olarak bulunan bor, 150'den çok mineralin bileşiminde bulunmasına rağmen doğada serbest halde bulunmamaktadır. Çünkü oksijene ilgisi olan bir element olması onun oksijen ile bağlanmış bileşikler formunda bulunmasına neden olmaktadır. Bor toprak, kaya ve sulara yaygın bir şekilde bulunmaktadır. Yandığı zaman ortaya çıkardığı yüksek enerji nedeniyle (308 kcal/mol) katı yakıt olarak da kullanılmaktadır (Kılınç, 2001).

Bor çok çeşitli endüstriyel uygulamalarda geniş uygulama alanları bulan bir elementtir. Bor bileşikleri roket motorlarının yakıtı olarak, ısıya dayanıklı malzemelerde (seramikler, polimerler ve rekrakterler gibi) ve korozyon önlemede, alev geciktirici malzemelerde, sabun, deterjan ve boya üretimi gibi pek çok

malzemenin üretiminde kullanılmaktadır. Bor bileşiklerinin yeni kullanım alanları keşfedildikçe dünyada bor üretiminin artışını sürdürmektedir. %72'lik bir rezerve sahip olması ile Türkiye bor açısından en önemli yer altı zenginliğine sahip ülke konumundadır. Bir çok ülke ekonomiye büyük katkısı olan bor bileşiklerinin uygulamalarını optimize etmiş ve yeni uygulama alanları keşfetmeye devam etmektedir (Ezechi vd., 2011).

Mikron boyutlardaki amorf bor kolay ve bazı durumlarda şiddetli bir şekilde reaksiyona girebilirken, kristalin bor ise kolay bir şekilde reaksiyona girememektedir. Bu durum ise bor elementinin morfolojik özelliklerinin kimyasal özellikleri üzerine etki etmesinden kaynaklanmaktadır. Periyodik tablonun ametal elementleri arasında yer alan kristal bor, normal ortam koşullarında hidroklorik ve hidroflorik asitler, su ve hava ile reaksiyona girmezken sıcak ortamda yüksek konsantrasyona sahip nitrik asit reaksiyona girerek borik asite (B_2O_3) dönüşmektedir. Ayrıca, yüksek sıcaklıkta saf oksijen ile tepkimeye girerek B_2O_3 'e dönüşebilirken, nitrojen ile bor nitrür, bir takım metaller ile de magnezyum borit ve titanyum diborit gibi bileşiklere dönüşebilmektedir (Uzun, 2011).

2.4.1. Bor Nitrür

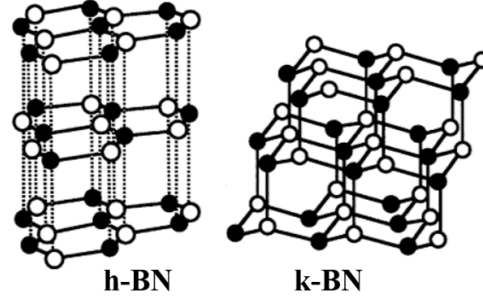
Bor nitrürler yapısında bor ve azot atomları bulunan seramik malzemelerdir. Bor nitrür doğada bulunmayan ve bu sebeple sentetik olarak üretilen yapay bir malzemedir. Yapısal olarak karbona benzemesi nedeniyle beyaz grafit olarak da isimlendirilmektedir. Yapısı karbona çok benzer olsa da aralarında bulunan temel fark atomlar arasındaki bağların doğasından kaynaklanmaktadır. Karbon nanopartiküllerinin C-C bağı saf kovalent karaktere sahipken, bor nitrür nanopartiküllerinde bulunan B-N bağları kısmen iyonik karaktere sahiptir. Bu bağ yapısı bor nitrürün mekanik, optik ve elektronik özelliklerini önemli ölçüde etkilemektedir (Merlo vd., 2018). Bor nitrür yüksek ısı iletkenliği, elektriksel yalıtkanlığı ve yüksek sıcaklıklara karşı olan dayanıklılığı gibi özellikleri sayesinde pek çok alanda yaygın olarak kullanılmaktadır (Pakdel vd., 2012).

Bor nitrürün kübik (k-BN), hegzagonal (h-BN) ve wüstitik (w-BN) olmak üzere farklı kristal formları bulunmaktadır (Pakdel vd., 2012). En çok üretilen bor nitrür formu hegzagonal bor nitrür iken ikinci en çok üretimi yapılan ise kübik bor nitrürdür. Bor nitrürün hegzagonal ve kübik yapılarının her ikisi de birbirinden oldukça farklı fiziksel ve mekanik özelliklere sahiptir. Hegzagonal bor nitrür grafitte benzer kristal

yapıya sahipken kübik bor nitür ise elmas benzeri bir yapıya sahiptir. Bunun yanı sıra, bor nitür daha az kimyasal reaktiviteye ve yüksek termostabiliteye sahip olması nedeniyle elmas ve grafitte kıyasla daha yaygın olarak tercih edilmektedir.

Kübik bor nitürün endüstriyel üretimi için yüksek sıcaklık ve yüksek basınç (HP-HT) yöntemleri uygundur. Son yıllarda kimyasal buhar biriktirme (CVD) yöntemi ile de üretimi yaygınlaşmıştır. Sertlik bakımından elmastan sonra ikinci sırada olan süper sert bir malzemedir. Sertliği, güçlü kovalent bağları ve kararlılığından kaynaklanmakta ve birçok kesme ve öğütme uygulamasında kullanılmaktadır (Du Frane vd., 2016; Haubner vd., 2002).

Hekzagonal bor nitürün sahip olduğu yapıda halkalarını oluşturan atomlar arasındaki kovalent bağlar oldukça güçlü iken atom düzlemleri arasındaki Van der Waals bağları zayıf kuvvetlidir. Düzlemleri herhangi bir yer değiştirme olmaksızın üst üste istiflenmiş haldedir. Hekzagonal bor nitür ve kübik bor nitürün kristal yapıları Şekil 2.7’de gösterilmiştir.

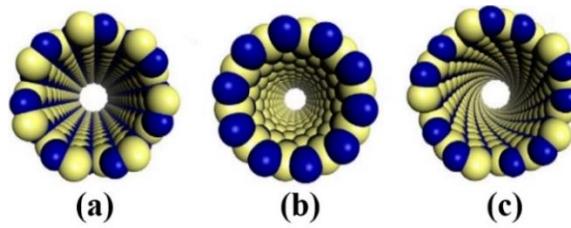


Şekil 2. 7. Hekzagonal bor nitür ve kübik bor nitürün kristal yapıları (Koga, 2001)

Azotun sahip olduğu yüksek elektronegatiflik sebebiyle hekzagonal bor nitür düşük elektrik iletkenliğe ve ayrıca düşük özgül ağırlığa sahiptir. Havada 1000°C’ye kadar, vakum altında 1400°C’ye kadar stabil davranış sergilerken, inert atmosferde 2800°C’ye kadar kullanılabilir. Bu sebeple maksimum uygulama sıcaklığı silisyum nitür (Si_3N_4), alüminyum oksit (Al_2O_3) veya silisyum karbür (SiC) gibi partiküllerden daha yüksektir. Sertliği grafitte benzer olması nedeniyle sıcakla presleme ile üretilen bor nitür düşük maliyetlerle kolayca işlenebilmektedir. Bor nitürler sahip olduğu yüksek ısı direnci ve oksijene karşı kararlılığı nedeniyle yağlayıcı olarak seramik parça üretiminde ve kaplamalarda kullanılmaktadırlar (Haubner vd., 2002).

Nanotüpler altıgen nano tabakalardan elde edilen içi boş silindirik yapıları ifade eden bir nanomalzeme sınıfını temsil etmektedir. Nanotüplerin en bilinen örneği ise karbon nanotüplerdir (KNT). KNT'ler ilk olarak 1991 yılında üretilmiştir ve biyosensörler, nanokompozitler ve nanovektörler gibi pek çok alanda kullanılmaktadır. Ancak biyoyumluluğu ile ilgili sorunlar ileri biyomedikal alanlardaki kullanımını kısıtlamaktadır (Şen, 2019).

Bor nitrür nanotüpler (BNNT'ler) ise yuvarlatılmış bir bor nitrür tabakası olarak düşünülebilir. Şekil 2.8'de gösterildiği şekilde arm-chair, zig-zag ve kiral yapılarla sahip kristal formlarda bulunmaktadır (Zhi vd., 2010).



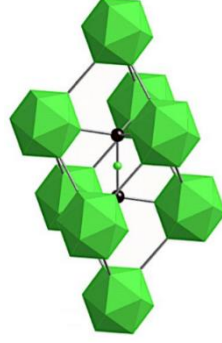
Şekil 2. 8. BNNT kristal yapıları a) arm-chair, b) zig-zag, c) kiral (Zhi vd., 2010)

BNNT'lerin KNT'ler ile oldukça benzer yapısal özellikleri bulunmaktadır. Bu benzerliğe rağmen fiziksel ve kimyasal özellikleri birbirlerinden oldukça farklıdır. BNNT'ler daha yüksek mekanik ve kimyasal dayanıma sahip olmasının yanı sıra elektriksel özellikleri çaplarından bağımsız olan partiküllerdir. Ayrıca BNNT'ler oksidasyona karşı dirençli, yüksek hidrofobiklik, radyasyon emilimi ve termal iletkenlik gibi üstün özelliklere de sahiptir. Bu üstün özelliklerinden dolayı BNNT'ler nötron yakalama tedavisi, doku mühendisliği, gen dağılım uygulamaları, ilaç sektörü gibi geniş uygulama alanlarına sahiptir (Şen, 2019).

Mükemmel boru yapısına sahip bor nitrür nanotüpler (BNNT) ilk olarak 1995'te (Chopra vd., 1995) ark deşarjı deneyi ile sentezlenmiştir. Devam eden süreçte pek çok çalışma BNNT'lerin sentezine ve yapısal karakterizasyonuna odaklanmıştır. Lazer ablasyonu, kimyasal buhar biriktirme (CVD), bilyalı öğütme gibi çeşitli yöntemler BNNT'lerin sentezlenmesi için uygulanmıştır. Bu üretim yöntemleri ayrıntılı olarak fiziksel özellik araştırması yapılabilmesi için farklı saflık ve yapılar da bor nitrür gereksinimini karşılamıştır. Ancak bor nitrürlerin kimyasal çalışmaları için istenilen oranda saf BNNT mevcut bulunmamaktadır. Bu sebeple ilgili çalışmalar 2003-2005 yılları sırasında ortaya çıkmıştır (Han ve Zettl, 2003; Xie vd., 2005; Zhi vd., 2010).

2.4.2. Bor Karbür

Seramik malzemeler içerisinde önemli bir yer tutan bor karbür (B_4C), elmas ve kübik bor nitrürden sonra dünyadaki en sert malzemedir. Metal olmayan sert malzemeler arasında önemli bir yeri bulunmaktadır. Bor karbür kovalent bağlarla ve üç atomlu interiko-sahedral zincirler ile bağlı on iki atomlu ikosahedral kümelerden oluşan rombohedral yapıya sahiptir (Conde vd., 2000; Khanra, 2007). Bor karbürün rombohedral yapıdaki kristal yapısı Şekil 2.9’da gösterilmiştir.



Şekil 2. 9. Bor karbürün kristal yapısı (Çağlar, 2015)

Bileşimi ilk kez 1934 yılında Ridgway tarafından tanımlanan bor karbür bor/karbon sisteminde en kararlı bileşik konumundadır. Bor karbürün endüstriyel üretimi için kimyasal buhar çöktürme, kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık yöntemi, sol-jel yöntemi gibi pek çok yöntem bulunmaktadır. Karbotermal indirgeme yöntemi de bu yöntemlerden bir tanesidir. Borik asitin ısıl dönüşüm sağlanarak bor oksite dönüştürülmesi ve sonrasında karbon ile reaksiyona girmesi sonucu B_4C bileşiği elde edilmesi proseslerini kapsamaktadır. Bor karbürün bor içeriği %78.25-%85 aralığında değişmektedir. En yaygın olarak kullanılan ticari bor karbürün ikinci fazı grafitir ve bu malzemenin dayanımını kısıtlamaktadır. Bir diğer dayanımı kısıtlayıcı etki ise bor karbür içerisinde var olan geniş, ince ve uzun yapıdaki lamel grafitten kaynaklanmaktadır (Günay, 2017)

Birçok karbür ve nitrür bileşiklerinin erime yaşanmadan direkt buharlaşma ile bozulmaya uğradığı bilinmektedir. Fakat, B_4C 2450°C’de erimesi ile sıvı faza geçen istisnai bileşiklerden birisidir. Ticari B_4C tozunun bileşimi B:C=4:1 oranına sahiptir. Bor karbürün bileşim oranı ve safsızlığının değişimi ısıl ve elektriksel özelliklerini etkilemektedir. Bor karbür 1300°C’nin üzerindeki sıcaklıklara ısıtıldığında ise elmadan daha sert bir malzeme halini almaktadır (Conde vd., 2000; Günay, 2017).

Bor karbürü dikkat çekici bir malzeme haline getiren bir çok özelliği bulunmaktadır. Bunlardan bazıları aşağıda sıralanmıştır.

- Bor karbür için literatürde ifade edilen sertlik değerleri 20-78 GPa aralığında değişmektedir. Vickers sertliği için genel kabul edilen değer ise 32 GPa'dır.
- Sahip olduğu sert yapının bir getirisi olan yüksek aşınma direncine sahiptir.
- Kristal yapısını oluşturan atomlar arası güçlü kovalent bağlar sayesinde yüksek dayanıma sahip bir malzemedir. Sinterlenmiş B₄C numuneleri 150-350 MPa aralığında eğilme mukavemeti gösterirken sıcak preslenmiş B₄C numunelerinde ise 300-350 MPa aralığındaki değerlere kadar ulaşabilmektedir.
- Bor karbür düşük yoğunluğa (2.37-2.52 g/cm³) sahip bir malzemedir. Karbon atom ağırlığının bor atom ağırlığından daha fazla olması nedeniyle, bor karbürün yapısında bulunan karbon miktarının artması, yoğunluğunda artış yaşanmasına neden olmaktadır.
- Bor karbür oldukça kararlı bir bileşiktir ve standart oluşum entalpisi 9.3-17.1 kcal/mol aralığında değişkenlik göstermektedir.
- Yapısında bulunan bor izotopları nedeniyle nötron absorplama yeteneği yüksektir (Karabaş, 2006).

Bor karbür önemli özellikleri sebebiyle çeşitli alanlarda talep görmektedir. Oldukça sert bir malzeme olması nedeniyle aşınmaya dayanımı yüksek parçaların imalatında kullanılmaktadır. Bor karbür esaslı zırhların klasik zırhlara kıyasla %20 oranında daha hafif ürünler olması ise zırh malzemesi olarak kullanımını artırmaktadır. Öte yandan radyasyondan korunabilmek amacıyla nükleer reaktörlerde de kullanım yeri bulmaktadır. (Karabaş, 2006).

2.4.3. Bor Nanopartikülleri Katkılı Polimer Kompozitler

Bir polimer kompozitin özellikleri takviye edilen partikülün boyutu, şekli, matris içerisinde dağılımı gibi özellikleri ile ilişkilidir. Nanopartiküller ve matris arasındaki güçlü yapışma davranışı mukavemetten sorumlu en önemli faktördür (Gültekin vd., 2021a). Birçok partikül katkı epoksi kompozitler literatürde geniş bir şekilde yer almaktadır. Bu tez kapsamında incelenen bor nitür ve bor karbür katkı epoksi kompozitler ile ilgili literatürde yapılan çalışmalar ise aşağıda özetlenmiştir.

Han vd. (2019) gerçekleştirdikleri çalışmada ağırlıkça %0-4 aralığında bor nitürü epoksi matris içerisine ilave etmişlerdir. Ağırlıkça %2 oranında BN katkısında

kompozitin kırılma tokluğunun %121 ve elastisite modülünün %61 oranında artış sergilediği gözlemlenmiştir. Ancak artan partikül içeriği ile kırılma tokluğunun azaldığı gözlemlenmiştir. Bu durumun yüksek partikül oranının topaklanmaya neden olması ve bunun sonucunda yapı içerisinde çatlakların oluşmasından kaynaklandığı ifade edilmiştir.

Agrawal ve Chandrakar (2020) ürettikleri silan bileşiği ile fonksiyonelleştirilmiş ve fonksiyonelleştirilmemiş h-BN katkılı epoksi kompozitlerin özelliklerini karşılaştırmışlardır. Kompozitin çekme mukavemetinin partikül/matris arayüzeyi boyunca gerçekleşen gerilme transferine bağlı olduğu ifade edilmiştir. Hem saf hem de fonksiyonelleştirilmiş h-BN içeriğinde kompozitlerin çekme mukavemetinin arttığı gözlemlenmiştir. Ancak %10'dan fazla saf h-BN katkısında çekme mukavemetinde azalma yaşanmıştır. Fonksiyonelleştirilmiş h-BN katkılı kompozitte yaşanmayan bu durum ise partikülün matris içerisindeki daha düzgün dağılımına ve geliştirilen yapışma davranışına bağlanmıştır.

Rodrigues ve Broughton (2013) yürüttükleri çalışmada B₄C/epoksi kompozitleri üretmişlerdir. B₄C ile epoksi reçine arasındaki yapışmada yaşanacak olumsuzlukları azaltmak amacıyla B₄C partikülleri silan bileşiği ile fonksiyonelleştirilmiştir. Gerçekleştirilen mekanik testler sonucunda silan bileşiği ile fonksiyonelleştirilmiş B₄C partikülleri katkılı kompozitlerin kayma dayanımında %56 oranında bir artış gözlemlenmiştir. Silan bileşiği sayesinde B₄C parçacıklarının epoksi matriste düzgün dağılım sağladığı, yüksek yoğunluk ve daha düşük gözenekliğe sahip bir kompozit elde edildiği ifade edilmiştir.

Zhang vd. (2019) tarafından yürütülen bir çalışmada karbon elyaf katkılı polimer (KFRP) kompozitlerin özelliklerini geliştirmek amacıyla matris içerisine h-BN partikülleri ilave etmişlerdir. Kompozitteki h-BN katkı oranının artması ve özellikle %3 oranının üzerine çıkması ile termal iletkenliğinde önemli ölçüde arttığı gözlemlenmiştir. h-BN partiküllerinin kompozite dahil edilmesi mekanik özelliklerini de etkilemiştir. Kompozitin çekme mukavemeti ve elastisite modülünde düşüş elde edilmiştir. Bu sonucun h-BN partiküllerinin matris içerisinde topaklanması sonucunda gerilme konsantrasyonunun artması sonucu çatlak oluşumundan kaynaklandığı ifade edilmiştir.

Gültekin vd. (2021a) tarafından yürütülen bir çalışmada, silan bileşiği ile fonksiyonelleştirdikleri h-BN nanopartikülleri katkılı (ağırlıkça %0,5, %1, %2, %3,

%4 ve %5) epoksi kompozitlerin yapısal, termal ve mekanik özelliklerini incelemişlerdir. Ağırlıkça %2 ve %3 oranlarında h-BN katkılı kompozitlerde nanopartiküllerin epoksi matriste iyi dağılması ve yüksek arayüzey etkileşimi nedeniyle en yüksek mekanik ve termal davranışları elde etmişlerdir.

Hanumantharaya vd. (2019) aşınmayı en aza indirmeyi amaçladıkları hibrit epoksi kompozit imal ederek tribolojik davranışlarını incelemişlerdir. Aşınmayı azaltmak amacıyla epoksi reçineye farklı oranlarda bor karbür (B_4C), uçucu kül ve hacimce %10 oranında molibden disülfür (MoS_2) ilave etmişlerdir. Minimum aşınma oranı %10 MoS_2 +%5 B_4C +%15 uçucu kül içeren kompozitte elde edilmiştir. B_4C ve FA yüzdesinin artışı ile aşınmanın en aza indirilebileceği ifade edilmiştir.

Zhao vd. (2019) yaptıkları çalışmada silan bileşiği ile fonksiyonelleştirilmiş BN katkılı kompozit numuneleri incelemişlerdir. Saf epoksinin $74.9^\circ C$ olan camsı geçiş sıcaklığı değerinin %0.6 hibrit BN katkısı ile $85.9^\circ C$ değerine yükseldiği ancak artan katkı içeriği ile azalan bir davranış sergilediği ifade edilmiştir. Ayrıca, %6 oranında hibrit BN içeriği kompozitin matris içerisindeki homojen dağılımı sayesinde mekanik özelliklerinde de önemli ölçüde iyileşmeler sağlandığı ifade edilmiştir.

Kiani vd. (2017) epoksi reçineye ilave ettikleri ağırlıkça %3 nanokil ve farklı oranlarda (ağırlıkça %5, %10 ve %20) B_4C partiküllerinin kompozitin özelliklerine olan etkisini incelemişlerdir. Gerçekleştirilen SEM analizi sonucunda B_4C ve nanokil partiküllerinin matris içerisinde homojen dağılım sergilediğini gözlemlemişlerdir. Artan B_4C ilavesinin epoksi/nanokil kompozitine kıyasla çekme mukavemetinde azalmaya sebep olduğu ifade edilmiştir. Ağırlıkça %5 ve %20 oranlarında B_4C partiküllerinin ilavesinde kompozitin çekme dayanımında %8 ve %20 oranlarında azalma gözlemlenmiştir. Bu azalmanın matriste oluşan topaklanmalara ve B_4C partikülünün boyutunun nanokile kıyasla daha büyük olmasından kaynaklandığı belirtilmiştir.

Abenojar vd. (2009) ortalama 7 ve 23 μm boyutlarına sahip iki farklı B_4C partikülleri katkılı epoksi kompozitleri incelemişlerdir. Kompozitin sertliğinin B_4C partikül içeriği ile orantılı arttığı ifade edilmiştir. Ancak kompozitin aşınma davranışının partikül ilavesi ile azaldığı ifade edilmiştir. Özellikle 23 μm boyutunda ağırlıkça %12 oranında B_4C partikül ilavesinde en düşük aşınma davranışı elde edildiği ifade edilmiştir. Bu durumun partiküllerin reçineye sabitlenememesi nedeniyle reçine/partikül arasında boşluk bulunması sonucunda oluştuğu belirtilmiştir.

Rahmat vd. (2019) yaptıkları çalışmada ağırlıkça %2 oranında bor nitrür nanotüp (BNNT) katkılı epoksi kompozitlerin yarı statik ve dinamik performansının incelemişlerdir. Gerçekleştirilen çekme testi sonucunda BNNT katkılı kompozitlerin katkısız kompozite kıyasla daha yüksek mukavemet gösterirken, uzama miktarının daha az olduğu gözlemlenmiştir. BNNT ilavesinin epoksiyi daha dayanıklı ancak çekme yükü altında daha kırılğan hale getirdiği ifade edilmiştir.

Su vd. (2018) tarafından yürütülen bir çalışmada epoksi içerisine çok katmanlı grafen ve polidopamin ile fonksiyonelleştirilmiş hegzagonal bor nitrür (h-BN) partikülleri takviye etmişlerdir. Partikül katkısının etkisi ile termal iletkenliğinde artış gözlemlenen epoksi kompozitin benzer davranış mekanik özelliklerinde de elde edilmiştir. Çekme dayanımındaki artış h-BN'nin doğal sertliğine, grafenin yüksek mekanik özelliklerine ve partikül/matris arasındaki yüksek etkileşim ile ilişkilendirilmiştir. Ayrıca, h-BN'nin rijitliğinin kompozitin elastisite modülünde artışa neden olduğu ifade edilmiştir.

Ramdani vd. (2016) yaptıkları çalışmada ürettikleri, silan bileşiği ile fonksiyonelleştirilmiş ağırlıkça %0-20 aralığında B₄C partikülleri katkılı nanokompozitlerin termal ve mekanik özelliklerini incelemişlerdir. Matris/B₄C arasındaki yüksek yapışma davranışının oluşturduğu iletken zincirler sayesinde termal iletkenliği ağırlıkça %5 ve %20 B₄C partikül oranı için sırasıyla 0.27 W/m.K'den 0.83 W/m.K'e yükselttiği gözlemlenmiştir. Gerçekleştirilen DMA sonucunda ise ağırlıkça %20 oranında B₄C içeren kompozitin depolama modülünde katkısız kompozite kıyasla artış gösterdiği ifade edilmiştir. Ayrıca %20 oranında B₄C katkılı kompozitin camı geçiş sıcaklığının katkısız kompozite kıyasla 36°C arttığı ifade edilmiştir.

Hu vd. (2018) gerçekleştirdikleri çalışmada, dikey kuvvet uygulayarak yönlendirdikleri BN'leri ve rastgele dağılım sağladıkları BN'leri ilave ederek ürettikleri epoksi kompozitleri incelemişlerdir. Yönelimli BN ile takviye edilmiş epoksi kompozitin mekanik özelliklerinde rasgele dağılmış BN/epoksi kompozite kıyasla daha yüksek mekanik özellikler elde edilmiştir. Elde edilen bu fark yönlendirilmiş BN/epoksi kompozitinin üretim aşamasından kaynaklanan azaltılmış kusurlara bağlı olduğu ifade edilmiştir.

Ulus vd. (2014) tarafından yürütülen bir çalışmada farklı oranda bor nitrür nanoplaka (BNNP) katkılı epoksi kompozitler üretmişlerdir. Ağırlıkça %0.5 oranında BNNP katkılı kompozitte katkısız kompozite kıyasla %25 artışla maksimum çekme

dayanımının elde edildiği belirtilmiştir. Ancak artan BNNP partikül oranı ile dayanımda azalma yaşandığı belirtilmiştir. Artan BNNP konsantrasyonu ile matris içerisinde dağılımın kötüleşmesi, gaz kabarcıkları ve kusur oluşumuna neden olması sonucunda bu olumsuzlukların yaşandığı ifade edilmiştir.

Kulkarni vd. (2020) gerçekleştirdikleri çalışmada epoksi reçinenin mekanik özelliklerini geliştirebilmek amacıyla hekzagonal bor nitür (h-BN) ilavesi gerçekleştirmişlerdir. Üretim aşaması öncesi h-BN nanopartiküllerinin polietilen oksit polipropilen oksit-polietilen oksitin isimli bir blok kopolimer ile etil alkol varlığında eksfoliasyonu sağlandığı belirtilmiştir. Camsı geçiş sıcaklığı (T_g) değerlerinin artan h-BN katkısı ile yükseldiği gözlemlenmiştir. Kopolimer varlığında epoksi matriste çapraz bağlanmanın kolaylaştığı ve bu sayede T_g değerlerinde artış yaşandığı ifade edilmiştir. Yapılan mekanik testler sonucunda ise optimum değer olarak belirtilen %0.08 h-BN içeriğinde eğilme dayanımında %3.6 oranında artış yaşandığı ifade edilmiştir.

Gültekin vd. (2021b) 3-(glycidyoxypropyl) trimethoxysilane bileşiği ile fonksiyonelleştirdikleri bor karbür nanopartiküllerini farklı oranlarda epoksi matrise ilave etmiş ve partikül oranına göre kompozitin özelliklerinde yaşanan değişimleri incelemişlerdir. Ağırlıkça %2 oranında B_4C nanopartikül katkısının optimum değer olduğu ifade edilen çalışmada, özellikle %1, %2 ve %3 oranlarında nanopartikül ilavesinde matris içerisinde homojen dağılımın elde edildiği ifade edilmiştir. Ayrıca tüm numunelerde depolama modülü, çapraz bağ yoğunluğu, çekme dayanımı değerlerinde, katkısız kompozite kıyasla artış elde edilmiştir.

Yu vd. (2017) yaptıkları çalışmada dikey olarak yönlendirdikleri h-BN/epoksi kompozitlerin termal ve mekanik özelliklerini incelemişlerdir. Kompozitlerin termal özelliklerin h-BN'lerin dikey yönde hizalanması sonucu oluşan doğrultu sayesinde arttığı ifade edilmiştir. Numunelere uyguladıkları çekme testi sonucunda, saf epoksinin 86 MPa olan çekme dayanımının %44 oranında h-BN ilave edildikten sonra önemli ölçüde azaldığı gözlemlenmiştir. Bu durumun, yüksek oranda h-BN ilavesinden kaynaklanan topaklanmalar sonucunda oluştuğu ifade edilmiştir.

Madhanagopal ve Gopalakannan (2018) gerçekleştirdikleri çalışmada %1, %2 ve %4 oranlarında B_4C partikülleri ilave ettikleri epoksi kompozitlerin mekanik ve aşınma davranışını incelemişlerdir. Yüksek sertliğe sahip B_4C partikülü ilavesinin

epoksinin sertliğini arttırdığı gözlemlenmiştir. Ayrıca B₄C konsantrasyonunun artışı ile aşınma davranışının azaldığı ve eğilme mukavemetinin arttığı ifade edilmiştir.

Chen vd. (2017) gerçekleştirdikleri çalışmada ürettikleri farklı konsantrasyonlarda h-BN partikülleri katkılı epoksi kompozitlerin, %1 h-BN içeriğinde çekme dayanımında ve elastisite modülünde sırasıyla %6.6 ve %5.5 oranlarında artış yaşandığı ifade edilmiştir. h-BN nanodolgununun kristalitesine bağlı olarak elastisite modülünün 400-900 GPa aralığında olması nedeniyle kompozitin mekanik özelliklerindeki gelişmenin beklenen bir sonuç olduğu ifade edilmiştir.

Guan vd. (2018) tarafından yürütülen bir çalışmada epoksi matris ile etkileşimini arttırmak amacıyla hidroksil (-OH) ve amin (-NH₂) grupları ile fonksiyonelleştirdikleri bor nitrür nanotüpler (BNNT) epoksi içerisine ilave edilmiştir. Kompozitin ağırlıkça %1-5 aralığında değişen BNNT içeriğinin artması ile mekanik özelliklerinin arttığı gözlemlenmiştir. %5 oranında BNNT konsantrasyonuna sahip kompozitin çekme dayanımı, elastisite modülü ve tokluk değerlerinde sırasıyla %12, %21 ve %49 oranlarında artış yaşandığı ifade edilmiştir. Genellikle bor nitrür içeriğinin artması ile yaşanan topaklanma sorununun BNNT'lerin fonksiyonelleştirmesi nedeniyle yaşanmadığı ifade edilmiştir.

Suresha (2009) yaptığı bir çalışmada farklı oranlarda B₄C katkılarını (ağırlıkça %5, %10, %15 ve %20) epoksi kompozitlerin aşınma davranışını incelemiştir. %10 oranında B₄C içeren kompozitte partikülün matris içerisindeki düzgün dağılımı nedeniyle en yüksek aşınma direncinin elde edildiği ifade edilmiştir.

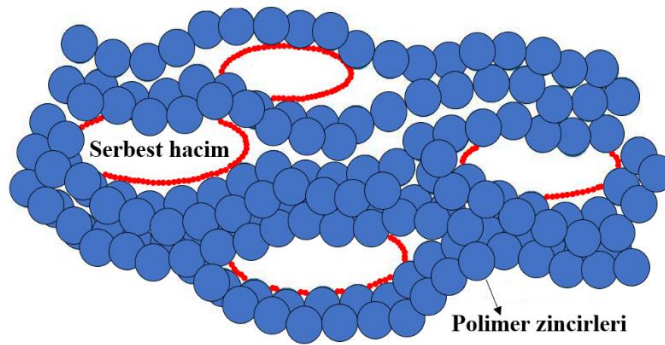
2.5. Çalışma Ortamlarının Polimer Kompozitler Üzerindeki Etkileri

Polimer malzemeler buldukları ortam ile etkileşimi sonucunda bozunmaya uğramaktadır. Metalik malzemelerin bozunma reaksiyonlarının bir çoğu elektrokimyasal iken polimerik malzemelerin bozunması fizikokimyasal olarak isimlendirilmektedir. Yani polimer malzemelerin bozunma süreçleri hem fiziksel hem de kimyasal olaylar içermektedir (Callister ve Rethwisch, 2012).

Polimer matrisin sıcaklık ve sıvı ortamın etkilerine maruz kalması bilinen en yaygın bozunma türlerinden birisidir. Sıvının matris içerisine emilmesi malzemenin performansını ve çalışma süresini etkileyen değişikliklere neden olmaktadır. Polimerin doğası ve sıvı molekülleriyle etkileşimi ise bozunma sürecinin özelliklerini belirlemektedir. Epoksi sistemlerde sıvı emilimi polimerin polar gruplarının varlığı

ve güçlü sıvı-polimer etkileşimleri (hidrojen bağları) nedeniyle doğrusal olmayan bir şekilde artış göstermektedir (Capiel vd., 2018).

Difüzyon polimer matristeki su moleküllerinin hareketliliğine bağlı olan kinetik bir süreçtir. Polimerlerde sıvı difüzyonunun modellenmesi için pek çok model bulunmaktadır. Ancak Fick yasası basit yaklaşımı ve matematiksel esnekliği nedeniyle polimerlerin sıvı emilimini modellemek için en yaygın kullanılan yaklaşımdır. Fick yasasında sıvının taşınımının kontrolü esas olarak difüzyon tarafından sağlanırken, bozunma ve moleküler gevşeme süreçleri ihmal edilebilir bir düzeydedir. Fick yasası emilen sıvının ağırlığının zamana bağlı olarak ilk aşamada arttığı ve doygunluk anına yaklaştıkça kademeli olarak yavaşladığını ifade etmektedir (Starkova vd., 2013). Sıvının emilimi epoksi kompozitlerin mekanik ve termal özelliklerini önemli ölçüde etkilemektedir. Malzeme yapısında oluşan şişme ve plastikleşme olayları fiziksel bozunmayı meydana getirirken hidroliz ise kimyasal bozunmaya neden olmaktadır. Kürleşmiş bir epoksinin moleküler yapısı amorf haldedir. Çapraz bağlar ile kilitli bir yapı halinde olan epoksida serbest hacim olarak isimlendirilen, yani polimer zincirleri tarafından işgal edilmeyen toplam kütle hacmi yer almaktadır. Serbest hacmin şematik gösterimi Şekil 2.10'da gösterilmiştir. Serbest hacim polimerin yoğunluğu ve mekanik davranışı üzerinde önemli bir etkiye sahiptir (Odegard ve Bandyopadhyay, 2011).

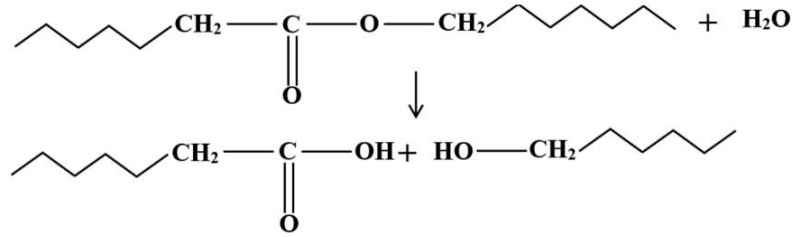


Şekil 2. 10. Polimerler yapıdaki serbest hacmin şematik gösterimi (Swapna vd., 2020)

Polimerlerde sıvı molekülleri iki halde bulunabilmektedir. İlk durumda sıvı molekülleri mevcut hacim içerisinde bulunan serbest hacmi doldurmaktadır. Ancak sıvı zaten var olan hacmi doldurduğu için polimerde şişme gerçekleşmemektedir. İkinci durum ise sıvı molekülleri hidrojen bağları yardımıyla polimer zincirleri ile bağ kurması ile gerçekleşmektedir. Böylece polimer moleküler yapısına sızan sıvı malzemenin şişmesine neden olmaktadır (Fernández-García ve Chiang, 2002).

Polimerde meydana gelen şişme sonucunda malzemede iç gerilmeler meydana gelmektedir. Oluşan bu gerilmeler yapı içerisinde çatlaklar oluşumuna ve dolayısıyla sıvının difüzyonu için yeni yolların oluşumuna neden olmaktadır (Mensitieri ve Iannone, 2008). Polimerlerin plastikleşmesi ise camsı geçiş sıcaklığında (T_g) azalmaya neden olan, malzemenin yapısını ve bileşimini değiştiren ve yumuşamasına neden olan bir olaydır (Stukalin vd., 2010).

Polimerlerin bilinen en yaygın hasar çeşidi su, asitler ve alkaliler tarafından hidrolize uğramasıdır. Polimerlerin esterler, amidler, imitler ve karbonat grupları bu sıvılara karşı özellikle hassas gruplardır. Bu grupların polimerin omurga (ana) zincirinde yer aldığı durumlarda hidroliz ismi verilen polimer zincir kesilmeleri meydana gelmektedir (Maxwell vd., 2005). Genel hidroliz aşamaları Şekil 2.11'deki gibi özetlenebilir.

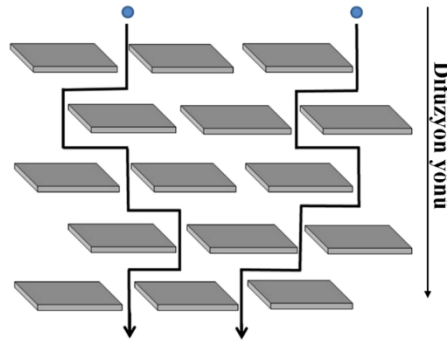


Şekil 2. 11. Polimerlerin hidrolizi (Maxwell vd., 2005)

Sıvı difüzyonu malzemede çevresel gerilme çatlama olarak isimlendirilen bir hasarın oluşumuna da neden olmaktadır. Kristal ve amorf yapıya sahip polimerlerin her ikisi de bu davranışa yatkınken, amorf polimerler sıvı emilimine yatkın yapıları nedeniyle daha hassas malzemeler konumundadır. Sıvı polimere nüfuz ettikten sonra yapı içerisinde çözünerek çatlak oluşumunu ve yayılmasını teşvik etmektedir (Maxwell vd., 2005).

Matris içerisinde dağılmış olan nano boyuttaki partiküllerin sıvı moleküllerinin difüzyonunu engelleyici/azaltıcı yönde etkileri bulunmaktadır. 1967 yılında Nielsen partikül takviyeli polimer sistemlerin geçirgenlik özelliği ile ilgili bir model ortaya koymuştur. Sıvı moleküllerine karşı geçirgen olmayan farklı morfolojik özelliklere sahip (plaka, nanotüp, lif ve benzeri) nanopartiküller, matris içerisinde bulunan difüzyon yollarını daha kıvrımlı bir hale getirerek uzatmasını sağlamaktadır. Yaygın olarak kabul gören temel bir yaklaşım olan bu model “dolambaçlı yol” olarak isimlendirilmektedir (Şekil 2.12) (Gorrasi vd., 2014; Nielsen, 1967; Tan ve Thomas, 2016).

Ayrıca nanoparçacıkların sahip olduğu şekil, miktarı, matris içerisinde dağılımı, hidrofilitesi ve yüzey işlemi gibi etkenler nanokompozitin sıvı emilim davranışını etkilemektedir. Özellikle partikülün kimyasal modifikasyonu sıvı difüzyonunda kilit bir faktördür (Gorrasi vd., 2014). Bunun yanı sıra, partiküllerin matris içerisinde yeterli dağılım sağlayamaması ve topaklanmaların oluşması durumunda sıvının difüzyonu için yeni yollar oluşmakta ve sıvı geçirgenliği artış göstermektedir (Picard vd., 2007). Bu sebeple nanokompozitin üretim aşamasının malzemenin hizmet performansı ve ömrü üzerinde önemli etkileri bulunmaktadır.



Şekil 2. 12. Dolambaçlı yol modelinin şematik gösterimi (Tan ve Thomas, 2016)

Sıvı emiliminin bir sonucu olan matriste çatlakların oluşumu engellenmesi oldukça güç bir olaydır. Ancak çatlakların yayılımının engellenmesi partiküllerin katkısı ile sağlanabilmektedir. Çatlakların matris içerisinde ilerleme sırasında nanopartikül ile karşılaşması gittiği doğrultudan sapmasına neden olmaktadır. Çatlak sapırtıcı davranış olarak isimlendirilen bu olay nanopartiküllerin en çok bilinen tokluk artırıcı mekanizmalarından birisidir.

Kompozitlerin kullanıldığı alanlarda maruz kaldığı çevresel koşullar yapısal, termal ve mekanik özelliklerini olumsuz yönde etkilemektedir. Kullanımında tehlike oluşturan bu durum ise hem maddi hem de çevresel zararlara yol açmaktadır. Bu sebeple kompozitlerin çalışma alanlarının getirisi olan etkiler karşısında nasıl davranışlar göstereceği kullanım performansının ve süresinin belirlenebilmesi açısından önem arz etmektedir. Literatürde yapılan çalışmalar incelendiğinde, epoksi esaslı kompozitlerin farklı çalışma koşullarına maruz bırakılarak davranışlarını inceleyen birçok çalışma bulunmaktadır. Bu çalışmalar aşağıda özetlenmiştir.

Chakraverty vd. (2017) yapmış oldukları çalışmada cam fiber katkılı epoksi kompozitleri 65°C saf su içerisinde 120 gün süre ile şartlandırılması sonucunda camı geçiş sıcaklığı (T_g) değerinde %6 oranında azalma elde etmişlerdir. Bu durumun

polimer matrisin plastikleşmesi sonucunda oluşan şişme gerilmeleri nedeniyle polimer zincir kesilmelerinden kaynaklandığı ifade edilmiştir.

Sugiman vd. (2016), epoksi bulk numuneleri 50°C saf su ve tuzlu su ortamlarına maruz bırakmışlardır. Yapılan çekme testi sonunda her iki ortamda da hem çekme dayanımı hem de elastik modülde azalma yaşanırken, numunelerin uzamasında artış yaşandığı ifade edilmiştir. 15 günlük şartlandırma sonunda numunelerin çekme dayanımlarında saf su ve tuzlu su için sırasıyla %15 ve %9 oranlarında azalma yaşandığı gözlemlenmiştir.

Tomasi vd. (2016) gerçekleştirdikleri çalışmada 50°C ve %100 nem ortamında 400 saat boyunca şartlandıkları katkısız ve %2 ve %4 oranlarında grafen nanopartikül (GNP) katkılı epoksi kompozitlerin davranışlarını incelemiştir. Tüm numunelerin neredeyse doyumluk durumuna ulaştığı ilk 100 saatte katkısız epoksinin GNP katkılı epoksilerden daha fazla su emdiği gözlemlenmiştir. Bunun hidrofobik doğaya sahip olan grafen nanopartiküllerinin nem difüzyon yollarını uzatmasından kaynaklandığı ifade edilmiştir.

Rudawska (2020) tarafından gerçekleştirilen bir çalışmada ise ağırlıkça %2 oranında CaCO₃ katkılı epoksi kompozitler farklı oranlarda asetik asit çözeltilerine maruz bırakılmıştır. Asidik çözeltinin pH değerinde yaşanan artışın kompozitlerin mekanik özelliklerinde düşüşe neden olduğu belirtilmiştir.

Starkova vd. (2019) katkısız, grafit, karbon siyahı, çok duvarlı karbon nanotüp (ÇDKNT) ve grafit nanoplaka (GnP) katkılı epoksileri 20, 50 ve 70°C olmak üzere üç farklı sıcaklıktaki saf su ortamına daldırmışlardır. Su emiliminin tüm numunelerde sıcaklığın artışı ile arttığı ifade edilmiştir. Gerçekleştirilen DMA sonucunda, ÇDKNT/epoksi numunesinin camsı geçiş sıcaklığı değerinde maksimum azalma 70°C sıcaklıktaki ortamda elde edilmiştir.

Golaz vd. (2013) gerçekleştirdikleri çalışmada 50°C tuzlu su (35g/L NaCl) ve saf su ortamlarında şartlandıkları epoksi numunelerin mekanik özelliklerini incelemiştir. Şartlandırılmamış numune ile kıyaslandığında her iki ortamda da depolama modülü ve camsı geçiş sıcaklığı değerlerinde azalma gözlemlenirken, bu sonucun ortamların polimerin plastikleştirici etkisinden kaynaklandığı ifade edilmiştir.

Zhao vd. (2008) tarafından gerçekleştirilen bir çalışmada epoksi reçineye ağırlıkça %1.5, %3, %5 ve %10 oranlarında küresel alümina partikülleri ilave ederek

ürettikleri kompozitleri 55°C saf su ortamında 60 gün süre ile şartlandırmışlardır. Şartlandırma sonucunda katkısız ve ağırlıkça %1.5 oranında alümina katkılı epoksilerin elastisite modüllerinde sırasıyla %32 ve %28 oranlarında azalma yaşandığı ifade edilmiştir. Her iki kompozitte de su emiliminin bir sonucu olarak sünekliğin arttığı belirtilmiştir.

Nguyen vd. (2012) gerçekleştirdikleri çalışmada epoksi bulk numuneleri 12 ay boyunca 50°C tuzlu su (%5 NaCl) ortamına daldırmışlardır. Gerçekleştirilen çekme testi sonrasında şartlandırılmamış numunenin %1.9 olan şekil değişiminin şartlandırma sonunda %3.4 değerine arttığı gözlemlenmiştir. Ortamın etkilerinin numunelerin yumuşamasına neden olduğu ve sünekliğinin arttığı belirtilmiştir.

Nayak vd. (2016) tarafından yapılan bir çalışmada cam fiber takviyeli polimer kompozitlere farklı oranlarda titanyum dioksit (TiO₂) nanopartikülü ilave edilmiş ve 70°C su banyosunda şartlandırılmıştır. Nanopartikül ve matris arayüzeyindeki yüksek etkileşim ve nanopartikülün matris içerisindeki boşlukları azaltması sebebiyle TiO₂ katkılı kompozitlerde daha az miktarda su emilimi gerçekleştiği ifade edilmiştir.

Yang vd. (2008) tarafından yürütülen bir çalışmada farklı sıcaklıklarda saf su, tuzlu su ve alkali çözeltilerine maruz bırakılan epoksi yapıştırıcıların davranışları incelenmiş ve karşılaştırılmıştır. DMA sonucu elde edilen tan δ grafiklerinde yaşanan bölünmelerin heterojen plastikleşmenin bir sonucu olduğu ifade edilirken, alkali çözeltilere daldırılan numunelerde yaşanmadığı gözlemlenmiştir. Bunun alkali çözeltilere maruz bırakılan numunelerde plastikleşmenin etkisinden ziyade arayüze bağlı bozunmanın baskın olmasından kaynaklandığı ifade edilmiştir.

Amaro vd. (2013) cam fiber katkılı epoksi kompozit numuneleri 36 gün boyunca hidroklorik asit (HCl) ortamına maruz bırakmışlardır. Şartlandırma sonunda eğilme dayanımının %16.2 oranında azaldığı gözlemlenmiştir. Ayrıca tüm şartlandırma süreci boyunca kompozitlerin sıvı emilimine bağlı olarak matris içerisinde mikro gerilmelere neden olan boşluklar oluştuğu ifade edilmiştir.

Eldridge vd. (2014) yürüttüğü bir çalışmada, farklı sıcaklıklardaki tuzlu su ortamlarında şartlandırdıkları cam fiber katkılı epoksi kompozitlerin çekme mukavemetlerinin azaldığı ifade edilmiştir.

Sarker vd. (2020) tarafından gerçekleştirilen bir çalışmada ıslak yatırma tekniği ile ürettikleri karbon fiber takviyeli epoksi kompozitleri (KFRP) 3.5 ve 2 pH

değerlerine sahip sülfürik asit (H_2SO_4) çözeltilerine daldırmışlardır. pH değeri 2 olan çözeltiyeye daldırılan numunelerin çekme dayanımında en düşük değer elde edilmiştir. Bu durum pH değeri azaldıkça fiber/matris arayüzünde bozulmanın artması sonucu kompozitin yük taşıma kapasitesinin azalmasından kaynaklandığı ifade edilmiştir.

Tcherbi-Narteh vd. (2018) yaptıkları çalışmada katkısız, ağırlıkça %0.1 ve %0.2 GNP katkılı, ağırlıkça %2 ve %3 montmorillonit nanokil ve ağırlıkça %3 montmorillonit nanokil ve %0.1 GNP takviyeli ikili epoksi kompozitler üretmişlerdir. Kompozitler oda sıcaklığındaki deniz suyu ortamında 240 gün şartlandırılmıştır. DMA sonucunda tüm numunelerin depolama modüllerinde şartlandırılmamış muadiline kıyasla azalma yaşandığı gözlemlenmiştir. En az miktardaki azalma %2 montmorillonit nanokil takviyeli nanokompozitte ve en fazla azalmanın ise ikili nanokompozitte elde edildiği ifade edilmiştir.

Voo vd. (2012) tarafından gerçekleştirilen çalışmada hacimce %0-2 aralığında bor nitrür, sentetik elmas ve silikon nitrit ilavesi ile ürettikleri epoksi ince filmleri $85^\circ C$ /%85 bağıl nem ortamında 36 saat şartlandırmışlardır. Numunelerin nem emilim davranışları incelendiğinde ise en yüksek oranda nem emilimi %6.67 oranda katkısız epoksi filmde gözlemlendiği ifade edilmiştir. Katkılı kompozit filmlerin nem emilimleri katkısız film ile kıyaslandığında ise %2 bor nitrür, sentetik elmas ve silikon nitrit katkılı kompozitler için sırasıyla %2.3, %3.3 ve %2.5 oranlarında daha az olduğu gözlemlenmiştir.

Sharma vd. (2018) yaptıkları bir çalışmada, fonksiyonelleştirilmiş montmorillonit kil katkılı ve katkısız cam fiber takviyeli epoksi kompozitleri $25^\circ C$ ve $55^\circ C$ deniz suyu ortamında 120 gün boyunca şartlandırmışlardır. Şartlandırma sonucunda, $25^\circ C$ 'de çekme mukavemetlerinde önemli bir değişim olmadığı ifade edilirken, $55^\circ C$ 'de her iki kompozitin çekme mukavemetinde %48 oranında azalma yaşandığı ifade edilmiştir.

Dinh (2020) gerçekleştirdiği bir çalışmada katkısız ve nano SiO_2 katkılı epoksi kompozitleri $30^\circ C$ ve $50^\circ C$ H_2SO_4 ortamında yaşlandırılmıştır. Ortamın artan sıcaklığı ile kompozitlerin asit emiliminin arttığı gözlemlenmiştir. SiO_2 katkılı epoksilerde nanosilika partiküllerinin sıvı emilim yolunu kıvrımlı hale getirerek difüzyon hızını azalttığı ifade edilmiştir.

Cui vd. (2017) yaptıkları bir çalışmada, ağırlıkça %0.5, 1 ve 2 oranlarında h-BN katkılı epoksi kaplamaları %3.5 NaCl çözeltisi içerisinde 420 saat şartlandırmışlardır. Kaplamaların su emilim davranışları incelendiğinde, katkısız epoksi kaplama %7 oranında su emilimi gerçekleştirirken, %1 h-BN katkılı epoksi kaplamada bu değer %4 olarak elde edilmiştir. h-BN partikülünün matris içerisinde iyi dağılımı epoksinin yoğunluğunu arttırdığı ve matriste bulunan gözenekleri azaltarak su difüzyonunu engellediği ifade edilmiştir.

Wu vd. (2006) yaptıkları çalışmada, farklı sertleştirici oranları ile hazırladıkları epoksi reçineleri 45°C su ortamına 500 gün süre ile maruz bırakmışlardır. Reçinedeki sertleştirici oranının artışı ile su emiliminin artış gösterdiği gözlemlenmiştir. Ayrıca suyun plastikleştirici etkisinin bir sonucu olarak depolama modüllerinde azalma yaşandığı ifade edilmiştir.

Amini vd. (2018) tarafından yürütülen çalışmada, epoksi ve polyester olmak üzere iki farklı reçine ile ürettikleri cam fiber takviyeli polimer kompozitleri (CFRP) nitrik asit (HNO₃) ortamına maruz bırakmışlardır. Epoksi reçinenin asit emilimine karşı olan direncinin polysterden daha fazla olduğu gözlemlenmiştir. 4 günlük şartlandırma sonrasında yapılan çekme testi sonucunda çekme mukavemetlerinin epoksi ve polyester kompozitler için sırasıyla %2.5 ve %2.8 oranlarında azaldığı ifade edilmiştir. Polimer içerisine emilen sıvı moleküllerinin polimer zincirlerinin hidrolizine ve kesilmesine neden oluşu ve bunun sonucunda mekanik özelliklerde azalma yaşandığı ifade edilmiştir.

Kaybal vd. (2019) yaptıkları çalışmada, ağırlıkça %0-5 oranlarında değişen SiO₂ katkılı epoksi kompozitleri 6 ay süre boyunca deniz suyu ortamına maruz bırakmışlar ve mekanik özelliklerindeki değişimleri incelemişlerdir. Numunelerin tamamının deniz suyu ortamından kötü etkilendiği belirtilmiştir. Kompozitlerin ortamdaki emdiği deniz suyunun hidrojen bağları sayesinde epoksi ile etkileşime girmesi sonucunda çekme mukavemetlerinde azalma yaşandığı ifade edilmiştir.

Kanerva vd. (2019) yürüttükleri bir çalışmada epoksi-vinil ester reçine matrisli ve iki farklı yönde yerleştirilen cam fiber katkılı kompozit laminatlar 90°C sıcaklıkta sülfürik asit (H₂SO₄) çözeltisinde şartlandırmışlardır. Uygulanan çekme testi sonucunda laminatların dayanımlarında gerçekleşen azalmaların fiberlerin yerleştirilme yönüne göre değişkenlik gösterdiği gözlemlenmiştir. Enine yönde fiber

yerleřtirilen numunenin elastisite modülünde %17 oranında ve çekme dayanımında %42 oranında azalma elde edilmiřtir.

Sugiman vd. (2016) 50°C saf su ve tuzlu su ortamlarında řartlandırđıkları epoksi numunelerin her iki ortamda da artan daldırma süresi ile çekme mukavemetinin ve elastisite modülünün azalma eğilimi gösterdiđi ifade edilmiřtir. 15 gün sonunda çekme mukavemetinde saf su ve tuzlu su için sırasıyla %15 ve %9 oranlarında azalma gözlemlenmiřtir. Epoksi tarafından emilen sıvı içeriđi arttıkça malzemenin çekme özelliklerinin azaldıđı belirtilmiřtir.

Berry vd. (2007) tarafından yürütölen çalıřmada üç farklı epoksi sistemi 45 ve 150 gün oda sıcaklıđındaki saf su ortamına maruz bırakılmıřlardır. Tüm sistemlerde artan řartlandırma süresi ile T_g ve depolama modülü deđerlerinde azalma yařandđı gözlemlenmiřtir. Numunelerin saf su ortamından önemli ölçüde etkilendiđi ve dolayısıyla depolama modülünün keskin bir azalma yařandđı ifade edilmiřtir.

Wang vd. (2021a) gerçekleřtirdikleri çalıřmada katkısız ve %0.25, %0.5 ve %1 oranlarında keten fiber katkılı epoksi laminatları 40°C saf su ortamında 180 gün řartlandırılmıřlardır. 180 gün sonunda tüm numunelerin çekme dayanımının %20-25 aralıđında azaldıđı ifade edilmiřtir. 30 günlük sürede numunelerin uzamalarında önemli ölçüde artış yařandđı gözlemlenmiřtir. Bunun kompozitlerin su emilimi sonucunda daha yumuřak hal alması ve plastikleřmesinden kaynaklandđı ifade edilmiřtir.

Aslan vd. (2021) tarafından yürütölen bir çalıřmada saf su, tuzlu su, sülfürik asit (H_2SO_4) ve hidroklorik asit (HCl) ortamlarının katkısız ve ÇDKNT katkılı epoksi kompozitler üzerindeki etkilerini incelemiřlerdir. Tüm ortamların kompozitler üzerinde farklı boyutta deđiřimlere neden olduđu gözlemlenirken, sıvı emiliminin ÇDKNT katkılı kompozitte daha yüksek oranda yařandđı ifade edilmiřtir.

Wang vd. (2016) tarafından gerçekleřtirilen çalıřmada 60°C saf su ortamına daldırđıkları epoksi reçinenin camsı geçiř sıcaklıđı (T_g) deđerindeki deđiřimleri incelemiřlerdir. řartlandırmanın ilk ařamasında ortamın etkisi ile plastikleřme davranıřı gösteren epoksinin T_g deđerinde azalma gözlemlenmiřtir. Ancak devam eden sürede yeniden kürleřme etkisi sonucu artan çapraz bađ yoğunluđu nedeniyle T_g deđerinde artış yařandđı ifade edilmiřtir.

Uthaman (2020) gerçekleştirdiği bir çalışmada hidroklorik asit (HCl) ortamına maruz bıraktıkları epoksi reçinelerin, asit girişi nedeniyle malzemenin bozulması ve matriste çatlaklar oluşması sonucunda, çekme mukavemetinin 20 ve 40 gün sonunda sırasıyla %8.1 ve %28.3 oranlarında azaldığı ifade edilmiştir. Ayrıca daldırma süresinin artışı ile camsı geçiş sıcaklığı (T_g) değerinde azalma yaşandığı gözlemlenmiştir. Bu durumun ortamın etkileri doğrultusunda malzemede oluşan plastikleşmenin sonucu olduğu ifade edilmiştir.

Katunin vd. (2015) tarafından yürütülen bir çalışmada cam fiber takviyeli epoksi kompozitleri saf su ve deniz suyu ortamlarına maruz bırakılmışlardır. Gerçekleştirdikleri şartlandırma sonucunda her iki ortamda da artan şartlandırma süresi ile depolama modüllerinde azalma gözlemlenmiştir. Bu değişimlerin ortamların etkileri sonucunda kompozitte gerçekleşen oksidasyon, hidroliz ve plastikleşme gibi etkiler nedeniyle olduğu ifade edilmiştir.

Starkova vd. (2015) yaptıkları çalışmada katkısız ve farklı oranlarda ÇDKNT ilave ettikleri epoksi kompozitleri 50°C ve 70°C saf su ortamlarına daldırmışlardır. 50°C’de şartlandırılan %0.5 oranında ÇDKNT katkılı kompozitin elastisite modülünde yaklaşık %14 oranında azalma yaşanırken, çekme dayanımında ise yaklaşık %6 azalma yaşanmıştır. 70°C’de şartlandırılan kompozitin elastisite modülü ve çekme dayanımında ise yaklaşık olarak sırasıyla %17 ve %20 oranlarında azalma yaşandığı ifade edilmiştir.

Reis vd. (2019) yaptıkları çalışmada hidroklorik asit (HCl) ve sodyum hidroksit (NaOH) çözeltilerinde şartlandırılan karbon fiber katkılı epoksi kompozitlerin mekanik özellikleri incelenmiştir. 60 gün boyunca HCl çözeltisine maruz bırakılan çözeltinin eğilme dayanımında %19.3 oranında azalma yaşanırken, NaOH çözeltisine maruz bırakılan çözeltide bu azalma %20.4 oranında olduğu ifade edilmiştir. Ortam koşulları nedeniyle kompozitte gerçekleşen bozulmalar sonucunda yük taşıma kapasitesinde azalma yaşandığı ifade edilmiştir.

Wang vd. (2021b) tarafından yürütülen çalışmada katkısız ve farklı oranlarında KNF katkılı epoksi kompozitler 180 gün boyunca 40°C saf su ortamında şartlandırılmıştır. Kompozitlerin mekanik özellikleri incelendiğinde katkılı epoksinin çekme dayanımı, elastisite modülü ve kopma uzamasının katkısız epoksiye kıyasla sırasıyla %18.4, %7.5 ve %11.6 oranlarında daha fazla olduğu gözlemlenmiştir.

Katkılı kompozitlerin ortam şartlarında daha az bozunmaya uğramasının güçlü KNF/epoksi etkileşiminden kaynaklandığı ifade edilmiştir. Ayrıca kompozitlerin T_g değerlerinde azalma yaşandığı gözlemlenmiştir. Bu azalmaların katkılı kompozitlerde, takviye varlığının epoksida bulunan boşlukları doldurarak zincir hareketliliğini kısıtlaması sonucunda daha az oranda yaşandığı ifade edilmiştir.

Kotnarowska (2010) gerçekleştirdiği çalışmada ürettiği epoksi kaplamaları üç farklı H_2SO_4 konsantrasyonuna sahip asidik çözelti içerisine 1320 saat daldırmıştır. Gerçekleştirilen DMA sonucunda %10 ve %20 oranında H_2SO_4 içeren çözeltide şartlandırılan numunelerin depolama modüllerinde azalma elde edilmiştir. Artan H_2SO_4 konsantrasyonu ile kaplama içerisinde boşluk oluşumunun artması sonucunda depolama modülünde azalma yaşandığı ifade edilmiştir.

Kattaguri vd. (2020) yürüttükleri bir çalışmada karbon nanofiber (KNF) ilave ettikleri cam fiber-epoksi kompozit numuneleri nitrik asit (HNO_3) çözeltisine 150 gün boyunca maruz bırakmışlardır. Sulu ortamlara maruz bırakılan polimerlerde plastikleşme meydana geldiği ve bu nedenle artan şartlandırma süresi ile T_g değerlerinde düşüş yaşandığı ifade edilmiştir. Benzer şekilde kompozitin depolama modülünün ortamın negatif etkileri doğrultusunda azaldığı gözlemlenmiştir.

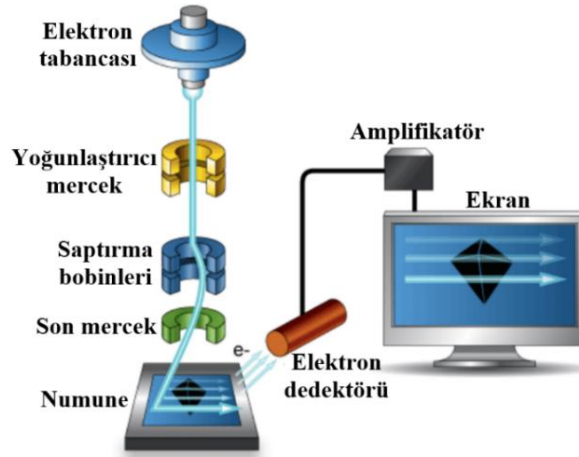
Heshmati vd. (2017) yaptıkları çalışmada farklı sıcaklıklarda ve farklı ortamlarda şartlandırma uyguladıkları epoksi numunelerin davranışlarını incelemiştir. Malzemenin nem içeriği ile mekanik özelliklerinin doğrudan ilişkili olduğu ifade edilmiştir. $45^\circ C$ 'de gerçekleştirilen şartlandırmada elastisite modülü değerleri artan şartlandırma süresi ile tüm ortamlarda azalırken, en az düşüş %32 oranında tuzlu su ortamında gözlemlenmiştir.

2.6. Kütle Değişimi Testi

Kütle değişim testi yüksek nem değerine sahip ortamlara maruz bırakılan polimer malzemelerin emdiği sıvı miktarının belirlendiği bir testtir. Belirlenen süre boyunca (gün veya saat) nemli ortama maruz bırakılan numuneler belirli periyotlarda hassas terazide tartılarak kütle ölçümü gerçekleştirilir. Kaydedilen sonuçlar kullanılarak kütle değişimi-zaman grafiği elde edilir. Ayrıca bu grafik yardımı ile malzemenin difüzyon katsayısı (D) değeri belirlenmektedir.

2.7. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

Taramalı elektron mikroskobu (SEM) yeterli düzeyde hızlandırılan elektronlar ve numune arasındaki etkileşime dayanan bir sistemden oluşmaktadır. SEM ışık mikroskopları ile kıyaslandığında daha yüksek çözünürlük ve morfolojik görüntüleme imkanı sunan ve yaygın olarak kullanılan cihazlardır (Karaduman, 2017). SEM'in çalışma prensibinin şematik görünümü şekil 2.13'de gösterilmiştir.



Şekil 2. 13. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) çalışma prensibi (Mohammed ve Abdullah, 2019)

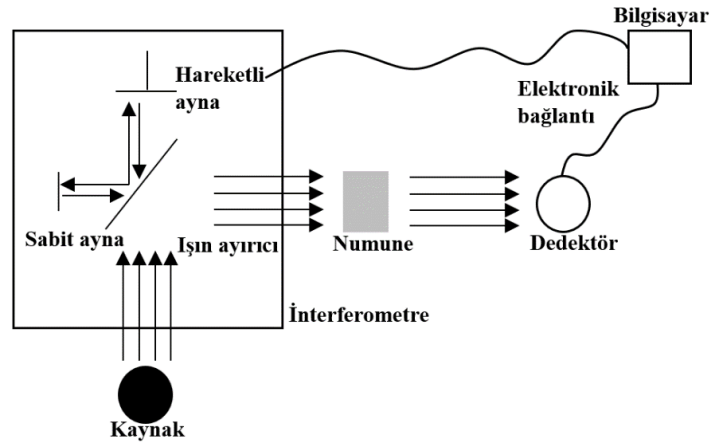
SEM analizi (100-30.000 elektron volt) aralığında yüksek enerjili elektron demeti kullanılarak gerçekleştirilmektedir. Ancak üretilen bu demetin boyutu net bir görüntü oluşturamayacak kadar büyüktür. Bu nedenle SEM numuneye gönderilecek ışınların boyutunu daraltmak ve elektronları numuneye yönlendirmek için lensler ile donatılmıştır. Spot boyu olarak isimlendirilen, numuneye ulaşan ışın noktasının çapı çoğu SEM cihazında 10 nm'den küçüktür.

Numunenin görüntüsü elektron demetlerinin düz çizgiler halinde ayrı konumlara hareket etmesini sağlayan tarama bobinlerinin hareketine bağlı olarak adım adım oluşturulur. Bu süreç istenilen büyütme miktarına bağlıdır. SEM operatörünün yüksek büyütme oranına sahip bir görüntü istemesi durumunda tarama bobinleri ışınları daha küçük bir alana saptırmaktadır. Taranan numuneden yayılan elektronlar ise elektron dedektörü tarafından tespit edilmektedir. Dedektörün olmadığı durumlarda elektron ışını ve numunenin yüzeyi arasındaki etkileşim nedeniyle üretilen her sinyal anlaşılması güç bir görüntü elde edilmesine neden olabilmektedir (Mohammed ve Abdullah, 2019).

SEM görüntüsünün elde edilmesinde hem geri saçılan elektronlar hem de ikincil elektronlar kullanılmaktadır. İkincil elektronlar numune atomlarının dış yörünge elektronları ile yüksek enerjili elektronların etkileşime girmesi nedeniyle enerjileri azalan/yörüngesinden atılan elektronlardır. Bu elektronlar numune yüzeyinde toplanarak sinyal dedektörü sayesinde görüntülenme ekranında görüntülenmektedir. SEM analizinde numune içinde bulunan küçük detayların görüntülenmesi gereken durumlarda 10000x ve ötesine büyütme uygulanabilmektedir (Mohammed ve Abdullah, 2019).

2.8. Fourier Dönüşümlü Kızılötesi (FT-IR) Spektroskopisi

Fourier Dönüşümlü Kızılötesi (FT-IR) Spektroskopisi, bir malzemede (organik veya inorganik) bulunan farklı fonksiyonel grupları ve kimyasal bağları belirleyebilmek için yaygın olarak kullanılan bir tekniktir. Malzemenin moleküler düzeyde “parmak izi” olarak adlandırılan, bir kızılötesi absorpsiyon spektrumu elde edilmesi ile gerçekleştirilir (Al-Rubaye, 2020). Bahsi geçen malzemeler sıvı, katı ve gaz fazında olabilmektedir. Malzemeye gönderilen kızıl ötesi ışınlar molekülün kimyasal bağlarına absorbe edildiğinde titreşimler oluşmaktadır (Deniz, 2018). FT-IR spektroskopisinin çalışma prensibi Şekil 2.14’de verilmiştir.



Şekil 2. 14. Fourier dönüşümü kızılötesi spektroskopisi şematik diyagramı (Dutta, 2017)

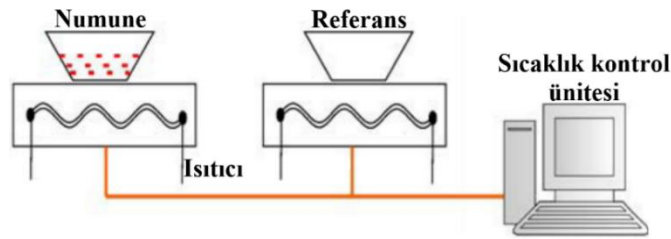
FT-IR spektroskopisinde ilk olarak IR enerjisi ışın halinde kaynaktan yayılmaktadır. Işınlar numuneye gönderilecek olan enerji miktarını kontrol eden bir delikten geçerek “spektral kodlamanın” gerçekleşeceği interferometreye girmektedir. Burada ortaya çıkan interferogram sinyali (bilinen absorpsiyon spektrumlarının fourier transformu) daha sonra interferometreden çıkmaktadır. İnterferometre içerisinde yer alan aynalar IR ışınlarını odaklamak ve hizalamak amacıyla kullanılmaktadır.

Ardından ışın, yapılacak analizin türüne bağlı olarak, numunenin yüzeyinden iletildiği ve yansıtıldığı kısma girmekte ve numune tarafından belirli enerji frekansları emilmektedir. Ardından ışın son ölçüm için dedektöre geçiş yapmaktadır. Burada kullanılan dedektörler özel interferogram sinyalini ölçmek için özel olarak tasarlanan cihazlardır. Son olarak, ölçümü yapılan sinyaller sayısallaştırılarak bilgisayara yönlendirilmektedir (Dutta, 2017).

2.9. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC)

Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) uygulama alanları polimerler, organik ve inorganik kimya olan bir tekniktir. DSC tekniği ile malzemelerin saflık derecesi, camsı geçiş sıcaklığı, erime ve kristalleşme sıcaklıkları, kimyasal reaksiyonlarının kinetiği ve füzyon ısısı gibi özellikleri belirlenebilmektedir. DSC analizinde ölçümler için gerekli olan numune kütlesi genellikle 0.1-10 mg aralığında değişmektedir. Deneyin sıcaklık aralığı -180°C ile 700°C aralığında değişmekte ve bu sayede çok çeşitli sıcaklık aralığında kullanılabilir. Isıtma ve soğutma işlemleri ise kontrollü bir biçimde gerçekleştirilmektedir (Abd-Elghany ve Klapötke, 2018).

DSC, numunenin ve referansın sıcaklığını artırmak için gereken ısı miktarındaki farkın sıcaklığın bir fonksiyonu olarak ölçüldüğü termo-analitik bir tekniktir. DSC cihazında numune ve referans olmak üzere iki ayrı kap bulunmaktadır (Şekil 2.15). Numune ve referans analiz boyunca hemen hemen aynı sıcaklıkta tutulmaktadır. Numunede faz dönüşümü veya oksidasyon gibi fiziksel bir değişim olduğunda her iki tarafı da aynı sıcaklıkta tutmak için meydana gelen ısı akışındaki değişikliklerin kaydedilmesi esasına dayanmaktadır (Khurana ve Agarwal, 2011).



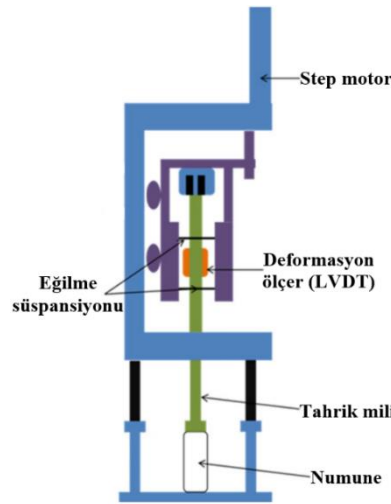
Şekil 2. 15. Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) çalışma prensibi (Khurana ve Agarwal, 2011)

2.10. Dinamik Mekanik Analiz (DMA)

Polimer malzemeler, hem sıvıların hem de katıların mekanik davranışlarına benzer özellikler sergileyen viskoelastik malzemelerdir. Viskoelastik özelliklerin karakterizasyonu için yaygın olarak kullanılan yöntemlerden biri ise dinamik mekanik

analizdir (DMA). DMA hem polimerin moleküler gevşeme süreçlerini inceleyebilmek hem de zamanın ve sıcaklığın fonksiyonu olarak doğal mekanik özelliklerini belirleyebilmek için yapılan bir analizdir (Chartoff vd., 2009). DMA diğer mekanik testlerde mümkün olmayan çok çeşitli sıcaklık ve frekans değerlerini kapsayan bir analiz olduğundan polimer malzemeler ile ilgili daha fazla bilgi edinmesine yardımcı olmaktadır. DMA malzemenin sinüzoidal veya farklı bir periyodik gerilme altında deforme olma anındaki tepkisini ölçme esasına dayanmaktadır. DMA çalışma prensibi şematik olarak Şekil 2.16'da gösterilmiştir. Bir DMA sırasında numuneden elde edilebilecek en önemli üç parametre şunlardır:

- Bir salınım döngüsü esnasında malzemede depolanan maksimum enerjinin ölçüsü olan ve aynı zamanda numunenin sertliğinin bir göstergesi olan depolama modülü (E')
- Numunenin ısı olarak yaydığı enerji miktarı ile orantılı bir değer olan kayıp modülü (E'')
- Kayıp modülü/depolama modülü oranı ile elde edilen ve malzemenin moleküler hareketliliği ile ilişkili mekanik bir sönümlenme terimi olan $\tan\delta$ (Kuzak ve Shanmugam, 1999).

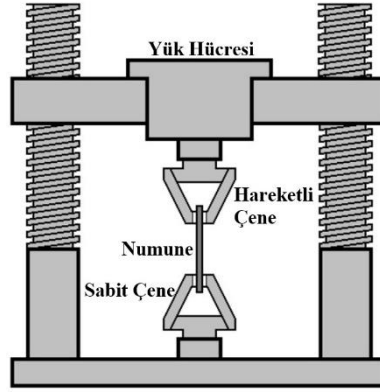


Şekil 2. 16. Dinamik mekanik analiz (DMA) çalışma prensibi (Peng vd., 2020)

DMA analizi ile elde edilen camsı geçiş sıcaklığı (T_g) değeri $\tan\delta$ eğrisinin tepe noktasında okunan sıcaklık değeri olarak belirlenmektedir. DMA testleri yüksek hızlardaki ısıtma hızında gerçekleştirilmesi durumunda elde edilen T_g değerleri artış gösterirken, düşük bir ısıtma hızında tam tersi şekilde daha düşük T_g değerleri elde edilebilmektedir (Kuzak ve Shanmugam, 1999).

2.11. Çekme Testi

Çekme testi numunenin sabit ve hareketli durumda olan iki çene arasına yerleştirilerek statik çekme yükü altında tek eksenli kuvvet uygulanması ile gerçekleştirilmektedir (Şekil 2.17). Çekme testi uygulanacak bulk numuneler ISO 527-2 standartına uygun olarak üretilmektedir. Bulk numunelerin kuvvet aralığının düşük olması nedeniyle 5-10 kN'a sahip olan bir yük hücresi kullanılarak gerçekleştirilmelidir. Çekme testi sırasında yapıştırıcı bulk numunede meydana gelen şekil değişimi değerlerinin doğru olarak elde edilmesi için numuneye temas etmeyen bir extenseometrenin (uzama ölçer) kullanılması gerekmektedir. Çekme deneyi sonucunda numunelerin çekme gerilmesi (σ), elastisite modülü (E), şekil değişimi (ϵ) ve statik tokluk değerleri elde edilmektedir. Elastisite modülü numunenin şekil değişimine karşı gösterdiği direnç olarak ifade edilebilir. Bu değer çekme diyagramında %0.05-%0.25'lik şekil değişimine karşılık gelen gerilme değerlerinin şekil değişimlerine oranlanması ile elde edilmektedir. Statik tokluk ise numunenin kopma anına kadar absorbe ettiği enerjiyi ifade etmektedir. Bu değer çekme eğrisi altında kalan alanın hesaplanması ile elde edilmektedir.



Şekil 2. 17. Çekme testi

3. MATERYAL VE YÖNTEM

3.1. Kullanılan Malzemeler

Yapılan tez çalışmaları kapsamında kullanılmak üzere epoksi reçine sistemi olarak MGS-L285 kullanılmıştır. MGS-L285 çift bileşenli bir reçine olup Dost Kimya firmasından temin edilmiştir. Epoksi sistemi ağırlıkça 1:0.4 oranında epoksi (MGS-LR285) ve sertleştiriciden (MGS-LH285) oluşmakta ve 80°C’de 50 dakika sürede kürleşmektedir. Epoksi ve sertleştiricinin fiziksel özellikleri Tablo 3.1’de verilmiştir.

Tablo 3. 1. Epoksi ve sertleştiricinin fiziksel özellikleri (Gültekin, 2021b)

Fiziksel özellikler	Epoksi	Sertleştirici
Yoğunluk (g/cm ³)	1.18 – 1.23	0.94 – 0.97
Viskozite (MPa)	600 - 900	50 - 100

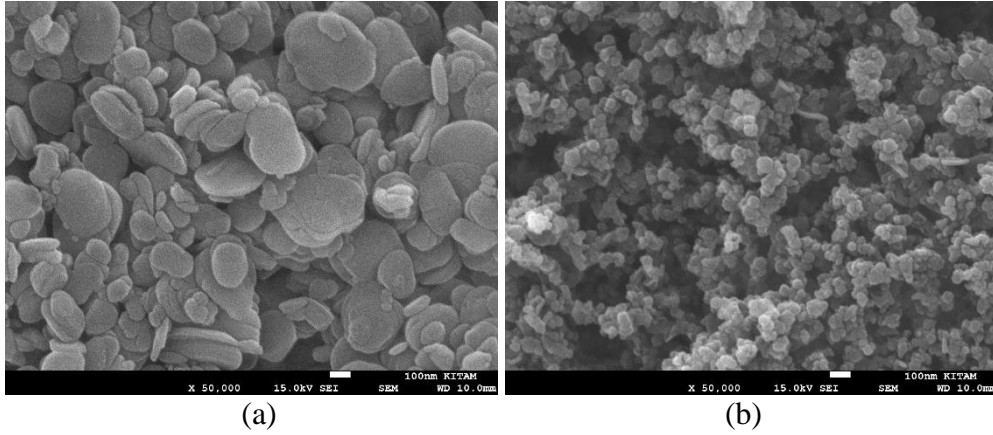
Üretilen epoksi kompozitlere takviye malzemesi olarak kullanmak amacıyla hekzagonal bor nitrür (BN) ve hekzagonal bor karbür (B₄C) nanopartikülleri kullanılmıştır. BN nanopartikülleri BORTEK A.Ş. (Eskişehir, Türkiye)’den ve B₄C nanopartikülleri ise Nanografi A.Ş. (Ankara, Türkiye)’den tedarik edilmiştir. Çalışmada kullanılan bor (BN ve B₄C) nanopartiküllerinin özellikleri Tablo 3.2’de, SEM görüntüleri ise Şekil 3.1’de gösterilmiştir.

Tablo 3. 2. Hekzagonal bor nitrür ve bor karbür nanopartiküllerinin fiziksel özellikleri (Gültekin ve Yazıcı, 2022)

Özellikler	BN	B ₄ C
Kristal Faz	Hekzagonal	Hekzagonal
Safılık (%)	99.97	99.5
Form	Toz	Toz
Boyut (nm)	50-120	40-60
Yoğunluk (g/cm ³)	2.3	0.1
Erime noktası (°C)	3000	2540
Elastisite Modülü (GPa)	865	445

Nanopartiküllerin yüzeylerinin fonksiyonelleştirmesi epoksi matris içerisinde dağılımını ve yapışma davranışını geliştirmek için kullanılan bir yöntemdir. Bu yöntemde kullanılan bileşenler bağlayıcı ajanlar olarak isimlendirilmektedir. Literatürdeki çalışmalarda ve uygulamada pek çok farklı bağlayıcı ajan kullanılmaktadır. Bu çalışmada epoksi matris ve nanopartiküller arasındaki etkileşimi arttırmak amacıyla silan bağlayıcı ajanlar kullanılmıştır. BN nanopartiküllerinin yüzey fonksiyonelleştirme işlemi için 3-(aminopropyl) triethoxysilan bileşiği kullanılırken,

B₄C nanopartiküllerinin fonksiyonelleştirme işlemi için ise 3-(glycidyoxypropyl) trimethoxysilane bileşiği kullanılmıştır. Kullanılan silan bağlayıcı ajanlarının temini Evonik Industries'den (İstanbul, Türkiye) sağlanmıştır.



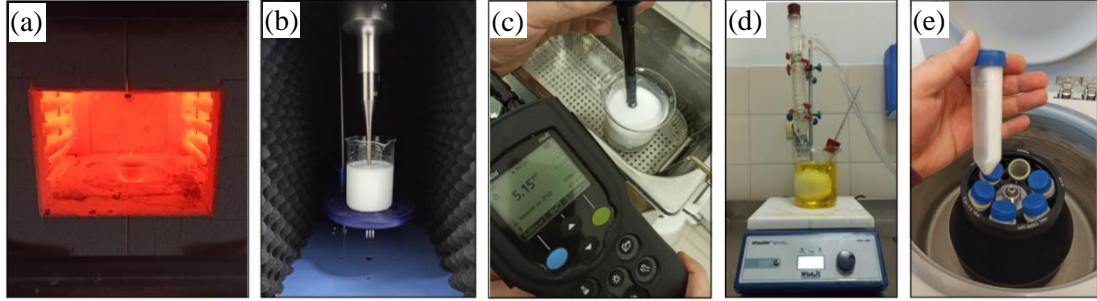
Şekil 3. 1. Bor nanopartiküllerinin SEM görüntüleri (a) BN, (b) B₄C

3.2. Bor Nanopartiküllerinin Yüzeylerinin Fonksiyonelleştirilmesi

Hekzagonal bor nitrür (BN) ve hekzagonal bor karbür (B₄C) nanopartiküllerinin yüzeyini fonksiyonelleştirerek reçine içerisinde homojen bir dağılım elde edebilmek ve yapışmayı arttırabilmek amacıyla silan bileşikleri kullanılmıştır.

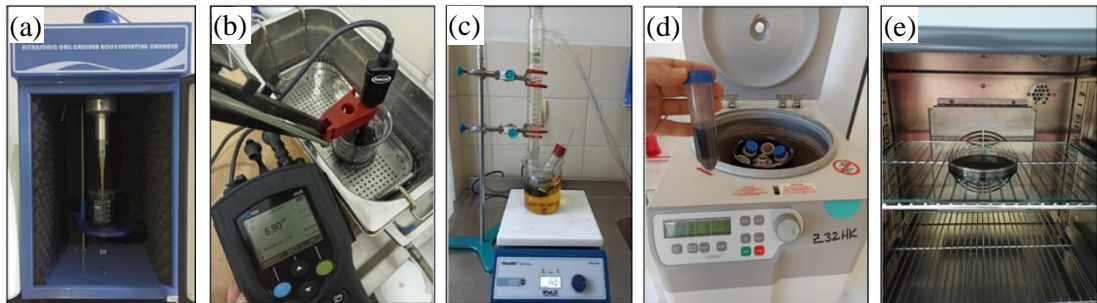
BN nanopartiküllerinin yüzey fonksiyonelleştirme işlemi için 3-(aminopropyl) triethoxysilane (APTES) bileşiği kullanılmıştır. Fonksiyonelleştirme işlemine ilk olarak BN nanopartiküllerinin 1000°C sıcaklıkta 1 saat süre ile tavllanması ile başlanmıştır. Bu işlem nanopartiküllerin yüzeyine hidrofilik özellik katmak amacıyla gerçekleştirilmiştir. Tavlama işlemi sonrası 0.5 g BN nanopartikülleri ve 30 ml saf su karışımı 30 dakika süre boyunca ultrasonik karıştırıcıda karıştırılmıştır. Karışım prosedürü nanopartiküller arasında gerçekleşebilecek topaklanma (aglomerasyon) ihtimalini ortadan kaldırma amacı taşımaktadır. Elde edilen saf su/BN karışımı içerisine hacimce %5 oranında APTES bileşiği içeren 70 ml fonksiyonelleştirme çözeltisi eklenmiş ve 30 dakika boyunca ultrasonik karıştırıcıda karıştırılmıştır. Karışma işlemi devam ederken çözeltinin pH değerini 5 olarak ayarlamak amacıyla hacimce %10 oranında CH₃COOH çözeltisi karışıma yavaşça ilave edilmiştir. İstenilen pH değerine ulaşan çözelti balon içerisine alınarak refluks (geri soğutma) işlemi (80°C ve 100 dev/dk) 12 saat boyunca gerçekleştirilmiştir. Çözeltinin silan bileşiklerinden arındırılmış son halinin elde edilebilmesi amacıyla santrifüj tekniği kullanılarak birkaç defa saf su ile yıkanmıştır. Son aşamada ise nanopartiküllerin kuru

toz halini elde edilebilmek için 80°C sıcaklıktaki etüv içerisinde 5 saat süre ile kurutulmuştur (Gültekin vd., 2021a). BN nanopartiküllerinin yüzey fonksiyonelleştirme adımları Şekil 3.2’de gösterilmiştir.



Şekil 3. 2. Hekzagonal bor nitrür nanopartiküllerinin yüzey modifikasyonu işlemi (a) Tavlama, (b) Karıştırma, (c) pH ayarlama, (d) Refluks, (e) Santrifüj

B₄C nanopartiküllerinin yüzeylerini fonksiyonelleştirme işlemi için 3-(glycidyoxypropyl) trimethoxysilane (GPS) bileşiği kullanılmıştır. Fonksiyonelleştirme işleminin ilk aşamasında 0.5 g olarak tartılan B₄C nanopartiküllerinin üzerine 1:1 oranında hazırlanan saf su+etil alkol karışımı ilave edilerek 30 dakika ultrasonik karıştırıcı ile karıştırılmıştır. Karıştırma prosedürü sayesinde nanopartiküllerin homojen bir şekilde dağılımı sağlanmıştır. Elde edilen karışım içerisine yavaşça 6 ml silan bileşiği ilave edilmiştir. Hazırlanan çözeltiye hacimce %10 oranında CH₃COOH çözeltisi ilave edilerek pH değeri 7 olarak ayarlanmıştır. Hazırlanan çözelti balon içerisine alınarak 40°C sıcaklıkta 5 saat süre ile refluks işlemi uygulanmıştır. Bu işlemin ardından çözelti santrifüj tekniği ile saf su ve etil alkol ile birkaç defa yıkanarak silan bileşiklerinden arındırılmıştır. Son aşamada nanopartiküllere 60°C sıcaklıktaki etüv içerisinde 6 saat süren bir kurutma işlemi uygulanmıştır (Şekil 3.3) (Gültekin vd., 2021b).



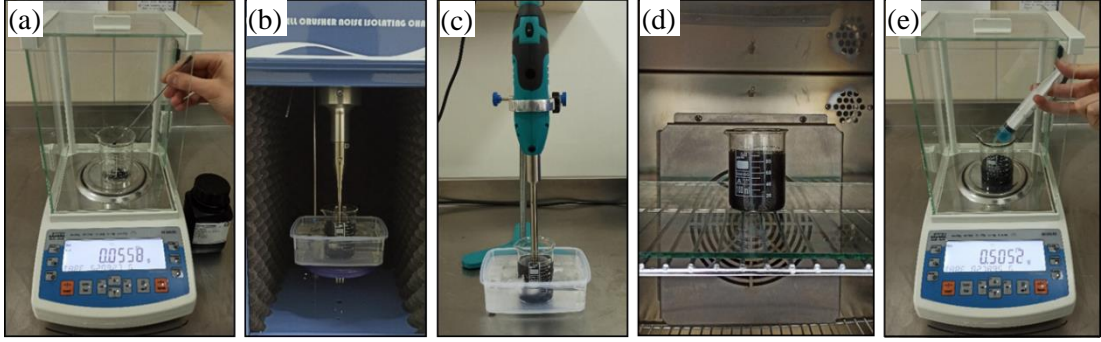
Şekil 3. 3. Hekzagonal bor karbür nanopartiküllerinin yüzey modifikasyonu işlemi (a) Karıştırma, (b) pH ayarlama, (c) Refluks, (d) Ultrasantrifüj, (e) Kurutma

3.3. Bor Nanopartikülleri Katkılı ve Katkısız Epoksi Reçinelerin Üretimi

Bor nanopartikülleri katkısının epoksi kompozitlerin farklı şartlandırma ortamları ve sürelerde yapısal, termal ve mekanik özelliklerinde yaşanan değişimlere olan etkisini belirleyebilmek amacıyla, katkısız ve ağırlıkça %2 oranında BN ve B₄C nanopartikülleri katkılı epoksi kompozitler üretilmiştir.

Katkısız epoksi kompozitlerin üretimi için ilk olarak bir beherglas içerisine konulan epoksi üzerine aseton ilave edilmiştir. Hazırlanan bu karışım 30 dakika boyunca öncelikle ultrasonik karıştırıcıda ve ardından yüksek kayma mikserinde karıştırılmıştır. Karışım esnasında açığa çıkacak ısının epoksi yapıya zarar vermesini engellemek için karışım işlemi bir buz banyosu içerisinde gerçekleştirilmiştir. Tamamen birbiri ile karışan epoksi+aseton karışımı asetonu buharlaştırabilmek amacıyla etüv içerisine alınmıştır. Asetonun buharlaşma kontrolü için belirli aralıklarla hassas terazide tartım işlemi gerçekleştirilmiştir. Asetonun karışım içerisinden tamamen buharlaşmasının ardından epoksi/sertleştirici oranına (1:0.4) göre epoksi içerisine sertleştirici ilave edilmiş ve 10 dakika boyunca karıştırılmıştır.

Silan bileşiği ile yüzeyleri fonksiyonelleştirilen bor nanopartiküllerinin epoksi matris ile etkileşimi artırılmıştır. Ancak kompozitlerin üretim aşamasında uygulanacak karıştırma işlemi nanopartiküllerin epoksi matris içerisinde homojen bir dağılım gerçekleştirebilmesi için oldukça önemlidir. Bu amaçla ilk olarak yapımı planlanan miktarda bor nanopartikülleri tartılarak beherglas içerisine konulmuştur. Bor nanopartiküllerinin dağılımını sağlamak amacıyla üzerlerine aseton eklenmiş ve ultrasonik karıştırıcı içerisinde 15 dakika süre ile karıştırılmıştır. Daha sonra, belirlenen miktarda epoksi aseton ve nanopartikül karışımı içerisine eklenmiştir. Hazırlanan karışım ultrasonik karıştırıcıda ve yüksek kayma mikserinde sırasıyla 30 dakika süre boyunca karıştırılmıştır. Ancak karıştırma işlemi boyunca meydana çıkan ısı epoksi ve nanopartiküllere zarar vermektedir. Yaşanacak bu olumsuzlukları engelleyebilmek için karıştırma işlemleri bir buz banyosu içerisinde gerçekleştirilmiştir. Ardından karışım içerisindeki asetonun buharlaşması amacıyla karışım etüv içerisinde bekletilmiştir. Asetonun buharlaşıp buharlaşmadığı belirli aralıklarla hassas terazide gerçekleştirilen ağırlık ölçümleri ile kontrol edilmiştir. Daha sonra asetonun tamamen buharlaştığı karışıma epoksi/sertleştirici oranına uygun miktarda sertleştirici ilave edilerek 10 dakika süre elle karıştırılmıştır. Bor nanopartikülleri katkılı epoksi reçinelerin üretim aşamaları Şekil 3.4'te gösterilmiştir.



Şekil 3. 4. Bor nanopartikülleri katkılı epoksi reçinelerin üretim aşamaları (a) Nanopartikül tartımı, (b) Ultrasonik karıştırma, (c) Yüksek hız karıştırma işlemi, (d) Asetonun buharlaştırılması, (e) Sertleştirici eklenmesi

3.4. Bor Nanopartikülleri Katkılı ve Katkısız Epoksi Kompozitlerin Üretimi

Katkısız ve bor nanopartiküller katkılı epoksi kompozitlerin FT-IR, SEM, DSC, DMA, çekme ve kütle değişimi testleri için üretilen bulk numuneleri özel olarak tasarımı yapılan bir kalıp yardımı ile üretilmiştir. Numunelerin kolay bir şekilde kalıptan çıkmasını sağlayabilmek amacıyla, kalıp ilk önce yağlayıcı bir film tabaka ile kaplanmıştır. Ardından daha önce üretimi yapılan katkısız ve bor nanopartikülleri katkılı epoksiler kalıp içerisindeki bölmelere dökülmüştür. Kalıp etüv içerisinde yerleştirilerek 80°C sıcaklıkta 50 dakika süre boyunca kürleştirilmiştir. Kompozit numunelerin üretim aşamaları Şekil 3.5’de gösterilmiştir. Üretimi yapılan tüm numuneler şartlandırma ortamlarına yerleştirilene kadar desikatör içerisinde muhafaza edilmiştir.



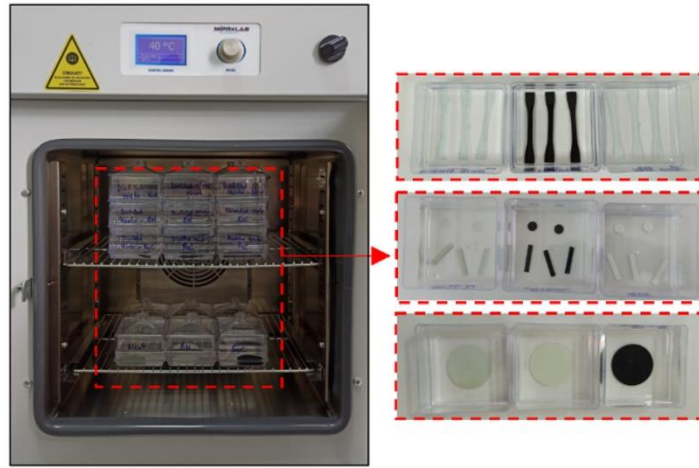
Şekil 3. 5. Bor nanopartikülleri katkılı epoksi kompozitlerin üretimi

FT-IR ve SEM karakterizasyonları için 10 mm çapa ve 2 mm kalınlığa sahip numuneler üretilmiştir. DSC analizi için kullanılan numuneler ise yaklaşık olarak 10

mg'dır. DMA için kullanılacak numune boyutları 30x5x2 mm olarak üretilmiştir. Çekme testi numuneleri ISO 527-2 standartında belirtilen boyutlara uygun şekilde üretilmiştir. Kütle değişim testleri için üretilen numuneler ise 50 mm çapa ve 3.2 mm kalınlığa sahiptir.

3.5. Bor Nanopartikülleri Katkılı ve Katkısız Epoksi Kompozitlerin Farklı Ortamlarda Şartlandırılması

Üretimi gerçekleştirilen epoksi kompozitlerin farklı çalışma koşullarındaki davranışlarının incelenebilmesi amacıyla numuneler 40°C sıcaklıktaki saf su, tuzlu su (kütlece %10 NaCl) ve sülfürik asit çözeltisi (kütlece %10 H₂SO₄) içerisinde 20, 40 ve 60 günlük sürelerde maruz bırakılmıştır (Şekil 3.6).



Şekil 3. 6. Bor nanopartikülleri katkı ve katkısız epoksi kompozitlerin farklı ortamlarda şartlandırılması

Numunelerin şartlandırılması için asit ve sıcaklıktan etkilenmeyen kaplar kullanılmıştır. Şartlandırma ortamlarının sıcaklık ve konsantrasyon değerlerinin kontrolü belirli aralıklarla gerçekleştirilmiştir. Sıvı emilimlerinin engellenmemesi açısından numuneler birbirleri ile temas etmeyecekleri şekilde ortamlara yerleştirilmiştir. Tablo 3.1'de bor nanopartikülleri katkı ve katkısız kompozitlerin şartlandırıldıkları ortamlara ve gün sayılarına göre belirlenen deneysel parametreleri verilmiştir.

Tablo 3. 3. Deneysel parametreler

Ortam	Gün	Nanopartikül		
		Katkısız	BN	B ₄ C
Referans	0	M0	BN0	BC0
	20	M-S-20	BN-S-20	BC-S-20
Saf Su	40	M-S-40	BN-S-40	BC-S-40
	60	M-S-60	BN-S-60	BC-S-60
	20	M-T-20	BN-T-20	BC-T-20
Tuzlu Su	40	M-T-40	BN-T-40	BC-T-40
	60	M-T-60	BN-T-60	BC-T-60
	20	M-A-20	BN-A-20	BC-A-20
Sülfürik Asit Çözeltisi	40	M-A-40	BN-A-40	BC-A-40
	60	M-A-60	BN-A-60	BC-A-60

3.6. Numunelere Uygulanan Testler

3.6.1. Kompozitlerin Kütle Değişim Testi

Üretilen numunelerin maruz bırakıldıkları ortamlardaki kütle değişim (sıvı emilim) miktarları periyodik olarak hassas terazi ile kütle ölçümleri yapılarak belirlenmiştir. Tamamlanan ölçümler sonrası zamana bağlı olarak kütle değişimi eğrileri elde edilmiştir. Yapılan testler neticesinde her bir kompozitin difüzyon katsayısı ve doygunluk durumundaki maksimum sıvı içeriği belirlenmiştir (Şekil 3.7).



Şekil 3. 7. Farklı ortamlarda şartlandırılan kompozitlerin kütle değişim testi

Epoksi kompozitlerin sıvı emilimi difüzyon süreci ile gerçekleşmektedir. Difüzyon katsayısı (D) difüzyon mesafesi ile orantılı bir şekilde değişkenlik göstermektedir. Difüzyon mesafesi ise matris içerisinde bulunan takviye malzemeleri nedeniyle uzamaktadır. Bunun sonucunda ise epoksi kompozit içerisine gerçekleşen sıvı difüzyonu yavaşlamakta ve daha düşük bir difüzyon katsayısı elde edilmektedir (Dittanet vd., 2017). Katkısız, BN ve B₄C katkılı epoksi kompozitlerin difüzyon katsayıları Eşitlik 3.1'e göre hesaplanmıştır.

$$D = \pi \left[\frac{h}{4 \times (\%M_{\infty})} \right]^2 \times \left[\frac{(\%M_2 - \%M_1)}{\sqrt{t_2} - \sqrt{t_1}} \right]^2 \quad (3.1)$$

Burada; D difüzyon katsayısı, h numune kalınlığı, M_{∞} doyumluk anındaki sıvı emilim yüzdesi, $\%M_2 - \%M_1$ şartlandırma periyodunun ilk zamanında ($t_2 - t_1$) kütle değişimin grafiğinin eğimini ifade etmektedir.

3.6.2. Kompozitlerin Fourier Dönüşümlü Kızılötesi (FT-IR) Spektroskopisi Analizi

Bor nanopartikülleri katkılı ve katkısız epoksi kompozit numunelerin saf su, tuzlu su ve sülfürik asit çözeltisi ortamlarına maruz bırakıldıktan sonra numunelerde moleküler düzeyde meydana gelen değişimlerin belirlenebilmesi için Fourier Dönüşümlü Kızılötesi (FT-IR) spektroskopisi analizi gerçekleştirilmiştir. Bu tez kapsamında yapılan FT-IR analizi Perkin Elmer Spectrum Two FT-IR Spectrometer cihazında gerçekleştirilmiştir. Her bir spektrum $650 - 4000 \text{ cm}^{-1}$ dalga sayısı aralığında 4 cm^{-1} çözünürlük ve saniyede 4 tarama ile elde edilmiştir.

3.6.3. Kompozitlerin Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi

Farklı sürelerde ve farklı ortamlarda şartlandırılan numunelerin yapısında meydana gelen değişimlerin belirlenmesi için taramalı elektron mikroskobu (SEM) analizi gerçekleştirilmiştir. Çalışma kapsamında gerçekleştirilen analizler Şekil 3.8'de gösterilen JEOL JSM-7001F model SEM cihazında gerçekleştirilmiştir. Epoksi kompozitlerin yüzeyleri altın (Au) ve paladyum (Pd) ile kaplandıktan sonra SEM görüntüleri alınmıştır.



Şekil 3. 8. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) cihazı

3.6.4. Kompozitlerin Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Analizi

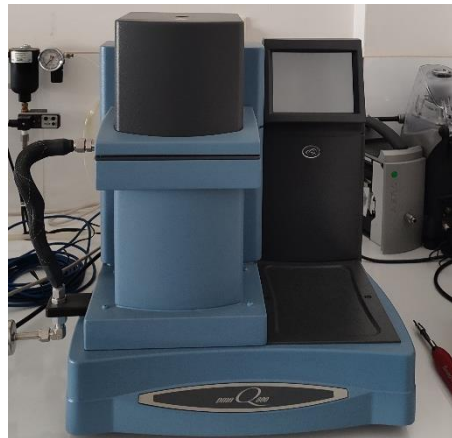
Şartlandırma ortamlarının ve sürelerinin numunelerin camsı geçiş sıcaklığı (T_g) üzerindeki etkileri belirleyebilmek amacıyla numunelere diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) analizi yapılmıştır. DSC analizi TA Q-2000 cihazında 25°C 'den 250°C 'ye kadar $10^{\circ}\text{C}/\text{dakika}$ ısıtma hızında gerçekleştirilmiştir. Kullanılan DSC cihazı Şekil 3.9'da gösterilmiştir.



Şekil 3. 9. Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) cihazı

3.6.5. Kompozitlerin Dinamik Mekanik Analiz (DMA)

Saf su, tuzlu su ve sülfürik asit ortamlarında 20, 40 ve 60 gün süre ile şartlandırılan epoksi kompozitlerin depolama modülü, $\tan\delta$, çapraz bağ yoğunluğu ve camsı geçiş sıcaklığı (T_g) değerleri dinamik mekanik analiz (DMA) yardımı ile belirlenerek şartlandırma sürecinin numunelerin viskoelastik özellikleri üzerindeki etkileri incelenmiştir. Yapılan DMA analizi tek konsol (single cantilever) modu kullanılarak Q800-TA cihazında gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.10). Analiz 25°C 'den 150°C 'ye $2^{\circ}\text{C}/\text{dk}$ 'lık ısıtma hızında yapılmıştır ve salınım genliği 1 Hz'dir.



Şekil 3. 10. Dinamik mekanik analiz (DMA) cihazı

3.6.6. Kompozitlerin Çekme Testi

Farklı şartlandırma ortamlarının ve farklı maruziyet sürelerinin bor nanopartikülleri katkılı ve katkısız epoksi kompozitlerin mekanik özellikleri üzerindeki etkilerinin belirlenmesi amacıyla kompozit numunelere çekme testi uygulanmıştır. Çekme testi Shimadzu AG universal çekme cihazında 10 kN'luk bir yük hücresi kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Ayrıca numunelerde meydana gelen şekil değişimlerinin doğru bir şekilde belirlenebilmesi için TRviewX video ekstansometre kullanılmıştır. Numuneler oda sıcaklığında 5mm/dk şekil değiştirme hızında test edilmiştir. Şekil 3.11'de numunelere uygulanan çekme testi gösterilmiştir.



Şekil 3. 11. Farklı ortamlarda şartlandırılan kompozitlerin çekme testi

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

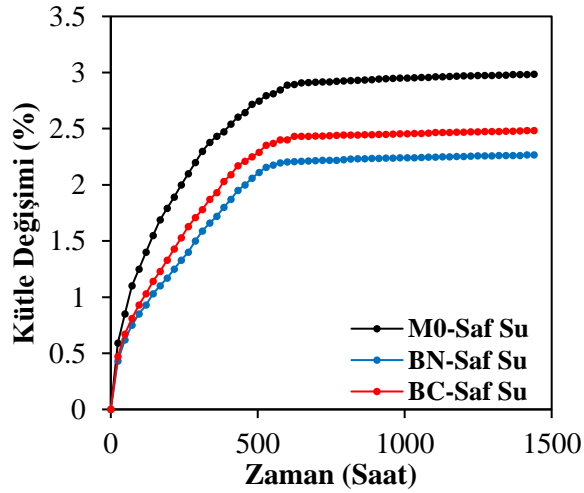
Katkısız ve ağırlıkça %2 oranında silan bileşikleri ile fonksiyonelleştirilmiş bor nitrür ve bor karbür katkılı epoksi kompozitlerin saf su, tuzlu su ve sülfürik asit ortamlarına 20, 40 ve 60 gün maruz bırakılması sonucunda yapısal, termal ve mekanik özelliklerinde meydana gelen değişimler kütle değişimi, FT-IR, SEM, DSC, DMA ve çekme testleri ile belirlenmiş ve sonuçlar aşağıda başlıklar halinde verilmiştir. Şartlandırılmamış katkısız ve ağırlıkça %2 oranında B₄C katkılı epoksi kompozit numunelerine ait FT-IR, DSC ve çekme testleri sonuçları Gültekin ve arkadaşları (2021b) tarafından yapılan çalışmadan alınmıştır.

4.1. Kompozitlerin Kütle Değişimi Sonuçları

Katkısız, ağırlıkça %2 oranında BN ve B₄C nanopartikülleri katkılı epoksi kompozitlerin saf su, tuzlu su ve sülfürik asit ortamında gerçekleştirilen kütle değişimi (sıvı emilimi) testleri sonuçları maruz bırakıldıkları ortamlara bağlı olarak aşağıda başlıklar halinde verilmiştir.

4.1.1. Saf Su Ortamında Kompozitlerin Kütle Değişimi Sonuçları

40°C sıcaklıkta saf su ortamına maruz bırakılan katkısız ve silan bileşikleri ile fonksiyonelleştirilmiş ağırlıkça %2 oranında BN ve B₄C nanopartikülleri katkılı epoksi kompozitlerin kütle değişim grafikleri Şekil 4.1’de verilmiştir.



Şekil 4. 1. Saf su ortamında şartlandırılan katkısız, BN ve B₄C katkılı epoksi kompozitlerin kütle değişim grafiği

Epoksi kompozitlerin katkısız, BN ve B₄C katkılı numunelerinin her biri saf su ortamına maruz bırakılmasının ilk aşamasında hızlı ve yüksek miktarda sıvı emilimi

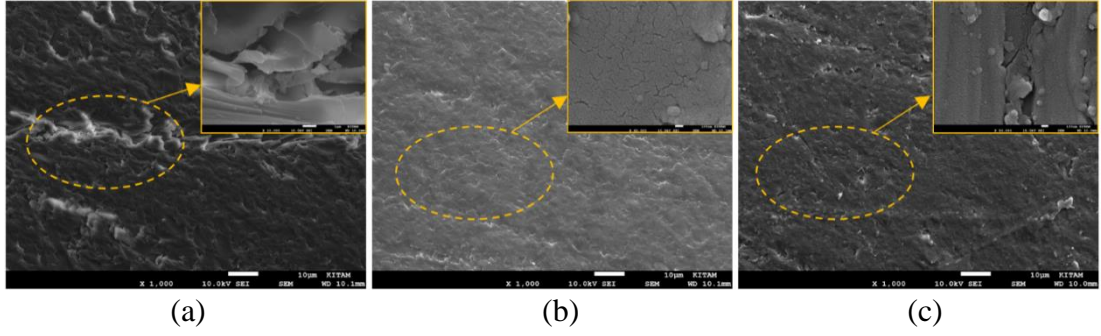
gerçekleştirerek kütle değişiminde doğrusal bir artış göstermişlerdir. Devam eden süreçte kompozit numunelerin sıvı emilimi yavaşlayarak yaklaşık 25 gün sonunda doygunluk durumuna ulaşmışlardır. Doygunluk durumunda katkısız, BN ve B₄C katkılı kompozitlerin kütle değişimleri sırasıyla %2.98, %2.26 ve %2.48 oranlarında elde edilmiştir. Devam eden sürede az miktarda sıvı emiliminin devam ettiği gözlemlenmiştir.

Sıvı molekülleri epoksi polimer zincir yapısına nüfuz ederek yayılmaktadırlar (Padarthy vd., 2021). Epoksi matris içerisindeki serbest hacim olarak adlandırılan boşluklar sayesinde sıvı emilimi hızlı bir şekilde gerçekleşmektedir. Kompozitlerin gerçekleştirdiği yüksek orandaki sıvı emiliminin bir diğer nedeni ise maruz bırakıldığı ortamın sıcaklığıdır. Ortam sıcaklığının yüksek olması hem sıvı moleküllerinin hareketliliği arttırmakta hem de matris tarafından emilen sıvı miktarının artışına sebep olmaktadır (Starkova vd., 2013). Ayrıca, polimerlerin ve sıvı moleküllerinin polarlığı farklı ise sıvı emilimi belli bir süre sonunda dengeye ulaşmaktadır (Padarthy vd., 2021).

Polimerlerde sıvı emilimi esas olarak serbest sıvı ve bağlı sıvı olmak üzere iki farklı şekilde meydana gelmektedir. Serbest sıvı halinde sıvı molekülleri polimerin serbest hacmini doldurarak epoksinin serbest hacmini işgal etmektedir. Bunun sonucunda polimer zincir yapısı bozunmaya uğramakta ve plastikleşme gerçekleşmektedir (Toscano vd., 2016). Ancak sıvı hali hazırda mevcut olan serbest hacmi doldurduğu için matriste şişme yaşanmamaktadır. Bağlı sıvı halinde ise su molekülleri ve polimer zincirleri arasında tekli veya çoklu hidrojen bağları oluşmakta ve epoksi matriste şişme gerçekleşmektedir.

Epoksi matriste sıvı difüzyonunun gerçekleşmesi polimer zincirleri arasında bulunan Van der Waals bağlarının hasara uğramasına neden olmaktadır. Bunun sonucunda ise polimer zincirlerin segmental hareketliliğinde artış yaşanmaktadır. (Chiang ve Fernandez-Garcia, 2003; Galvez vd., 2019; Nguyen vd., 2012).

Epoksinin sıvı emmesi matris içerisinde deformasyonlara, çatlakların ve boşlukların meydana gelmesine neden olmaktadır. Oluşan bu çatlaklar ise sıvının matris içerisine difüzyonu için yeni yollar oluşturarak sıvı emilim oranını arttırmaktadır. Şekil 4.2(a)'da verilen SEM görüntüleri incelendiğinde, katkısız epoksi matris içerisinde meydana gelen hasarlar açıkça görülmektedir.



Şekil 4. 2. Saf su ortamında şartlandırılan kompozitlerin SEM görüntüleri (a) Katkısız, (b) BN katkılı, (c) B₄C katkılı

Şekil 4.1’de verilmiş olan BN ve B₄C nanopartikül katkılı kompozitlerin kütle değişim grafiği incelendiğinde ise, partikül katkısının etkisiyle numunelerde daha az oranda sıvı emilimi gerçekleştiği görülmektedir. Bu durum nanopartiküllerin epoksi matris içerisinde bulunan serbest hacmi doldurması ve sıvının difüzyon yolları üzerinde bariyer görevi üstlenmesinden kaynaklanmaktadır. Ayrıca bor nanopartiküllerinin silan ile fonksiyonelleştirilmesi sonucunda partiküller sıvı geçirmez bir film gibi davranarak sıvı emiliminin azalmasına sebep olmuştur (Ramdani vd., 2016). Şekil 4.2(b) ve Şekil 4.2(c)’de verilen BN ve B₄C nanopartikülleri katkılı kompozitlerin SEM görüntüleri incelendiğinde, katkısız kompozite kıyasla daha az miktarda sıvı emilimi gerçekleştiren bor nanopartikülleri katkılı kompozitlerin yapısında daha az hasar meydana geldiği görülmektedir. Her iki bor nanopartikülleri katkılı kompozitte de daha küçük mikro çatlaklar ve küçük çaptaki mikro gözenekler oluştuğu gözlemlenmiştir. Ayrıca kütle değişim testlerinden BN nanopartikülünün sıvı emilimini engellemede B₄C nanopartikülüne kıyasla daha başarılı olduğu gözlemlenmiştir. Epoksi matris içerisindeki nanopartiküllerin boyutu, yüzey alanı ve hidrofilik özellikleri sıvı emme kapasitelerini doğrudan etkilemektedir. Her iki bor nanopartikülünün farklı boyut ve özelliklerde olması nedeniyle kompozit içerisine sıvı emiliminde farklılıklar yaşanmıştır.

Katkısız, BN ve B₄C katkılı epoksi kompozitlerin difüzyon katsayıları Eşitlik 3.1’e göre hesaplanarak Tablo 4.1’de verilmiştir.

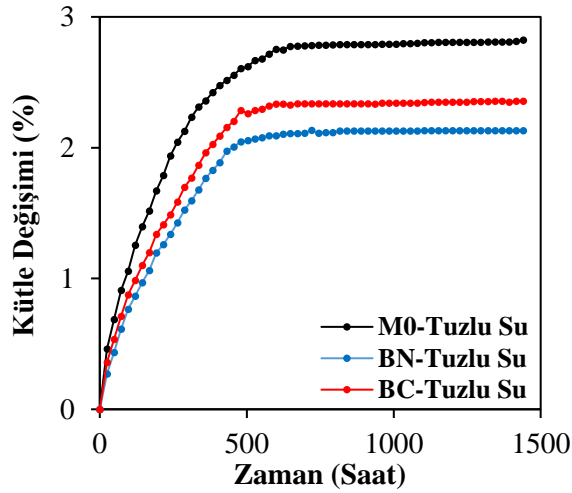
Tablo 4. 1. Saf su ortamında kompozitlerin sıvı emilim yüzdeleri ve difüzyon katsayıları

Nanopartikül	M _∞ (%)	D (m ² /s)
Katkısız	2.98	9.085x10 ⁻¹³
%2 BN	2.26	6.073x10 ⁻¹³
%2 B ₄ C	2.48	8.328x10 ⁻¹³

Kompozitlerin difüzyon katsayıları Tablo 4.1’de verildiği şekilde, katkısız epoksi kompozit için $9.085 \times 10^{-13} \text{ m}^2/\text{s}$ olarak belirlenirken, fonksiyonelleştirilmiş BN ve B_4C nanopartikülleri katkılı kompozitlerin difüzyon katsayıları ise sırasıyla $6.073 \times 10^{-13} \text{ m}^2/\text{s}$ ve $8.328 \times 10^{-13} \text{ m}^2/\text{s}$ olarak belirlenmiştir. Epoksi matrisin difüzyon yolları üzerinde bulunan BN ve B_4C nanopartikülleri sıvı moleküllerinin difüzyon mesafesini uzatarak matris içerisine fazla sıvının difüzyonuna engel olmuştur. Bu sayede BN ve B_4C katkılı kompozitlerde katkısız kompozite kıyasla daha düşük difüzyon katsayıları elde edilmiştir.

4.1.2. Tuzlu Su Ortamında Kompozitlerin Kütle Değişimi Sonuçları

40°C sıcaklıkta kütlece %10 oranında NaCl içeren tuzlu su ortamına maruz bırakılan katkısız, silan ile fonksiyonelleştirilmiş BN ve B_4C katkılı epoksi kompozitlerin kütle değişim grafiği Şekil 4.3’de verilmiştir.

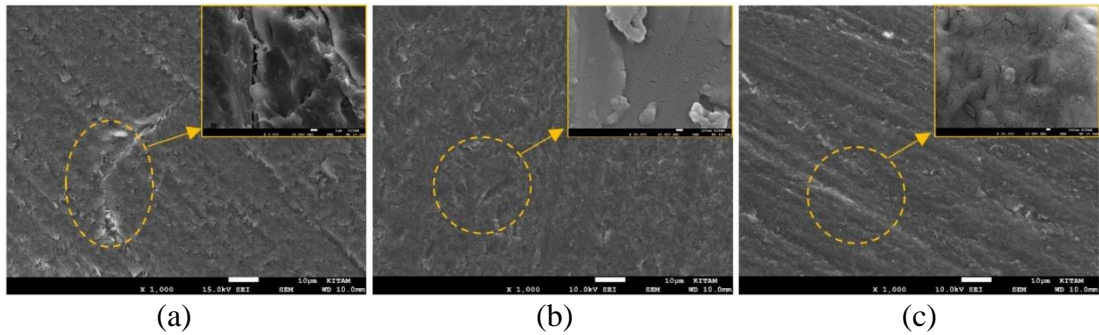


Şekil 4. 3. Tuzlu su ortamında şartlandırılan katkısız, BN ve B_4C katkılı kompozitlerin kütle değişim grafiği

Tuzlu su ortamında şartlandırılan epoksi kompozitlerin kütle değişim grafiği incelendiğinde, kütle değişimi şartlandırmanın ilk aşamasında doğrusal bir eğri halinde gerçekleşirken devam eden sürede sıvı emilimi yavaşladığı gözlemlenmiştir. Son aşamada ise kütle değişim eğrisinin eğimi azalarak yaklaşık 34 gün sonunda epoksi kompozit numuneler doygunluk durumuna ulaşmışlardır. Devam eden sürede düşük miktarda sıvı emilimi gerçekleşmeye devam etmiştir. Bu süreç boyunca katkısız, BN ve B_4C katkılı epoksi kompozitler sırasıyla %2.82, %2.13 ve %2.35 oranlarında tuzlu su içeriği ile doygunluk durumuna ulaşmışlardır.

Elde edilen sonuçlar incelendiğinde, saf su ortamına kıyasla, tuzlu su ortamında daha az düşük sıvı emilimi gerçekleştiği görülmektedir. Bu durum literatürde ters osmoz mekanizması ile açıklanmaktadır. Epoksi matris sıvı emilimi gerçekleştirdiği sırada emilen sıvının içerisinde bulunan maddeleri çözebilmek amacıyla elektrolit üretmektedir. Epoksi ürettiği elektroliti seyreltebilmek amacıyla osmoz olarak isimlendirilen mekanizma sayesinde sıvı emilimini gerçekleştirmeye devam ettirmektedir. Ancak devam eden sürede epoksi matris içerisinde biriken tuz içeriğinin elektrolitten fazla olması durumunda, epoksi aradaki konsantrasyon farkını dengeleyebilmek amacıyla emilen sıvının bir kısmını dışarıya atmaktadır. Bu mekanizma ise ters osmoz olarak isimlendirilmektedir (Al-Harhi vd., 2004). Bu konuyla ilgili bir diğer yaklaşım ise tuzlu su ortamındaki tuz iyonlarının sıvı emilim sürecini olumsuz etkilemesi nedeniyle tuzlu su ortamında sıvı emilimi daha az oranda gerçekleşmesidir. (Aslan vd., 2021). Ayrıca tuzlu su ortamında sıvı emilim sürecinin saf su ortamına kıyasla daha uzun sürede tamamlanması çözülmemiş NaCl varlığının sıvı emilim süreci yavaşlatmasından kaynaklanmaktadır (Ladhari vd., 2010).

Tuzlu su ortamının epoksi matris üzerindeki yapısal etkisi ise saf su ortamına benzerdir. Epoksinin sıvı emilimi gerçekleştirdiği durumda matris içerisinde meydana gelen yapısal deformasyonlar malzemenin bir çok özelliğine hasar vermektedir. Şekil 4.4(a)'da verilen katkısız kompozitin SEM görüntüsü incelendiğinde tuzlu suyun matris içerisinde çatlaklar ve boşlukların oluşumuna sebebiyet verdiği görülmektedir.



Şekil 4. 4. Tuzlu su ortamında şartlandırılan kompozitlerin SEM görüntüleri (a) katkısız, (b) BN katkılı, (c) B₄C katkılı

Fonksiyonelleştirilmiş BN ve B₄C katkılı kompozitlerde saf su ortamına benzer şekilde daha az oranda sıvı emilimi gerçekleşmiştir. Bor nanopartikülleri katkılı kompozitlerde elde edilen düşük sıvı içeriği, BN ve B₄C nanopartiküllerinin hidrofobik doğaları ve epoksi matris içerisinde sıvı moleküllerine karşı gösterdikleri bariyer görevlerinden kaynaklanmaktadır. Ayrıca BN katkılı epoksi kompozitin B₄C

katkılı kompozite kıyasla daha az miktarda sıvı içeriğine sahip olması, BN nanopartikülünün tuzlu su ortamında da sıvı emilimini engellemede B₄C nanopartikülüne kıyasla daha üstün bir davranış göstermesinin bir sonucudur. Şekil 4.4(b) ve 4.4(c)'de verilmiş olan BN ve B₄C nanopartikülleri katkılı kompozitlerin SEM görüntüleri incelendiğinde ve katkısız kompozit ile kıyaslandığında düşük miktarda gerçekleşen sıvı emiliminin sonuçları görülmektedir. Bor nanopartikülleri katkılı epoksi matriste daha küçük mikro çatlakların olduğu gözlemlenmiştir.

BN ve B₄C nanopartikülleri katkılı ve katkısız epoksi kompozitlerin difüzyon katsayıları Eşitlik 3.1'e göre hesaplanarak Tablo 4.2'de verilmiştir.

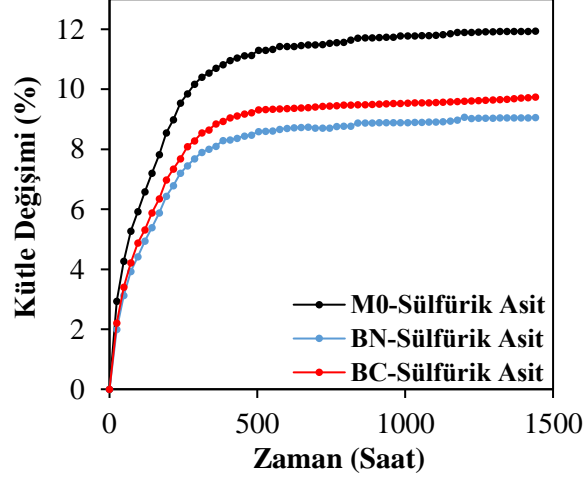
Tablo 4. 2. Tuzlu su ortamında kompozitlerin sıvı emilim yüzdeleri ve difüzyon katsayıları

Nanopartikül	M _∞ (%)	D (m ² /s)
Katkısız	2,82	6.209x10 ⁻¹³
%2 BN	2,13	3.748x10 ⁻¹³
%2 B ₄ C	2,35	5.389x10 ⁻¹³

Kompozitlerin Tablo 4.2'de verilen difüzyon katsayıları incelendiğinde Şekil 4.3'de verilen kütle değişim grafiği ile uyumlu olduğu gözlemlenmiştir. En yüksek difüzyon katsayısı en fazla sıvı emilimine sahip olan katkısız kompozitte elde edilirken, en düşük difüzyon katsayısı ise en az sıvı emilimi gerçekleştiren BN katkılı kompozitte gözlemlenmiştir. Saf su ortamı ile kıyaslandığında ise tuzlu su ortamında gerçekleşen daha düşük miktardaki sıvı emiliminin bir sonucu olarak daha düşük difüzyon katsayıları elde edilmiştir.

4.1.3. Sülfürik Asit Ortamında Kompozitlerin Kütle Değişimi Sonuçları

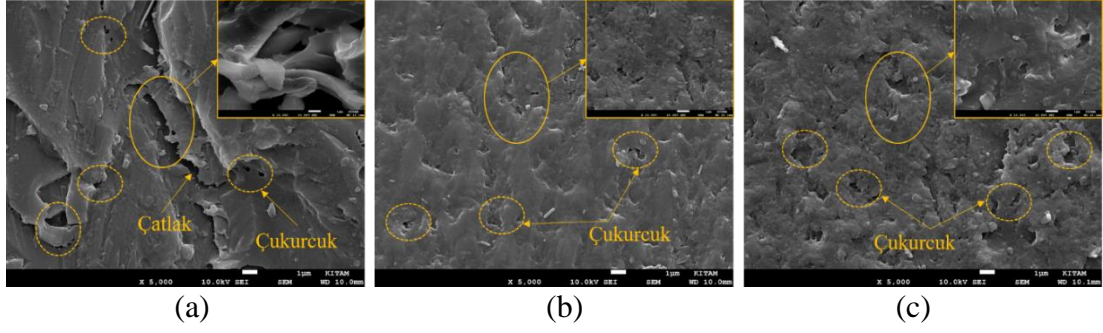
Kütlece %10 oranında sülfürik asit (H₂SO₄) çözeltisine 40°C sıcaklıkta maruz bırakılan katkısız ve silan ile fonksiyonelleştirilmiş BN ve B₄C katkılı epoksi kompozitlerin kütle değişim grafikleri Şekil 4.5'de verilmiştir. Sülfürik asit çözeltisine maruz bırakılan kompozitler, saf su ve tuzlu su ortamlarındaki davranışlarına benzer şekilde şartlandırmanın ilk aşamasında hızlı ve yüksek miktarda sıvı emilimi gerçekleştirmiştir. Devam eden sürede kompozitler denge durumuna yaklaşması ile sıvı emilimi yavaşlamış ve yaklaşık 20 gün sonunda doygunluk durumuna ulaşmışlardır. Katkısız, BN ve B₄C nanopartikülleri katkılı epoksi kompozitler sırasıyla %11.94, %9.06 ve %9.71 sıvı içeriği ile doygunluk durumuna ulaşmışlardır. Şartlandırmanın devam eden kısmında ise düşük miktarda sıvı emilimi gerçekleşmeye devam etmiştir.



Şekil 4. 5. Sülfürik asit çözeltisi ortamında şartlandırılan katkısız, BN ve B₄C katkılı kompozitlerin kütle değişim grafiği

Epoksi ağ yapısında bulunan ester bağlarının, doymamış yapıların veya çapraz bağların, sülfürik asit çözeltisinin sahip olduğu iyonlar ile etkileşimi sonucunda sıvı emiliminde artış yaşanmaktadır (Padarthi vd., 2021; Tsuda, 2007). Bunun yanı sıra ortam sıcaklığının sıvı moleküllerinin hareketliliğini arttırması sonucunda da sıvı emilimi yüksek oranda gerçekleşmektedir. Epoksi matris sülfürik asit çözeltisi ile etkileşime girdiğinde su ve asit iyonlarının bileşik saldırısına uğrayarak yüksek oranda etkilenmektedir. Söz konusu bileşik saldırı epoksi matrisin şişmesine, tahrip olmasına ve içerisinde çukurcukların oluşmasına neden olmaktadır (Amaro vd., 2013).

Katkısız kompozitin Şekil 4.6(a)'da verilen SEM görüntüsü incelendiğinde matrisin büyük ölçüde hasara uğradığı görülmektedir. Epoksidede oluşan hasarların ve yüksek sıcaklığın sıvı emilimini tetiklemesi sonucunda, saf su ve tuzlu su ortamlarına kıyasla, daha fazla miktarda sıvı emilimi gerçekleşmiş ve kompozitler daha kısa sürede doygunluk durumuna ulaşmışlardır. Bor nanopartiküllerinin hidrofobik doğası ve sıvı emilimini engelleyici özellikleri sayesinde ise saf su ve tuzlu su ortamlarına benzer şekilde BN ve B₄C katkılı kompozitlerin sıvı emilimi katkısız kompozit ile kıyaslandığında daha az oranda elde edilmiştir. Şekil 4.6(b) ve Şekil 4.6(c)'de verilen BN ve B₄C katkılı kompozitlerin SEM görüntüleri incelendiğinde bu fark açıkça görülmektedir. Daha az miktarda sülfürik asit çözelti emilimi kompozit yapının daha az oranda hasara uğramasına sebep olmuştur.



Şekil 4. 6. Sülfürik asit ortamında şartlandırılan kompozitlerin SEM görüntüleri (a) katkısız, (b) BN katkılı, (c) B₄C katkılı

Bor nanopartikülleri katkılı epoksi kompozitlerde daha küçük boyutta çukureuklar ve mikro çatlakların oluşumu gözlemlenmiştir. Sülfürik asit ortamında B₄C katkılı kompozitin sıvı emilimini engellemede BN katkılı kompozite yakın bir davranış sergilediği görülmektedir. Saf su ve tuzlu su ortamlarına kıyasla daha yakın sıvı emilimi davranışı gösteren B₄C nanopartikülleri katkılı kompozitin bu davranışı B₄C nanopartikülünün asit ve alkali ile reaksiyona girmeme özelliğinin bir sonucudur.

Sülfürik asit ortamına maruz bırakılan BN ve B₄C nanopartikül katkılı ve katkısız epoksi kompozitlerin difüzyon katsayıları Eşitlik 3.1'e göre hesaplanarak Tablo 4.3'de verilmiştir.

Tablo 4. 3. Sülfürik asit ortamında kompozitlerin sıvı emilim yüzdeleri ve difüzyon katsayıları

Nanopartikül	M _∞ (%)	D (m ² /s)
Katkısız	11.94	1.412x10 ⁻¹²
%2 BN	9.06	1.131x10 ⁻¹²
%2 B ₄ C	9.71	1.197x10 ⁻¹²

Tablo 4.3'de verilen olan difüzyon katsayıları göz önüne alındığında, katkısız epoksi kompozitin yüksek sıvı emilimi ile orantılı olarak difüzyon katsayısı 1.412x10⁻¹² m²/s olarak elde edilmiştir. BN katkılı kompozit için bu değer 1.131x10⁻¹² ve B₄C katkılı kompozit için ise 1.197x10⁻¹² olarak elde edilmiştir. Söz konusu durumda, BN ve B₄C nanopartiküllerinin varlığında, epoksi matrisin sıvı emilim miktarının azalmasının bir sonucu olarak bor nanopartikülleri katkılı kompozitlerin difüzyon katsayıları daha düşük değerlerde elde edilmiştir. Saf su ve tuzlu su ortamları ile kıyaslandığında ise sülfürik asit çözeltisine maruz bırakılan epoksi kompozitlerin difüzyon katsayılarında daha yüksek oranda sıvı emilmesi nedeniyle daha yüksek değerlerde difüzyon katsayıları elde edilmiştir.

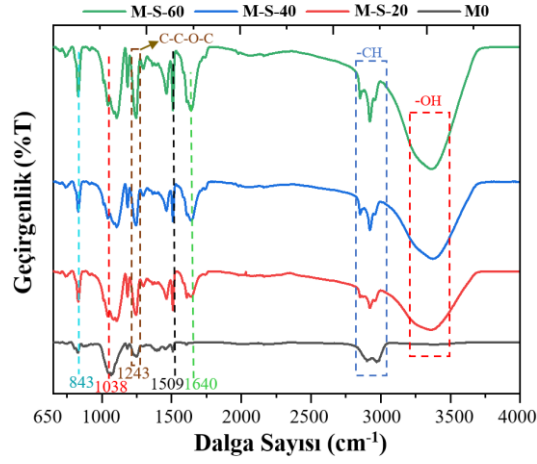
4.2. Kompozitlerin Fourier Dönüştürümlü Kızılötesi (FT-IR) Spektroskopisi Analizi Sonuçları

Katkısız ve silan ile fonksiyonelleştirilmiş BN ve B₄C katkılı kompozitlerin üç farklı zaman (20, 40 ve 60 gün) ve üç farklı ortama (Saf su, tuzlu su, sülfürik asit çözeltisi) maruz bırakılması neticesinde elde edilen FT-IR spektrumları maruz bırakıldıkları ortamlara bağlı olarak aşağıda başlıklar halinde verilmiştir.

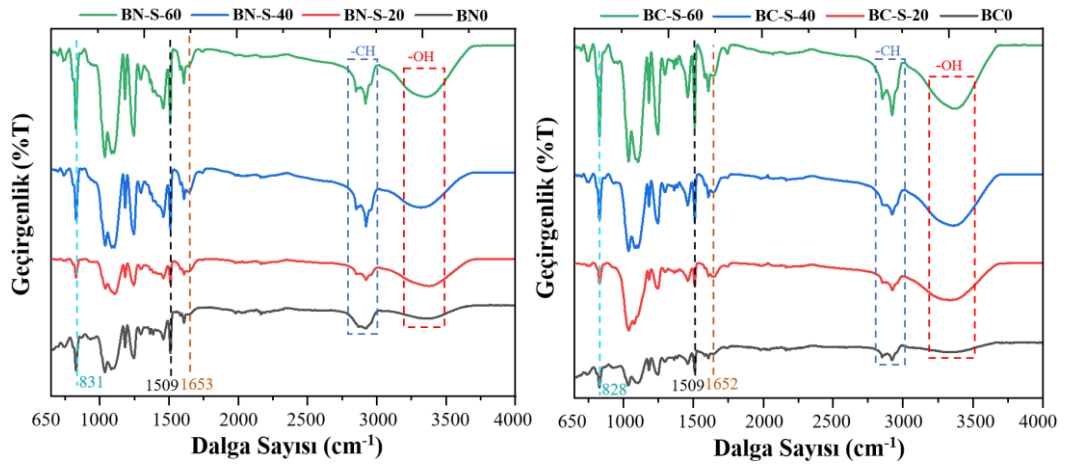
4.2.1. Saf Su Ortamında Kompozitlerin FT-IR Analizi Sonuçları

40°C'de saf su ortamında 20, 40 ve 60 gün boyunca şartlandırılmış ve şartlandırılmamış katkısız, BN ve B₄C nanopartikülleri katkılı kompozitlerin FT-IR spektrumları Şekil 4.7'de gösterilmektedir.

FT-IR spektrumlarında şartlandırmanın etkisini gözlemleyebilmek için alkil grupları (-CH₃, -CH₂ gerilmesi), karbonil grupları (C=O), p-fenilen grupları, hidroksil (-OH) ve amin (-NH) grupları incelenmektedir. Sıvı emilimi derecesi -OH ve -NH gruplarının gerilmesine karşılık gelen 3000-3600 cm⁻¹ dalga sayısı aralığındaki pik şiddetlerinden belirlenmektedir (Jojibabu vd., 2017). Matrisin su emilimi gerçekleştirilmesi sonucunda yapı içerisindeki ester bağları hidrolize uğramaktadır. Hidrolize uğrayan polimer zincirleri kesilerek hidroksil ve karbonil grupları olmak üzere iki yeni grup oluşturmaktadır. Bu nedenle toplam hidroksil (-OH) gruplarında artış yaşanırken, ester bağlarında azalma yaşanmaktadır (Lin vd., 2006). Şekil 4.7(a)'da verilen katkısız epoksi kompozitin FT-IR spektrumları incelendiğinde, 3400 cm⁻¹ dalga sayısı civarında gözlemlenen ve hidroksil grubunun göstergesi olan pik şiddetinde azalma yaşanırken 1742 cm⁻¹ dalga sayısında gözlemlenen ester bağlarının pik şiddetinde artış yaşanmıştır. Bu durum su moleküllerinin epoksi ağ yapısına nüfuz ederken hidroksil grubu oluşumuna sebep olduğunu göstermektedir (Jojibabu vd., 2017; Lin vd., 2006). Artan şartlandırma süresi ile 1640 cm⁻¹ dalga sayısı civarında gözlemlenen C=O karakteristik grubunun pik şiddeti azalırken, 2925 cm⁻¹ dalga sayısındaki C-H grubunun pik şiddeti artmıştır. Bu durum metil ve metilen gruplarının içerdiği C-H grubunun oksitlenmesi sonucu doymuş aldehit, keton, ester veya asitin oluşumunun sonucudur (Fan ve Li, 2014; González vd., 2012; Lin vd., 2006). Elde edilen sonuçlar epoksi matrisin şartlandırma sonucunda bozunmaya uğradığını işaret etmektedir.



(a)



(b)

(c)

Şekil 4. 7. Saf su ortamında şartlandırılan epoksi kompozitlerin FT-IR spektrumları (a) katkısız, (b) BN katkılı, (c) B₄C katkılı

910 cm^{-1} dalga sayısında gözlemlenen pik şiddetindeki artış yaşlandırmanın ilerledikçe epoksit halkasının (C-O-C) açıldığını ifade etmektedir (Fan ve Li, 2014). Ancak pik şiddetinin zayıf olması nedeniyle 910 cm^{-1} dalga sayısındaki pikte yaşanan değişim çok net gözlemlenmemektedir. 843 cm^{-1} dalga sayısında gözlemlenen pik (p-fenilen grupları) kürleşmemiş epoksi gruplarının varlığını göstermektedir. Artan şartlandırma süresi ile bu pikin şiddetinde belirgin bir azalma gözlemlenmiştir. 1178 cm^{-1} dalga sayısındaki pik, iki p-fenilen grubu arasındaki köprü karbon atomunun C-C gerilmesini göstermektedir (Lin vd., 2006). 1509 cm^{-1} dalga sayısında gözlemlenen ve artan şartlandırma süresi ile şiddetlerinde azalma gözlemlenen pik aromatik halkaların C-C bağı göstermektedir. Şartlandırma süresinin artışına bağlı olarak 1243 cm^{-1} (C-C-O-C alkil ve aril simetrik gerilme) ve 1038 cm^{-1} dalga sayılarındaki (C-O-C di alkil eter gerilme) pik şiddetlerinde azalma gözlemlenmiştir (Aslan vd., 2021).

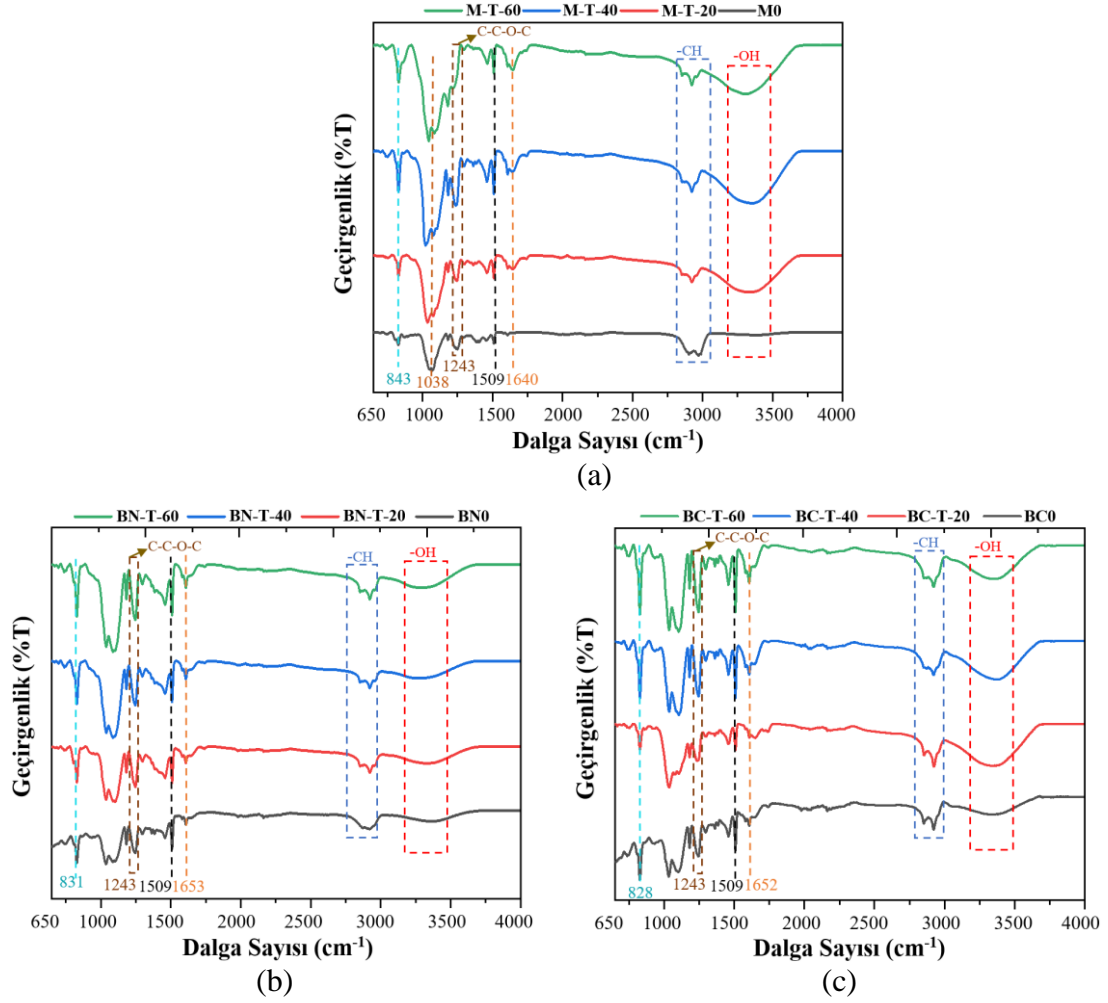
Şekil 4.7(b) ve 4.7(c)'de verilen BN ve B₄C katkılı kompozitlerin FT-IR spektrumları incelendiğinde yeni bir pik oluşumu gözlemlenmemiştir. BN ve B₄C katkılı kompozitlerin hidroksil grubunun pik şiddetinde artan şartlandırma süresi ile azalma yaşandığı gözlemlenmiştir. Ancak bor nanopartikülleri katkılı kompozitlerin eşdeğer spektrumları katkısız kompozit ile kıyaslandığında bor nanopartikülleri katkısı ile su emiliminin ve dolayısıyla hidroksil gruplarının azaldığı gözlemlenmiştir. Bu sonuç kütle değişimi sonuçları ile birbirini desteklemektedir. BN ve B₄C katkılı epoksi kompozitlerin spektrumları birbirleri ile karşılaştırıldığında ise B₄C nanopartikülünün su ortamına daha duyarlı olduğu gözlemlenmektedir. Ayrıca katkısız kompozitte 843 cm⁻¹ dalga sayısında gözlemlenen ve kürleşmemiş epoksi gruplarının varlığına işaret eden pik, BN ve B₄C katkılı kompozitlerde sırasıyla 831 cm⁻¹ ve 828 cm⁻¹ dalga sayılarında gözlemlenmiştir. Katkısız kompozitte 1640 cm⁻¹ civarında gözlemlenen ve C=O karakteristik grubuna işaret eden pik ise, BN ve B₄C katkılı kompozitlerde yüksek enerjili bölgeye kayarak sırasıyla 1653 ve 1652 cm⁻¹ dalga sayılarında gözlemlenmiştir. Ayrıca, her iki bor nanopartikülleri katkılı kompozitte de 910 cm⁻¹ dalga sayısındaki pikin yüksek enerjili bölgeye kaydığı gözlemlenmiştir.

4.2.2. Tuzlu Su Ortamında Kompozitlerin FT-IR Analizi Sonuçları

Şekil 4.8'de, 40°C'de kütlece %10 NaCl içeren tuzlu su ortamında 20, 40 ve 60 gün boyunca şartlandırılmış ve şartlandırılmamış katkısız, BN ve B₄C katkılı kompozitlerin FT-IR spektrumları gösterilmektedir.

Şekil 4.8(a)'da verilen tuzlu su ortamına maruz bırakılan katkısız kompozitlerin FT-IR spektrumları saf su ortamına bırakılan eşdeğer numunelerin FT-IR spektrumlarıyla kıyaslandığında bazı farklılıklar olduğu görülmektedir. Saf su ortamında şartlandırılan numunelere benzer şekilde deniz suyu ortamında da hidroksil grubunun pik şiddetlerinde artan şartlandırma süresi ile azalma meydana geldiği gözlemlenmiştir. Tuzlu su ortamındaki sıvı emiliminin saf su ortamına kıyasla daha az oranda gerçekleşmesi nedeniyle, 1509, 1243 ve 843 cm⁻¹ dalga sayılarında gözlemlenen piklerin şiddetlerinde saf su ortamına kıyasla artış meydana geldiği görülmüştür. 843 cm⁻¹ dalga sayısında gözlemlenen pikin aromatik halkalardaki hidrojen bağ kuvvetinin artması sonucu yüksek enerjili bölgeye doğru kaydığı gözlemlenmiştir (Aslan vd., 2021). Ayrıca 1243 cm⁻¹ dalga sayısında gözlemlenen pikte artan şartlandırma süresi ile düşük enerjili bölgeye kaymalar meydana gelmiştir. Benzer şekilde, saf su ortamında da yaklaşık 1640 cm⁻¹ dalga sayısı civarında

gözlemlenen C=O pikinin tuzlu su ortamının etkisi sonucu yüksek enerjili bölgeye kayma gözlemlenmiştir. 1038 cm^{-1} dalga sayısında gözlemlenen eterik bağların (C-O-C) bozulmaya uğraması sebebiyle artan şartlandırma süresiyle pik şiddetlerinde artış yaşanmıştır. Eterik bağlarının bozulması sonucunda hidroksil gruplarında artış meydana gelmiştir (Golru vd., 2014; Ramezanzadeh ve Attar, 2011).



Şekil 4. 8. Tuzlu su ortamında şartlandırılan epoksi kompozitlerin FT-IR spektrumları (a) Katkısız, (b) BN katkılı, (c) B₄C katkılı

Şekil 4.8(b) ve 4.8(c)'de verilen tuzlu su ortamında şartlandırılan ağırlıkça %2 oranında BN ve B₄C katkılı epoksi kompozitlerin FT-IR spektrumları saf su ortamındaki eş değer FT-IR spektrumları ile kıyaslandığında birkaç farklılık gözlemlenmiştir. Saf su ortamına benzer şekilde tuzlu su ortamında bor nanopartiküllerinin epoksi matrise katkısı sonucunda sıvı emiliminde azalma meydana gelmiştir. Ancak saf su ortamındaki eşdeğer spektrumlar ile kıyaslandığında, hidroksil grubu pik şiddetindeki artışın tuzlu su ortamında daha fazla olduğu görülmüştür. Şartlandırılmamış numunede 1509 cm^{-1} dalga sayısında gözlemlenen pikinin şiddetinde

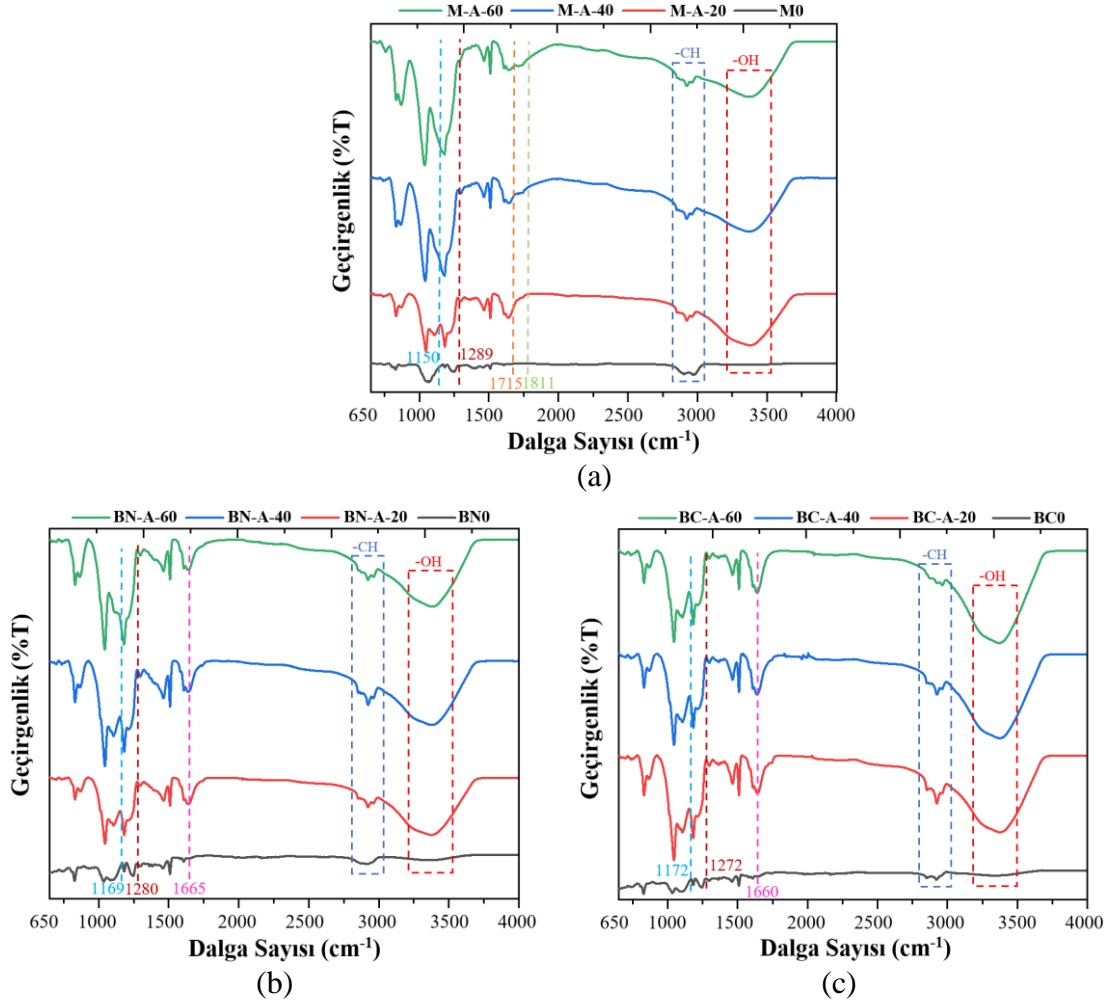
şartlandırma sonucunda artış meydana gelmiştir. BN ve B₄C katkılı epoksi kompozitlerde 1243 cm⁻¹ dalga sayısında gözlemlenen C-C-O-C alkil ve aril simetrik gerilme piklerinde az miktarda kayma gözlemlenmiştir. Benzer kaymalar BN ve B₄C katkılı kompozitlerde sırasıyla 831 ve 828 cm⁻¹ dalga sayılarında gözlemlenen ve kürleşmemiş epoksi gruplarının varlığını temsil eden piklerde de meydana gelmiştir.

4.2.3. Sülfürik Asit Ortamında Kompozitlerin FT-IR Analizi Sonuçları

40°C sülfürik asit ortamında 20, 40 ve 60 günlük sürelerde şartlandırılmış ve şartlandırılmamış katkısız, BN ve B₄C katkılı epoksi kompozitlerin FT-IR spektrumları Şekil 4.9’da gösterilmektedir.

Sülfürik asit ortamına maruz bırakılan katkısız kompozitlerin FT-IR spektrumları incelendiğinde hidroksil gruplarının (-OH) bulunduğu dalga sayısı aralığındaki (3000-3600 cm⁻¹) pikin şiddetinde azalma meydana geldiği görülmektedir. Ayrıca şartlandırma süresinin artışıyla -OH gruplarında yüksek enerjili bölgeye doğru kaymalar gözlemlenmiştir. 2920 cm⁻¹ dalga sayısı civarında gözlemlenen -CH bağlarına ait pikin şiddetinde artan şartlanma süresi ile düşük enerjili bölgeye doğru kaymalar meydana gelmiştir. Sülfürik asit çözeltisi bu yapıları tahrip ederek bağ kuvvetlerinde zayıflamaya sebep olmuştur. 1705-1811 cm⁻¹ dalga sayısı aralığındaki şartlandırma sonucu ortaya çıkan pikin şiddetinde artan şartlandırma süresi ile birlikte azalma yaşandığı gözlemlenmiştir. Bu pik sülfürik asitin konsantrasyonu ile ilişkilidir ve karbonil grubunun oluşumunu göstermektedir (Kotnarowska, 2010). 1640 cm⁻¹ dalga sayısı civarında bulunan C=O karbonil piki epoksinin kürleşme işlemi sırasında meydana gelen deformasyona işaret etmektedir ve artan şartlandırma süresi ile birlikte bu pikte düşük enerjili bölgeye kayma gözlemlenmiştir. Şartlandırma sonucu 1658 cm⁻¹ dalga sayısı civarında gözlemlenen pik sülfürik asit çözeltisinin aromatik φ -C=C gerilme deformasyonuna sebep olduğuna işaret etmektedir (Padartha vd., 2021). SO grubunu işaret eden bağlar 1150-1289 cm⁻¹ dalga sayısı aralığında gözlemlenmiştir (Aslan vd., 2021). Artan şartlandırma süresi ile birlikte SO grubunun pik şiddetinde yaşanan değişiklik SO bağlarının yoğunluğunun artışından kaynaklanmaktadır. Sülfürik asitte bulunan kükürt elementinin varlığı 1171 cm⁻¹ dalga sayısında yer alan pikte gözlemlenmiştir. 1171 cm⁻¹ dalga sayısında gözlemlenen bu pik sülfürik asitin epoksi yapısına nüfuz ettiğini

göstermektedir. Ayrıca, 1078 cm^{-1} dalga boyunda gözlemlenen pik polimer zincirdeki O=S=O bağlarının simetrik ve asimetrik titreşimlerinin göstergesidir.



Şekil 4. 9. Sülfürik asit ortamında şartlandırılan epoksi kompozitlerin FT-IR spektrumları (a) Katkısız, (b) BN katkılı, (c) B₄C katkılı

4.3. Kompozitlerin Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Analizi Sonuçları

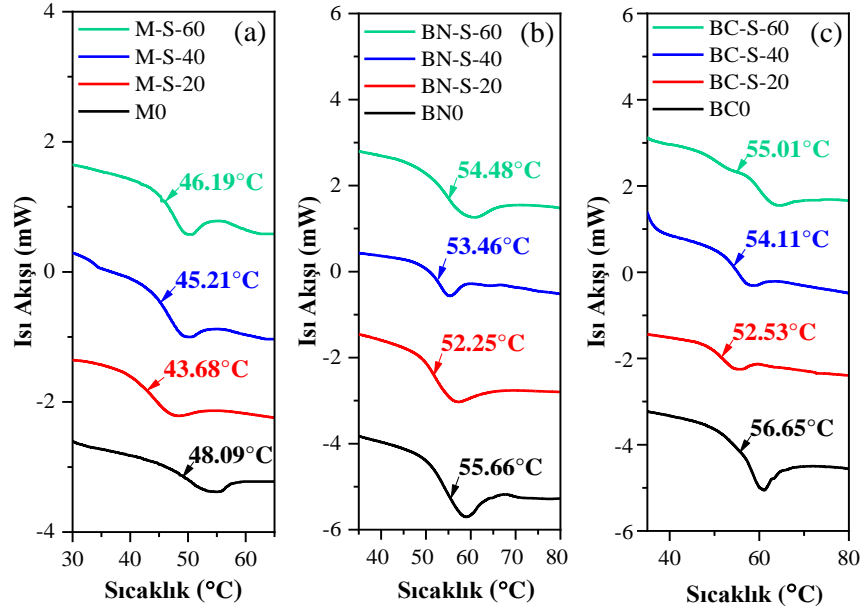
Camsı geçiş sıcaklığı (T_g) ısı ile sertleştirilen polimerlerin sert olan “camsı” halden daha esnek bir hal olan “kauçuksu” duruma geçtiği sıcaklıktır. Polimer zincir hareketliliğine bağlı olarak T_g değişkenlik göstermektedir. T_g değerinin üzerine çıktığı sıcaklıklarda malzemenin zincir hareketliliği artmaktadır (Michel, 2020). Polimer bir malzemenin çapraz bağ yoğunluğu ne kadar az olursa kauçuksu hale geçebilmesi için o kadar az miktarda termal enerjiye ihtiyaç duyulmaktadır. Epoksi esaslı malzemelerin T_g değeri kullanım koşullarının belirlenebilmesi için oldukça önemli bir parametredir (Blackburn vd., 2015; Zhou ve Lucas, 1999b).

Polimer malzemeler camsı geçiş sıcaklığının altındaki veya civarındaki sıcaklıktaki ortamlara maruz kaldığında fiziksel yaşlanmaya uğramaktadır. Fiziksel yaşlanmaya uğrayan polimerlerin genellikle kütlelerinde artış, serbest hacminde azalma ve plastikleşme yaşanmaktadır. Nemli ortamlara maruz kalan polimerlerin T_g değerinde yaşanan azalma malzemenin plastikleşme davranışı ile doğrudan ilişkilidir. Ancak fiziksel yaşlanmaya uğrayan polimerler daha sonra T_g sıcaklığının üzerine ısıtılması ile tekrar eski haline dönebilmektedir (Elkebir, 2020; Zhao ve Li, 2008). Kimyasal yaşlanmaya uğrayan polimerlerde zincir yapısında çapraz bağlanma veya zincir kesilmesi gibi sonrasında geri dönüşü olmayan sonuçlar yaşanmaktadır (Odegard ve Bandyopadhyay, 2011). Bahsedilen bu yaşlanmalara uğrayan polimerlerin T_g değerinde meydana gelebilecek değişiklikleri incelemek amacıyla, 40°C sıcaklıktaki üç farklı ortamda (saf su, tuzlu su, ve sülfürik asit) şartlandırılan kompozitlerin DSC analizi gerçekleştirilmiş ve T_g değerinde yaşanan değişimler incelenmiştir. Elde edilen sonuçlar aşağıda ortamlara bağlı olarak başlıklar halinde verilmiştir.

4.3.1. Saf Su Ortamında Kompozitlerin DSC Analizi Sonuçları

Katkısız ve ağırlıkça %2 oranında fonksiyonelleştirilmiş BN ve B₄C katkılı epoksi kompozitlerin saf su ortamında 20, 40 ve 60 gün şartlandırılmış ve şartlandırılmamış numunelerinin DSC eğrileri ve camsı geçiş sıcaklığı değerleri Şekil 4.10'de verilmiştir.

Katkısız epoksi kompozitin saf su ortamındaki şartlandırmasının ilk 20 günü sonunda T_g değeri %9.1 oranında azalmıştır. Şartlandırmanın ilk aşamasında malzemenin doygunluk anına kadar geçen süreçte epoksi matrise hızlı bir şekilde sıvı difüzyonu gerçekleşmektedir. Matris içerisine emilen su molekülleri polimer zincirleri arasında bulunan yüksek aktivasyon enerjisine sahip Van der Waals bağlarını koparmaktadır. Sonrasında ise polimer zincir yapısı ile tekli hidrojen bağları kuran su molekülleri Tip I bağlı su olarak isimlendirilmektedir (Zhou and Lucas, 1999b). Tip I bağlı su molekülleri kompozitin zincir hareketliliğinin artışına ve şişmeye sebep olmaktadır. Bu durum neticesinde şartlandırmanın ilk aşamasında T_g değerlerinde azalma yaşanmaktadır.



Şekil 4. 10. Saf su ortamında şartlandırılan (a) katkısız, (b) BN katkılı, (c) B₄C katkılı kompozitlerin DSC eğrileri

Fonksiyonelleştirilmiş bor nanopartikülleri katkılı kompozitlerin 20 gün sonunda T_g değerlerinde yaşanan değişimler incelendiğinde ise, katkısız kompozite benzer şekilde, azalma davranışı sergiledikleri gözlemlenmiştir. Şartlandırmanın ilk aşamasında yoğun olarak gözlemlenen Tip I bağlı suyun etkisiyle yaşanan plastikleşme sonucunda T_g değerlerinde azalma meydana gelmiştir. BN katkılı kompozitte 20 gün sonunda T_g değerinde %6.1 oranında azalma yaşanırken, B₄C katkılı kompozitte ise %7.2 oranında azalma yaşandığı gözlemlenmiştir. Ancak söz konusu bu azalma oranları katkısız kompozit ile kıyaslandığında daha az miktarda olduğu görülmektedir. Gerçekleştirilen kütle değişimi testi ile doğrudan ilişkili olan bu durum, BN ve B₄C nanopartiküllerinin epoksi matrise katılmasının bir sonucu olarak katkısız kompozite kıyasla daha az sıvı emilimi gerçekleştirmesinin sonucudur. Ayrıca, bor nanopartikülleri katkılı kompozitlerin daha az sıvı emilimi gerçekleştirmesi sonucunda daha az miktarda Tip I bağlı su oluşumu meydana gelmiştir. Söz konusu bu durumda katkısız kompozitten daha az miktarda yaşanan plastikleşme sonucu T_g değerinde daha az miktarda azalma yaşanmıştır. Saf su ortamında şartlandırılan BN katkılı epoksi kompozitin 20 gün sonundaki T_g değeri eşdeğer katkısız kompozite kıyasla %19.6 oranında daha fazla iken bu oran B₄C katkılı kompozitte %20.3 olarak elde edilmiştir.

Şartlandırmanın devam eden kısmında, katkısız kompozitin T_g değerlerinde şartlandırılmamış kompozite kıyasla 40 ve 60 gün sonunda sırasıyla %5.98 ve %3.9

oranlarında azalma yaşanmıştır. 20 gün şartlandırılan kompozit ile kıyaslandığında ise 40 ve 60 gün sonunda T_g değerinde sırasıyla %3.5 ve %5.7 oranlarında artış meydana gelmiştir. Saf su ortamının ve sıcaklığın devam eden etkisi sonucunda epoksi yapısında bulunan hidroksiller ve aminler gibi hidrofilik gruplar ile sıvı moleküllerinin birden fazla hidrojen bağı yapması sonucunda ikincil çapraz bağlanma olarak isimlendirilen Tip II bağı su oluşumu meydana gelmektedir. Aktivasyon enerjisinin Tip I bağı suyun aktivasyon enerjisinden daha yüksek olması nedeniyle Tip II bağı su “ikincil” veya “sözde” çapraz bağlanma olarak da isimlendirilmektedir. Tip II bağı su molekülleri T_g değerinde artışa neden olmaktadır (Starkova vd., 2013; Zhou and Lucas, 1999a).

Şartlandırmanın devam eden sürecinde BN ve B_4C katkılı epoksi kompozitler 20 gün şartlandırılan kompozitler ile kıyaslandığında, 40 gün ve 60 gün sonunda camsı geçiş sıcaklıklarında artış meydana geldiği görülmüştür. Yaşanılan bu artışlar devam eden şartlandırma koşulları ve sıcaklığın etkisi ile polimer ağ yapısında oluşan ikincil çapraz bağlanmanın sonucunda meydana gelmiştir. BN katkılı kompozitin camsı geçiş sıcaklıklarında 40 ve 60 gün sonunda şartlandırılmamış BN katkılı kompozite kıyasla sırasıyla %3.95 ve %2.1 oranlarında azalma yaşanmıştır. 20 gün şartlandırılan BN katkılı kompozit ile kıyaslandığında ise T_g değerlerinde 40 ve 60 günlük şartlandırma sonucunda %2.3 ve %4.3 oranlarında artış elde edilmiştir.

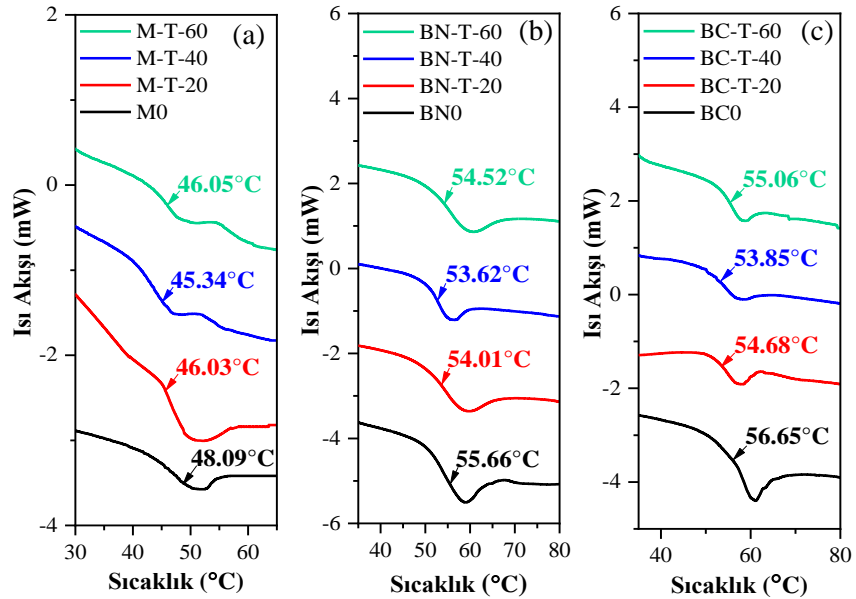
B_4C katkılı kompozitte ise şartlandırılmamış eş değer numuneye kıyasla T_g değerlerinde 40 ve 60 günlük şartlandırma sonunda sırasıyla %4.5 ve %2.9 oranlarında azalma meydana gelmiştir. 20 gün boyunca saf su ortamında şartlandırılan B_4C katkılı kompozit ile kıyaslandığında ise 40 ve 60 günlük süreler sonunda T_g değerinde sırasıyla %3 ve %4.7 oranlarında artış yaşanmıştır. Camsı geçiş sıcaklığı malzemenin polimer zincirinin hareketliliğine bağlıdır. Sözde çapraz bağlanma olarak isimlendirilen ikincil çapraz bağlanma zincir hareketliliğini azaltmaktadır. Bu sebeple bor nanopartikülleri katkılı kompozitlerin T_g değerlerinde gözlemlenen artış bahsedilen bu durumun bir sonucudur.

4.3.2. Tuzlu Su Ortamında Kompozitlerin DSC Analizi Sonuçları

Katkısız ve fonksiyonelleştirilmiş BN ve B_4C katkılı epoksi kompozitlerin, 40°C’de kütlece %10 NaCl içeren tuzlu su ortamında 20, 40 ve 60 gün şartlandırılmış ve şartlandırılmamış numunelerinin DSC eğrileri ve camsı geçiş sıcaklığı değerleri (T_g) Şekil 4.11’de verilmiştir. Katkısız, BN ve B_4C katkılı kompozitlerin DSC eğrileri incelendiğinde, 20, 40 ve 60 gün sonunda şartlandırılmamış numunelere kıyasla T_g

değerlerinde azalma meydana geldiği görülmektedir. Katkısız kompozit ele alındığında 20, 40 ve 60 günlük süreler için T_g değerleri sırasıyla %4.3, %5.7 ve %4.2 oranlarında azaldığı gözlemlenmiştir. BN ve B_4C katkılı kompozitlerin DSC eğrileri incelendiğinde ise katkısız kompozite benzer şekilde 20, 40 ve 60 günlük süreler sonunda T_g değerlerinde azalma yaşandığı görülmektedir. B_4C katkılı kompozitin T_g değerleri şartlandırılmamış kompozite kıyasla 20, 40 ve 60 gün için sırasıyla %3.5, %4.9 ve %2.8 oranlarında azalmıştır. BN katkılı kompozitin T_g değerlerinde ise şartlandırılmamış BN katkılı kompozite kıyasla 20, 40 ve 60 gün sonunda sırasıyla %2.96, %3.7 ve %2 oranlarında azalma meydana gelmiştir.

Elde edilen azalma oranları incelendiğinde, bor nanopartikülleri katkılı kompozitlerin T_g değerlerinde elde edilen azalmanın katkısız numuneye kıyasla daha düşük oranlarda olduğu görülmektedir. Bor nanopartikülleri epoksi matris içerisine emilen sıvı miktarını ve dolayısıyla kompozitin bozunma oranını azaltmaktadır. Şartlandırmanın üç aşamasında da elde edilen T_g değerleri karşılaştırıldığında bor nanopartikülleri katkılı kompozitlerde daha yüksek değerlerin elde edildiği görülmektedir. Şartlandırmanın 20 günü sonunda BN katkılı kompozitte katkısız kompozite kıyasla %17.3 oranında ve 60 gün sonunda %18.4 oranında daha yüksek T_g değerleri elde edilmiştir. Benzer şekilde B_4C katkılı kompozitte 20 ve 60 günlük süreler sonunda katkısız kompozitin eşdeğer numunelerine kıyasla %18.8 ve %19.6 oranlarında daha yüksek T_g değerleri elde edilmiştir.



Şekil 4. 11. Tuzlu su ortamında şartlandırılan (a) katkısız, (b) BN katkılı, (c) B_4C katkılı kompozitlerin DSC eğrileri

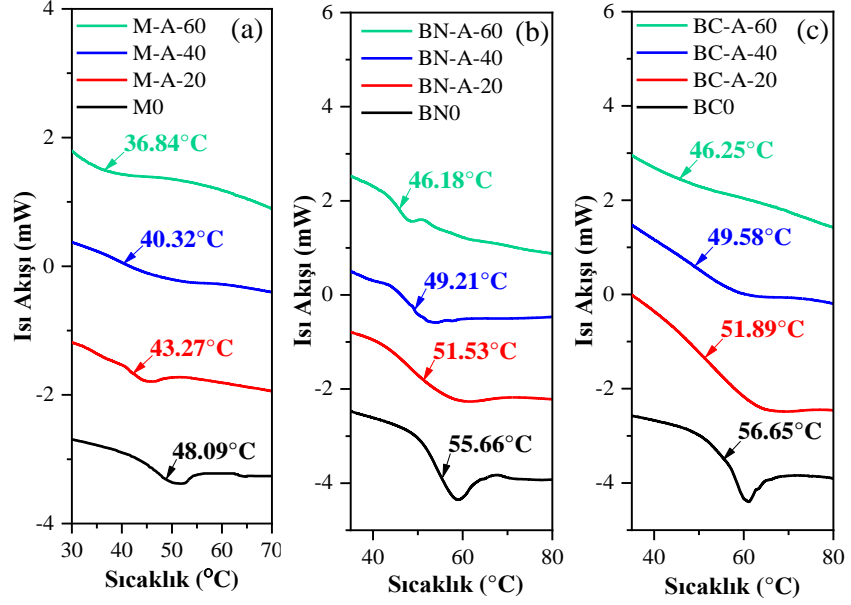
Zhou ve Lucas (1999b)'in çalışmasında ifade edildiği şekilde kompozitlerin doyumluk anına kadar geçen süreçte matrise yüksek oranda su girişi Tip I bağlı su oluşumuna neden olmuştur. Yazarlar Tip I bağlı su moleküllerinin epoksi matrisin plastikleşmesine sebep olduğunu ve zincir segmental hareketliliğini arttırdığını ifade etmişlerdir.

Şartlandırmanın 60 günlük süreci sonunda kompozitlerin T_g değerleri incelendiğinde, 20 ve 40 gün boyunca şartlandırılan numunelere kıyasla artış yaşandığı gözlemlenmiştir. Katkısız epoksi kompozitin 60 gün sonunda T_g değeri 40 gün sonundaki T_g değerine kıyasla %1.6 oranında arttığı görülmektedir. BN ve B_4C katkılı epoksi kompozitler ise 40 gün şartlandırılan eşdeğer numunelere kıyasla 60 gün sonunda T_g değerlerinde sırasıyla %1.7 ve %2.2 oranlarında artış elde edilmiştir. Tuzlu su ortamında saf su ortamından daha uzun sürede kompozitlerin doyumluğa ulaşması sebebiyle kompozitlerin T_g değerleri 40 günlük şartlandırma süreci boyunca azalmaya devam etmiştir. Tuzlu su ortamında, kompozitler doyumluğa ulaştıktan sonra devam eden şartlandırma ortamı koşulları ve sıcaklığın etkisi su molekülleri ile termoset ağ yapısı arasında ikincil çapraz bağlanmaya sebep olmaktadır. Bunun sonucunda ise şartlandırmanın ilk sürecinde T_g değerlerinde yaşanan düşüş miktarı azalmıştır (Cavasin vd., 2019).

Tuzlu su ortamında şartlandırılan numunelerin T_g değerlerinde yaşanan azalma oranları saf su ortamındaki eş değer numunelerin T_g değerlerindeki azalma ile kıyaslandığında daha az miktarda azalmanın gerçekleştiği görülmektedir. Söz konusu bu durum epoksi matris içerisine emilen sıvı miktarı ile ilişkilidir. Kütle değişimi testi ile gözlemlenen tuzlu su ortamında saf su ortamına kıyasla daha az su emilimi kompozitlerin bozunma oranını azaltıcı yönde etki etmiştir. Tuzlu su ortamında polimer ağ yapısı ile daha az sıvı molekülünün etkileşime girmesi T_g değerlerinde nispeten daha düşük oranda azalmaların elde edilmesine neden olmuştur.

4.3.3. Sülfürik Asit Ortamında Kompozitlerin DSC Analizi Sonuçları

Katkısız ve ağırlıkça %2 oranında fonksiyonelleştirilmiş BN ve B_4C katkılı epoksi kompozitlerin $40^\circ C$ 'de kütlece %10 sülfürik asit ortamında 20, 40 ve 60 gün şartlandırılmış ve şartlandırılmamış numunelerinin DSC eğrileri ve camsı geçiş sıcaklık (T_g) değerleri Şekil 4.12'de gösterilmiştir.



Şekil 4. 12. Sülfürik asit ortamında şartlandırılan (a) katkısız, (b) BN katkılı ve (c) B₄C katkılı kompozitlerin DSC eğrileri

Şekil 4.12(a)'da verilmiş olan sülfürik asit ortamında şartlandırılmış katkısız epoksi kompozitin DSC eğrileri incelendiğinde, T_g değerlerinde 20, 40 ve 60 gün sonunda sırasıyla %10, %16.2 ve %23.4 oranlarında azalma meydana geldiği görülmektedir. Polimerlerin T_g değeri polimer yapıdaki kimyasal bağlarda yaşanabilecek değişiklikler ile ilişkili olarak değişmektedir (Wang, 2010). Korozif bir sıvı olan sülfürik asit çözeltisinde bulunan iyonlar ile epoksinin hidrofilik gruplarının etkileşime girmesi sonucunda matris yüksek oranda sıvı emilimi gerçekleştirmekte ve önemli ölçüde plastikleşmektedir. Şartlandırmanın ilk aşamasında kompozitin plastikleşme davranışı nedeniyle T_g değerinde azalma yaşanmıştır.

Şartlandırmanın devam eden süresinde T_g değerlerinde yaşanan azalma devam etmiştir. Bu durum sülfürik asit çözeltisi varlığında gerçekleşen oksidasyon ve hidroliz reaksiyonları nedeniyle polimer zincirlerde kesilmelerin devamlı olarak yaşanmasından kaynaklanmaktadır (Ji ve Kim, 2017). Camsı geçiş sıcaklığının malzemenin çapraz bağ yoğunluğu ile doğrudan ilişkili olması sebebiyle polimer ağ yapısında yaşanan zincir kesilmesi direkt olarak camsı geçiş sıcaklığının azalması ile sonuçlanmaktadır. Fonksiyonelleştirilmiş BN ve B₄C katkılı kompozitlerde de benzer davranış gözlemlenmiştir. BN katkılı epoksi kompozitte 20, 40 ve 60 gün boyunca sülfürik asit ortamında şartlandırılması sonucunda T_g değerleri sırasıyla %7.4, %11.6 ve %17 oranlarında azalmıştır. B₄C katkılı kompozitte ise, 20, 40 ve 60 günlük şartlandırma sonucunda T_g değerlerinde sırasıyla %8.4, %12.5 ve %18.4 oranlarında

azalma meydana gelmiştir. Bor nanopartiküllerinin sıvı emilimi esnasında göstermiş olduğu engelleyici davranış T_g değerlerinde yaşanan yüksek orandaki düşüşü azaltmada etkili olmuştur. Fonksiyonelleştirilmiş bor nanopartikülleri sülfürik asit ortamının olumsuz yöndeki etkilerini azaltmış ve katkısız kompozite kıyasla T_g değerlerinde daha az oranlarda azalmalar yaşanmıştır. 60 gün boyunca sülfürik asit ortamına maruz bırakılan BN ve B_4C katkılı epoksi kompozitlerin T_g değerleri eşdeğer katkısız kompozite kıyasla %25.4 ve %25.5 daha yüksek değerlerde elde edilmiştir.

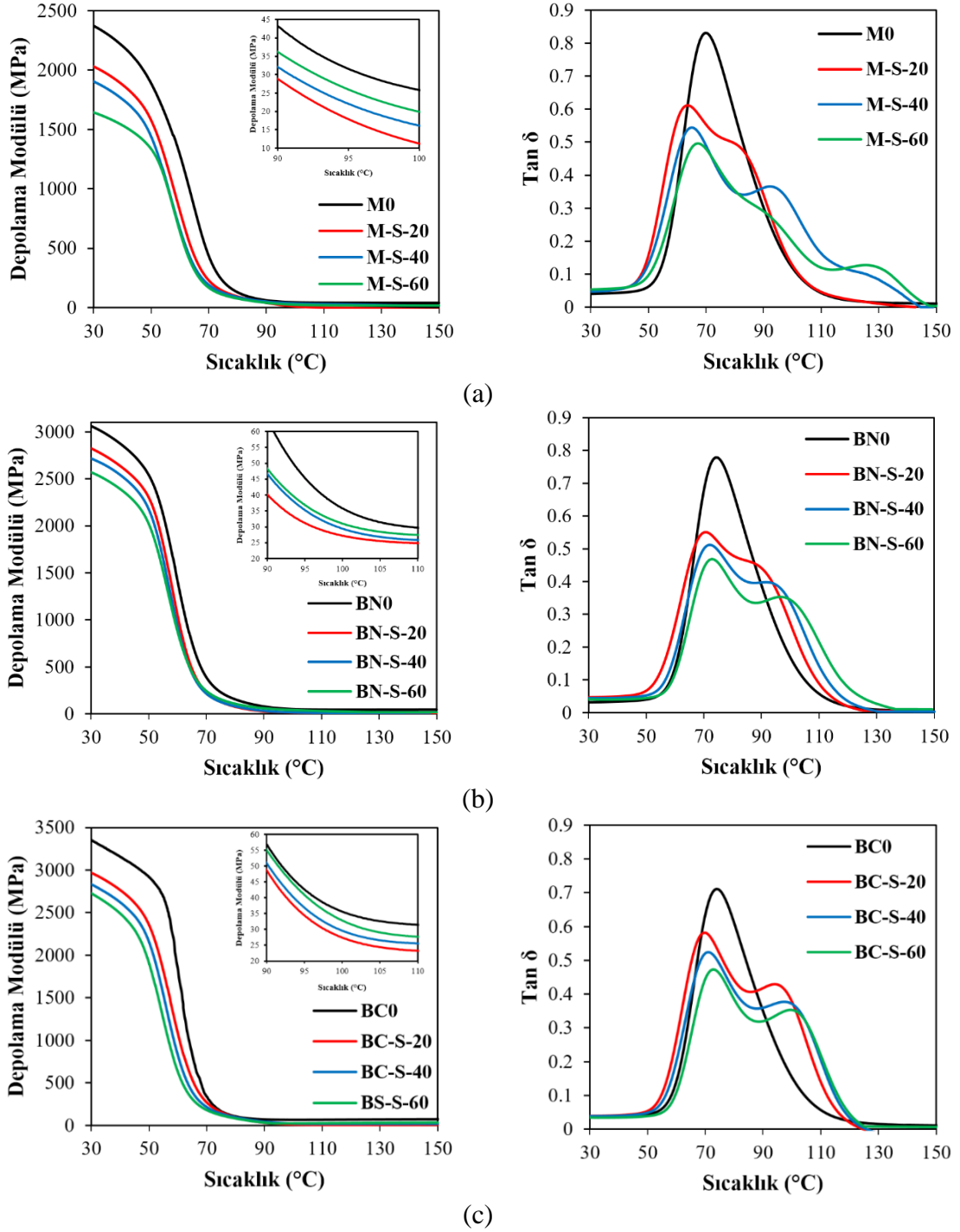
4.4. Kompozitlerin Dinamik Mekanik Analiz (DMA) Sonuçları

DMA polimer malzemelerin viskoelastik özelliklerinin belirlenmesi için yaygın olarak kullanılan bir tekniktir. Yapılan çalışmada 40°C saf su, tuzlu su ve sülfürik asit çözeltisi ortamlarında 20, 40 ve 60 günlük sürelerde şartlandırılan katkısız, BN ve B_4C nanopartikülleri katkılı epoksi kompozitlerin depolama modülü (E'), sönümleme modülü ($\tan\delta$) ve camlı geçiş sıcaklıklarında (T_g) yaşanan değişimleri belirleyebilmek amacıyla DMA gerçekleştirilmiştir. Elde edilen sonuçlar kompozitlerin maruz bırakıldıkları ortamlara bağlı olarak başlıklar halinde aşağıda verilmiştir.

4.4.1. Saf Su Ortamında Kompozitlerin DMA Sonuçları

40°C saf su ortamında 20, 40 ve 60 gün şartlandırılmış katkısız, ağırlıkça %2 oranında BN katkılı ve B_4C katkılı epoksi kompozitlerin depolama modülü ve $\tan\delta$ grafikleri Şekil 4.13'de verilmiş ve DMA sonuçları Tablo 4.4'de özetlenmiştir.

Şekil 4.13'de verilmiş olan depolama modülü grafikleri incelendiğinde, saf su ortamında artan şartlandırma süresi ile birlikte kompozitlerin depolama modüllerinde azalma yaşandığı görülmektedir. Depolama modülü malzemenin sertliği ile ilişkili bir parametredir (Jesuarockiam vd., 2019). Saf su ortamına maruz kalan kompozitlerin sertliğinde azalmalar yaşanmıştır. Şartlandırmanın 20, 40 ve 60. günü sonunda katkısız kompozitin depolama modülünde sırasıyla %13.3, %18.6 ve %29.7 oranlarında azalma meydana gelmiştir. BN katkılı kompozitte depolama modülündeki azalma oranları sırasıyla %7.7, %11.3 ve %16.1 iken, B_4C katkılı kompozitte ise %11.4, %14 ve %18.6 oranlarındadır. Kompozitlerin depolama modüllerinde yaşanan azalma saf suyun matris içerisine emilmesi sonucunda yaşanan plastikleşmeden ve partikül/matris arayüzeyinin bozunmaya uğramasından kaynaklanmaktadır (Arribas vd., 2019).



Şekil 4. 13. Saf su ortamında şartlandırılan (a) katkısız, (b) BN katkılı ve (c) B₄C katkılı kompozitlerin depolama modülü ve tan δ grafikleri

Bor nanopartikülleri matris içerisinde bulunan boşlukları işgal etmektedir. Bu sayede hem su emilimini azaltmakta hem de moleküler zincir hareketliliğinin artışı engellemektedir. Bu sayede bor nanopartikülleri epoksi matrisin plastikleşmesini azaltarak katkısız kompozite kıyasla depolama modülüne pozitif yönde etki etmektedir. BN katkılı kompozitte 20, 40 ve 60 günlük süreler sonunda katkısız kompozitin eş değer numunelerine kıyasla %39.5, %42.8 ve %56.5 oranlarında daha

yüksek depolama modülü değerleri elde edilmiştir. Benzer şekilde B₄C katkıli kompozit numunelerde katkısız kompozitin eş değer numunelerine kıyasla %46.5, %51.5 ve %66 oranlarında daha yüksek depolama modülü değerleri elde edilmiştir.

Tablo 4. 4. Saf su ortamında şartlandırılan kompozitlerin DMA sonuçları

Numune	Depolama Modülü (E) @ 30°C (MPa)	Tanδ	Camsı Geçiş Sıcaklığı (T _g) (°C)	E _{min} (MPa)	Çapraz Bağ Yoğunluğu (ν) (mol/m ³)
M0	2337	0.88061	69.77	25.94	3033
M-S-20	2026	0.61123	63.67	20.21	2406
M-S-40	1902	0.54493	65.09	21.93	2599
M-S-60	1642	0.49673	67.20	22.81	2687
BN0	3062	0.77885	74.27	31.82	3672
BN-S-20	2826	0.55072	70.55	26.95	3144
BN-S-40	2716	0.51129	71.81	28.17	3274
BN-S-60	2570	0.46826	72.85	29.26	3391
BC0	3350	0.71125	73.90	33.11	3825
BC-S-20	2968	0.58094	69.86	27.58	3224
BC-S-40	2882	0.52359	70.80	28.97	3370
BC-S-60	2726	0.47348	72.80	30.21	3501

Kompozitlerin Şekil 4.13’de verilen tanδ grafikleri incelendiğinde, tanδ tepe yüksekliğinin şartlandırma süresinin artışı ile azaldığı görülmektedir. Tanδ tepe yüksekliği malzemenin camsı geçişi esnasında polimer zincir yapısının hareketliliği ile ilişkilidir. Söz konusu durumda bu davranış beklenmeyen bir durumdur. Ancak literatürdeki çalışmalar incelendiğinde benzer durumla karşılaşılan çalışmaların olduğu görülmektedir (Chateauinois vd., 1995; Kattaguri vd., 2019; Starkova vd., 2013; Wang vd., 2006; Wang vd., 2018; Wang vd., 2021b; Xian ve Karbhari, 2007). Yaşanılan bu durumun emilen sıvının matrisi plastikleştirmesi ile açıklanması uygun değildir. Tanδ tepe yüksekliğinde yaşanan azalmalar numunelerin serbest hacmini dolduran su moleküllerinin camsı geçiş esnasında polimer zincir hareketliliğini engelleyici bir rol üstlenmesinden kaynaklanmaktadır (Starkova vd., 2013; Xian ve Karbhari, 2007). Bor nanopartikülleri katkıli kompozitlerin tanδ tepe değerlerinin katkısız kompozite kıyasla daha az olması katkıli kompozitlerin daha yüksek çapraz bağ yoğunluğuna sahip olmasının bir sonucudur (Starkova vd., 2013).

Polimerlerin tanδ eğrilerinin tepe genişliği ise malzemenin sönümleme davranışı ile ilişkilendirilmektedir. Malzemenin tanδ tepe genişliği, camsı geçişin gerçekleştiği sıcaklık aralığı ile ilişkilidir. DMA sonucunda elde edilen daha geniş bir tanδ tepesi malzemenin heterojen ağ yapısına işaret etmektedir (Arribas vd., 2019). Tanδ grafiklerinde elde edilen diğer bir farklılık ise şartlandırılmış numunelerin eğrilerinde

oluşan bölünmelerdir. Polimer malzemelerin gerçekleştirdiği yüksek oranda sıvı emilimi $\tan\delta$ eğrilerinde genişleme ve bölünmeye neden olmaktadır (Starkova vd., 2013). Elde edilen bölünmeler epoksi yapıdaki plastikleşmiş ve hiç/az plastikleşmiş bölgeleri temsil etmektedir (Wang vd., 2006). $\tan\delta$ eğrilerinde gözlemlenen bölünmeler için bir diğer yaklaşım ise DMA testi esnasındaki kurutma etkisi sonucunda oluştuğudur (Arribas vd., 2019).

Tablo 4.4’de verilen T_g değerleri incelendiğinde saf su ortamında üç epoksi kompozitin de benzer davranışı gösterdiği gözlemlenmiştir. Katkısız kompozitin T_g değerlerinde 20, 40 ve 60 günlük şartlandırmalar sonucunda sırasıyla %8.7, %6.7 ve %3.7 oranlarında azalma yaşanmıştır. BN katkılı kompozitin T_g değerlerinde 20, 40 ve 60 gün sonunda sırasıyla %5, %3.3 ve %1.9 oranlarında azalma meydana gelirken, B_4C katkılı kompozitte ise sırasıyla %5.5, %4.2 ve %1.5 oranlarında azalma elde edilmiştir. Kompozitlerin saf su ortamında T_g değerleri 20 gün sonunda maksimum azalmayı yaşarken, 40 ve 60. günlerde artış elde edilmiştir. 20. gün sonunda T_g değerlerinde gözlemlenen azalma epoksi matrisin polimer ağ yapısında Tip I bağlı su oluşumu sonucunda yaşanmıştır. Tip I bağlı su molekülleri, polimer zincirleri arasında bulunan Van der Waals bağlarını kırmakta ve daha düşük aktivasyon enerjisine sahip tekli hidrojen bağları oluşturarak moleküler hareketliliğin artmasına neden olmaktadır. 40 ve 60 günlük şartlandırma sonunda T_g değerlerinde gözlemlenen artış ise Tip II bağlı su oluşumundan kaynaklanmaktadır. Tip II bağlı su molekülleri polimer zincirleri ile çoklu hidrojen bağları oluşturarak zincir segmentlerini kısıtlamakta ve moleküler hareketliliğin azalmasına neden olmaktadır. Ayrıca DMA analizinden elde edilen T_g değerleri ile DSC analizi ile elde edilen T_g değerlerindeki azalma/artış oranlarının birbiri ile uyumlu olduğu görülmektedir.

Tablo 4.4’de verilen çapraz bağ yoğunluklarında yaşanan değişimler incelendiğinde ise T_g değerlerindeki değişimler ile uyumlu olduğu gözlemlenmiştir. Katkısız kompozitin çapraz bağ yoğunluğu şartlandırmanın 20, 40 ve 60 günü sonunda sırasıyla %20.7, %14.3 ve %11.4 oranlarında azalma meydana gelmiştir. BN ve B_4C katkılı kompozitler de katkısız kompozite benzer bir davranış sergilemiştir. BN katkılı kompozitin çapraz bağ yoğunluğu değerleri 20, 40 ve 60 gün sonunda sırasıyla %14.4, %10.8 ve %7.7 oranlarında azalırken, B_4C katkılı kompozitte ise 20, 40 ve 60 gün sonunda çapraz bağ yoğunluğunda sırasıyla %15.7, %11.9 ve %8.5 oranlarında azalma elde edilmiştir. BN ve B_4C nanopartikülleri katkılı kompozitlerde bozunmanın daha

az oranda yaşanmış olması, bor nanopartiküllerinin su moleküllerinin polimer matris içerisine difüzyonunu engellemede etkili olduğunu göstermektedir. BN katkılı kompozitte B₄C katkılı kompozite kıyasla daha az oranda bozunma yaşanması BN nanopartikülünün su emilimini engellemede daha etkili olmasından kaynaklanmaktadır.

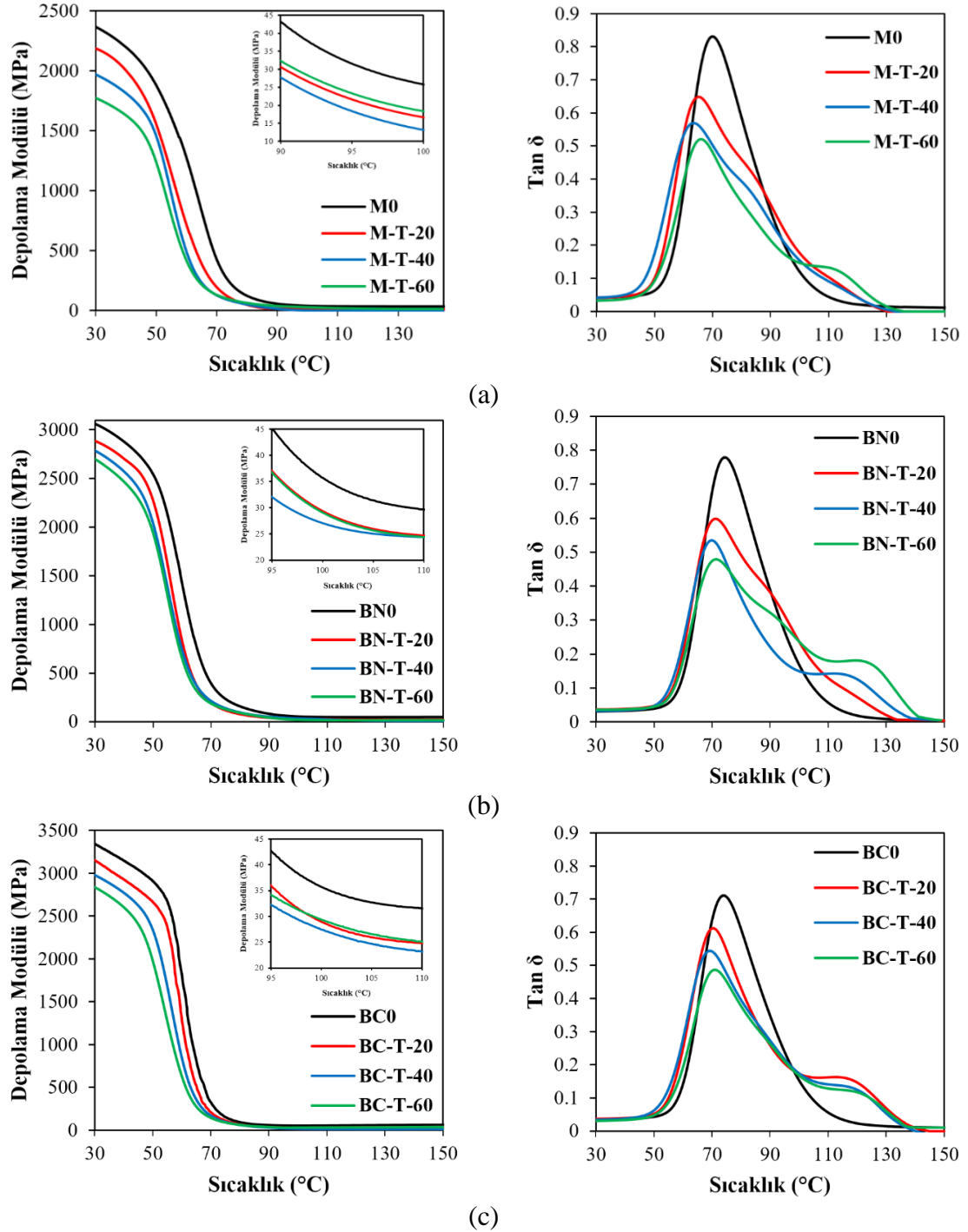
4.4.2. Tuzlu Su Ortamında Kompozitlerin DMA Sonuçları

Tuzlu su ortamında 20, 40 ve 60 gün şartlandırılan katkısız, ağırlıkça %2 oranında fonksiyonelleştirilmiş BN ve B₄C nanopartikülleri katkılı epoksi kompozitlerin depolama modülü ve tan δ grafikleri Şekil 4.14’de, DMA sonuçları ise Tablo 4.5’de verilmiştir.

Tuzlu su ortamına maruz bırakılan katkısız, BN ve B₄C katkılı kompozitlerin depolama modülleri, saf su ortamında olduğu gibi, artan şartlandırma süresi ile azalma davranışı sergilemişlerdir. Tuzlu su ortamının epoksi matris üzerindeki zararlı etkileri sonucunda epoksi kompozitler sertliğini kaybederek daha yumuşak bir yapı halini almaktadır (Saharudin vd., 2016). Katkısız kompozitin depolama modüllerinde 20, 40 ve 60 gün sonunda sırasıyla %6.7, %15.8 ve %24.2 oranlarında azalma meydana gelirken, BN katkılı kompozitin depolama modülünde ise 20, 40 ve 60 gün sonunda sırasıyla %5.8, %9 ve %11.9 oranlarında azalma meydana gelmiştir. B₄C katkılı kompozitte ise 20, 40 ve 60 günlük şartlandırma sonucunda depolama modülü değerlerinde sırasıyla %6, %11 ve %15.3 oranlarında azalma yaşanmıştır. Fonksiyonelleştirilmiş bor nanopartikülleri katkılı epoksi kompozitler nanopartikülün etkisi ile daha kompakt bir yapı halini almakta ve bu sayede su emilimi daha az oranda gerçekleşmektedir. Bu sayede depolama modülünde yaşanan düşüş azalmaktadır. Katkısız kompozitin eşdeğer numunesine kıyasla, BN ve B₄C katkılı kompozitlerin şartlandırmanın 60 günlük süreci sonunda %52.4 ve %60.2 oranlarında daha yüksek depolama modülü değerlerine sahip olduğu gözlemlenmiştir.

Şekil 4.14’te verilen tan δ grafikleri incelendiğinde ise, saf su ortamına benzer şekilde, tan δ tepe yüksekliğinin azaldığı görülmektedir. Bu durum epoksi matris tarafından emilen su moleküllerinin serbest hacmi doldurması nedeniyle moleküler zincir hareketliliğinin kısıtlanmasından kaynaklanmaktadır. Fredj vd. (2010) tarafından yapılan bir çalışmada tuzlu su ortamına maruz bırakılan epoksi kaplamanın tan δ tepe yüksekliğinin azaldığı ifade edilmiştir. BN ve B₄C katkılı kompozitlerde ise katkısız

kompozite kıyasla daha düşük $\tan\delta$ tepe yüksekliği elde edilmiştir. Bu durum ise bor nanopartikülleri katkılı kompozitlerin katkısız kompozite kıyasla daha yüksek çapraz bağ yoğunluğuna sahip olmasının bir sonucudur.



Şekil 4. 14. Tuzlu su ortamında şartlandırılan (a) katkısız, (b) BN katkılı ve (c) B₄C katkılı kompozitlerin depolama modülü ve $\tan\delta$ grafikleri

Tablo 4.5’de verilmiş olan katkısız, BN ve B₄C nanopartikülleri katkıli kompozitlerin T_g değerleri incelendiğinde tüm kompozitlerde 20 gün sonunda azalma elde edilirken, 40. gün sonunda en düşük T_g değerlerine ulaşılmıştır. Şartlandırmanın 60. günü sonunda ise T_g değerlerinde artış yaşandığı gözlemlenmiştir. Katkısız kompozitin T_g değeri 20 gün sonunda %6.6, 40 gün sonunda %9 ve 60 gün sonunda ise %5.3 oranında azalmıştır. BN katkıli epoksi kompozitin T_g değeri 20 gün sonunda %4.1, 40 gün sonunda %5.9 ve 60 gün sonunda ise %3.9 oranında azalmıştır. B₄C katkıli kompozitin T_g değerindeki azalma ise 20 gün sonunda %4.8, 40 gün sonunda %6.4 ve 60 gün sonunda ise %4 oranlarında elde edilmiştir. Zhou ve Lucas (1999b) gerçekleştirdikleri çalışmada, su emiliminin gerçekleştiği süreçte, Tip I bağlı su oluşumunun meydana geldiğini ifade etmişlerdir. Söz konusu durumda epoksi matriste plastikleşme ve zincir hareketliliğinde artışın yaşandığını belirtilmiştir. Tuzlu su ortamında, saf su ortamından farklı olarak 40 gün sonunda T_g değerinin azalma davranışını devam ettirmesi kompozitlerin su emilimini daha geç tamamlanmasından kaynaklanmaktadır. Tip II bağlı su molekülleri ise, Tip I bağlı su moleküllerine kıyasla daha güçlü aktivasyon enerjisine sahip bağlar kurarak zincir segmental hareketliliğinin kısıtlanmasına neden olmaktadır. Şartlandırmanın 60. günü sonunda T_g değerlerinde yaşanan artış ise ortamın ve sıcaklığın etkisiyle artış gösteren Tip II bağlı su moleküllerinin oluşumundan kaynaklanmaktadır.

Bor nanopartikülleri katkıli kompozitlerin T_g değerlerinde yaşanan azalmaların, nanopartiküllerin sıvı emilimini engelleyici özellikleri sayesinde katkısız kompozitlerden daha düşük miktarda olduğu gözlemlenmiştir. Katkısız kompozitin 20 gün sonunda elde edilen T_g değeri ile karşılaştırıldığında BN nanopartikülleri katkıli epoksi kompozitte %9.2 oranında ve B₄C katkıli epoksi kompozitte ise %7.9 oranında daha yüksek değerler elde edilmiştir.

Tablo 4.5’de verilen katkısız, BN ve B₄C nanopartikülleri katkıli kompozitlerin çapraz bağ yoğunlukları incelendiğinde ise polimer yapıda gerçekleşen bozunmalar nedeniyle azalmalar yaşandığı görülmektedir. Katkısız kompozitin şartlandırması sonucunda elde edilen çapraz bağ yoğunluğu değerleri şartlandırılmamış kompozit ile kıyaslandığında 20, 40 ve 60 gün sonunda sırasıyla %16.6, %18.3 ve %14.7 oranlarında azaldığı görülmektedir. B₄C katkıli kompozitte ise 20, 40 ve 60 gün şartlandırma sonucunda çapraz bağ yoğunluğu değerinde sırasıyla %12.4, %13.9 ve %12.5 oranlarında azalma meydana gelmiştir. Diğer iki kompozite kıyasla daha az

miktarda bozunmanın elde edildiği BN katkılı kompozitte ise 20, 40 ve 60. gün sonunda çapraz bağ yoğunluğunda sırasıyla %11, %13.6 %11.6 oranlarında azalma gerçekleşmiştir. Epoksi matrisin emdiği sıvı nedeniyle matrisin plastikleşmesi ve çapraz bağların kesilmesi gibi durumlar hem T_g değerinin hem de çapraz bağ yoğunluğunun azalması ile sonuçlanmıştır. Şartlandırma sonucu kompozitlerin çapraz bağ yoğunluğunda ve T_g değerlerinde gözlemlenen değişimler birbiri ile uyumludur.

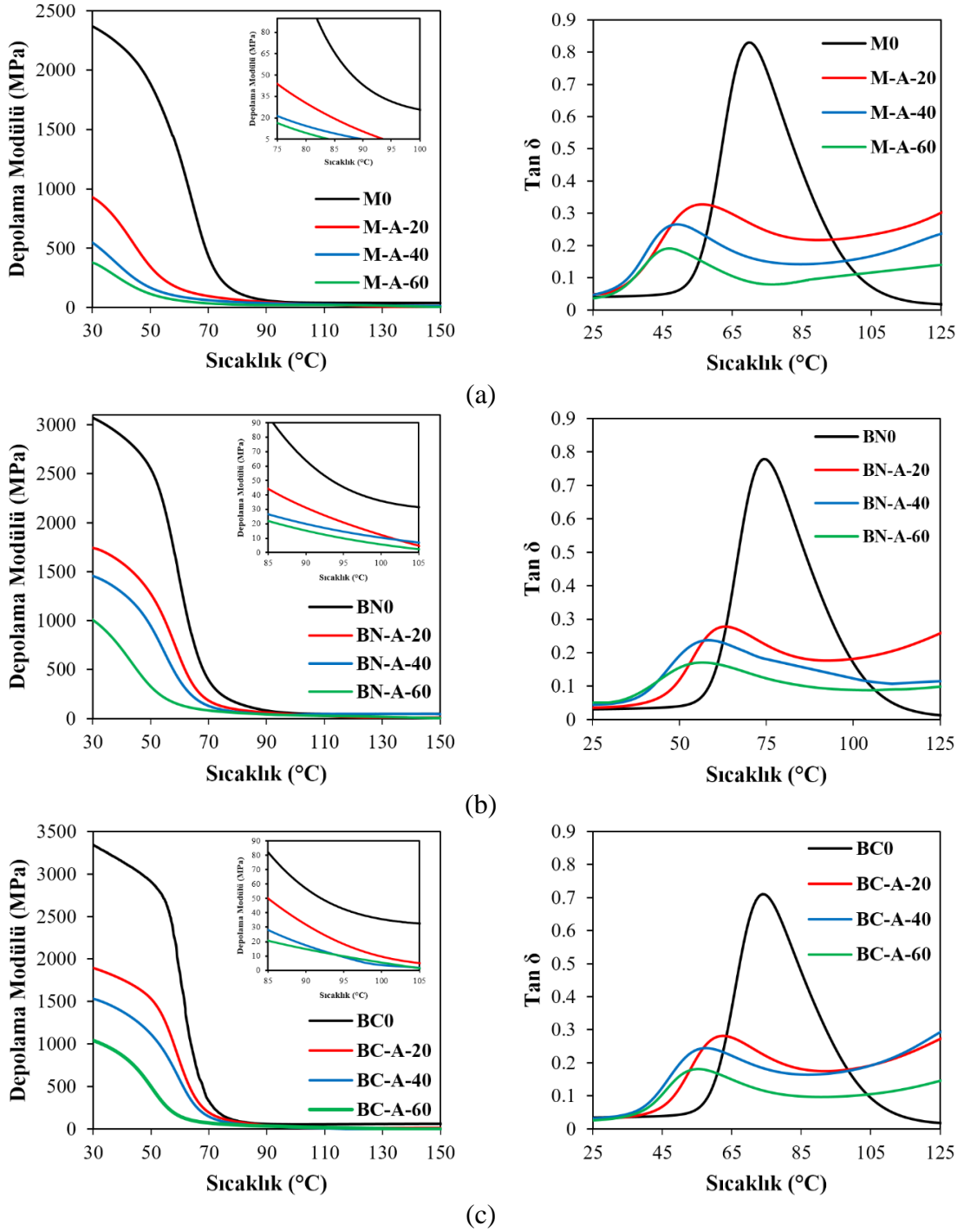
Tablo 4. 5. Tuzlu su ortamında şartlandırılan kompozitlerin DMA sonuçları

Numune	Depolama Modülü (E') @ 30°C (MPa)	Tan δ	Camsı Geçiş Sıcaklığı (T_g) (°C)	E_{min} (MPa)	Çapraz Bağ Yoğunluğu (v) (mol/m ³)
M0	2337	0.88061	69.77	25.94	3033
M-T-20	2181	0.64849	65.2	21.34	2529
M-T-40	1968	0.56899	63.46	20.81	2479
M-T-60	1771	0.51980	66.09	21.90	2588
BN0	3062	0.77885	74.27	31.82	3672
BN-T-20	2885	0.59753	71.20	28.03	3264
BN-T-40	2787	0.53511	69.88	27.16	3174
BN-T-60	2699	0.47951	71.37	27.89	3246
BC0	3350	0.71125	73.90	33.11	3825
BC-T-20	3148	0.61185	70.36	28.72	3352
BC-T-40	2978	0.54457	69.20	28.11	3292
BC-T-60	2837	0.48739	70.90	28.74	3349

4.4.3. Sülfürik Asit Ortamında Kompozitlerin DMA Sonuçları

Sülfürik asit ortamında 20, 40 ve 60 gün şartlandırılan katkısız ve ağırlıkça %2 oranında BN ve B₄C nanopartikülleri katkılı epoksi kompozitlerin depolama modülü ve tan δ grafikleri Şekil 4.15’de, DMA sonuçları ise Tablo 4.6’da verilmiştir.

Şekil 4.15’de verilen sülfürik asit ortamında şartlandırılan katkısız ve bor nanopartikülleri katkılı epoksi kompozitlerin depolama modülü grafikleri incelendiğinde kompozitlerin asit ortamında yüksek oranda hasara uğradığı dikkat çekmektedir. Epoksi matris içerisine sülfürik asit çözeltinin emilimi matris içerisinde boşlukların oluşumuna ve çapraz bağların kesilmesine neden olmaktadır (Aslan vd., 2021; Ji ve Kim, 2017). Sülfürik asit çözeltisine maruz kalan epoksi kompozitler şartlandırma sonucunda oldukça yumuşak bir hal almıştır. Bunun sonucunda ise depolama modüllerinde azalmalar meydana gelmiştir. Kotnarowska (2010) tarafından yapılan bir çalışmada, sülfürik asit çözeltisinde şartlandırılan epoksi kaplamanın depolama modülünde benzer şekilde azalma yaşandığı ifade edilmiştir. Elde edilen sonuçların literatürle uyumlu olduğu görülmektedir.



Şekil 4. 15. Sülfürik asit ortamında şartlandırılan (a) katkısız, (b) BN katkılı ve (c) B₄C katkılı kompozitlerin depolama modülü ve tan δ grafikleri

Katkısız kompozitin, sülfürik asit ortamında gerçekleştirilen 20, 40 ve 60 günlük şartlandırması sonucunda depolama modülünde sırasıyla %60, %76.6 ve %83.8 oranlarında azalma elde edilmiştir. B₄C katkılı kompozitte 20, 40 ve 60 gün sonunda depolama modülünde sırasıyla %43.4, %54.3 ve %69 oranlarında azalma yaşanırken BN katkılı kompozite bu azalmalar sırasıyla %43.1, %52.6 ve %67.2 oranlarında elde edilmiştir. BN ve B₄C nanopartikülleri katkılı kompozitler sülfürik asit ortamında

oldukça benzer bir davranış sergilemiştir. Sülfürik asit çözeltisinin zararlı etkileri BN ve B₄C nanopartikülleri katkılı kompozitlerin de hasara uğramasına neden olmuştur. Ancak katkısız kompozite kıyasla depolama modüllerinde daha az oranda azalma elde edilmiştir. Bu durum, BN ve B₄C nanopartiküllerinin epoksi matrisin asit emilimini azaltıcı etkisinin bir sonucudur.

Tablo 4. 6. Sülfürik asit ortamında şartlandırılan kompozitlerin DMA sonuçları

Numune	Depolama Modülü (E') @ 30°C (MPa)	Tanδ	Camsı Geçiş Sıcaklığı (T _g) (°C)	E _{min} (MPa)	Çapraz Bağ Yoğunluğu (ν) (mol/m ³)
M0	2337	0.88061	69.77	25.94	3033
M-A-20	929	0.32727	56.24	17.12	2084
M-A-40	548	0.26546	49.14	15.32	1906
M-A-60	378	0.19088	46.69	13.95	1749
BN0	3062	0.77885	74.27	31.82	3672
BN-A-20	1742	0.27728	63.18	24.36	2904
BN-A-40	1452	0.23702	58.32	21.84	2642
BN-A-60	1003	0.17053	56.39	20.19	2456
BC0	3350	0.71125	73.90	33.11	3825
BC-A-20	1895	0.28199	62.37	24.62	2942
BC-A-40	1530	0.24458	57.64	22.21	2692
BC-A-60	1039	0.18071	55.35	20.33	2478

Şekil 4.15’de verilen tanδ grafikleri ve Tablo 4.6’de verilen tanδ tepe değerleri incelendiğinde tepe yüksekliklerinin önemli ölçüde azaldığı görülmektedir. Benzer şekilde Kattaguri vd., (2020), Kotnarowska, (2010) ve Uthaman vd., (2020) tarafından gerçekleştirilen çalışmalarda asidik çözeltilerde şartlandırılan kompozitlerin tanδ tepe yüksekliğinde azalma yaşandığı ifade edilmiştir. Saf su ve tuzlu su ortamlarına benzer şekilde BN ve B₄C katkılı kompozitlerin tanδ tepe yüksekliklerinde daha fazla azalma elde edilmiştir. Söz konusu durum, bor nanopartikülleri katkılı kompozitlerin daha yüksek çapraz bağ yoğunluğuna sahip olmasından kaynaklanmaktadır.

Tablo 4.6’de verilmiş olan T_g değerleri ve çapraz bağ yoğunlukları incelendiğinde birbirleri ile uyumlu olduğu görülmektedir. Asidik ortamların epoksi kompozitler üzerindeki plastikleştirme etkisi ve yaşanan zincir kesilmeleri malzemenin camsı geçiş sıcaklığında azalmaya neden olmaktadır (Ji ve Kim, 2017; Uthaman vd., 2020). Sülfürik asit çözeltisinin tahrip edici etkisi sonucunda saf su ve tuzlu su ortamlarına kıyasla şartlandırmanın tüm sürelerinde T_g değerlerinde azalma yaşanmıştır. Katkısız kompozitin sülfürik asit ortamında şartlandırılmasının 20. günü sonunda T_g değerlerinde %60, 40. günü sonunda %76.6 ve 60. günü sonunda %83.8 oranlarında azalma yaşanmıştır. Katkısız kompozitin çapraz bağ yoğunluğu değerleri incelendiğinde ise 20, 40 ve 60 gün sonunda sırasıyla %31.3, %37.2 ve %42.3

oranlarında azalma elde edilmiştir. Katkısız kompozite benzer şekilde BN ve B₄C nanopartikülleri katkılı kompozitlerin T_g değerlerinde ve çapraz bağ yoğunluklarında azalmalar meydana gelmiştir. Nanopartikül varlığının epoksi matrisin su emilimi yollarını keserek veya uzatarak matris içerisine doğru olan sıvı difüzyonunu azalttığı bilinmektedir. Dolayısıyla sıvı emiliminin az olduğu polimer bir malzemede plastikleşme daha az oranda gerçekleşmektedir. Elde edilen sonuçlar bu yorumu desteklemektedir. Bor nanopartikülleri katkılı kompozitlerin T_g değerlerindeki davranışlar incelendiğinde, BN nanopartikülü katkılı kompozitte 20, 40 ve 60 gün sonunda %14.9, %21.5 ve %24.1 oranlarında azalma meydana gelirken, B₄C nanopartikülü katkılı kompozitte bu azalmalar sırasıyla %15.6, %22 ve %25.1 oranlarında elde edilmiştir. Her iki kompozit de birbirine benzer davranışlar göstermiştir. Katkısız kompozit ile kıyaslandığında ise, BN ve B₄C katkılı epoksi kompozitlerde şartlandırmanın 60 günü sonunda sırasıyla %20.8 ve %18.5 oranlarında daha yüksek T_g değerleri elde edilmiştir.

Bor nanopartikülleri katkılı kompozitlerin çapraz bağ yoğunlukları incelendiğinde ise BN katkılı kompozitin sülfürik asit çözeltisi içerisinde şartlandırılmasının 20, 40 ve 60 günlük süreler sonunda sırasıyla %20.9, %28.1 ve %33.1 oranlarında azalma meydana gelmiştir. Benzer şekilde B₄C nanopartikülü katkılı epoksi kompozitin çapraz bağ yoğunluklarında ise 20, 40 ve 60 gün sonunda sırasıyla %23.1, %29.6 ve %35.2 oranlarında azalma meydana gelmiştir. Çapraz bağ yoğunlukları ve T_g değerlerinde yaşanan değişimler incelendiğinde birbiri ile uyumlu olduğu görülmektedir.

4.5. Kompozitlerin Çekme Testi Sonuçları

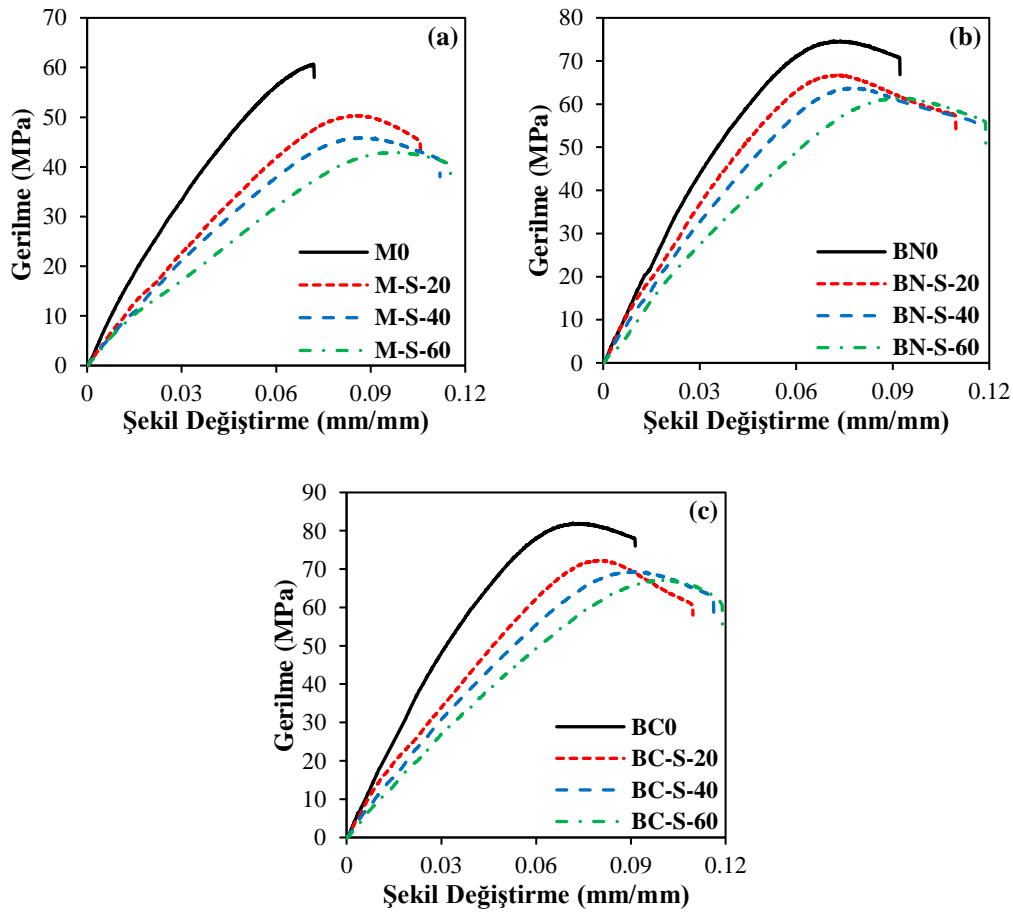
40°C saf su, tuzlu su ve sülfürik asit ortamında 20, 40 ve 60 günlük sürelerde şartlandırma işlemi uygulanan katkısız, ağırlıkça %2 oranında fonksiyonelleştirilmiş BN ve B₄C katkılı epoksi kompozitlerin çekme testi sonucunda çekme dayanımı, şekil değişimi, elastisite modülü ve statik tokluk değerleri belirlenmiştir. Elde edilen sonuçlar kompozitlerin maruz bırakıldıkları ortamlara bağlı olarak başlıklar halinde aşağıda verilmiştir.

4.5.1. Saf Su Ortamında Kompozitlerin Çekme Testi Sonuçları

40°C saf su ortamında 20, 40 ve 60 gün süre boyunca şartlandırılan katkısız ve fonksiyonelleştirilmiş BN ve B₄C katkılı epoksi kompozitlerin çekme testi sonucunda

elde edilen gerilme-şekil değiştirme eğrileri Şekil 4.16'da, bu eğriler kullanılarak belirlenen mekanik özellikleri ise Tablo 4.7'da verilmiştir.

Saf su ortamında şartlandırılan katkısız ve bor nanopartikülleri katkıli kompozitlerin çekme testi sonuçları incelendiğinde ortamın etkisi ile numunelerin mekanik özelliklerinde değişimler yaşandığı görülmektedir. Katkısız epoksi kompozitin çekme dayanımı şartlandırılmamış katkısız kompozit ile kıyaslandığında 20, 40 ve 60 gün sonunda sırasıyla %17.1, %24.4 ve %29.3 oranlarında azalmıştır. BN ve B₄C katkıli kompozitlerin çekme dayanımları ele alındığında ise, çekme dayanımında katkısız kompozite benzer azalma davranışı sergilediği görülmekte ancak azalma miktarlarının daha az oranda olduğu dikkat çekmektedir. BN katkıli kompozitin çekme dayanımı 20 gün sonunda %10.64 azalırken, B₄C katkıli kompozit aynı süre sonunda %11.1 oranında azalmıştır.



Şekil 4. 16. Saf su ortamında şartlandırılan (a) katkısız, (b) BN ve (c) B₄C katkıli kompozitlerin gerilme-şekil değiştirme grafikleri

Saf su ortamına maruz kalmaya devam eden numunelerde kompozitin doygunluk durumuna ulaşmış olmasına rağmen (yaklaşık 25 gün) devam eden sürede

düşük miktarda sıvı emilimine devam ettiği kütle değişim sonuçlarında bahsedilmiştir. Söz konusu bu durum karşısında devam eden sürede kompozitlerin mekanik özelliklerinde azalma eğilimi devam etmiştir. BN nanopartikülü katkılı kompozitin çekme dayanımı 40 gün sonunda %14.7 oranında azalırken, 60 gün sonunda %17.7 oranında azalmıştır. B₄C nanopartikülü katkılı kompozitin çekme dayanımındaki azalmalar incelendiğinde ise 40. günde %15.5 oranında ve 60. günde %18.1 oranında azalma davranışı göstermiştir. Kompozitlerin sıvı emilimi davranışının mekanik özelliklere olan olumsuz etkisinin yanı sıra BN ve B₄C nanopartikülleri katkılı kompozitlerin sıvı emilim miktarları göz önüne alındığında sonuçların uyumlu olduğu görülmektedir. Ayrıca, BN ve B₄C nanopartiküllerinin epoksi matris içerisinde çatlak saptırıcı görev görmesi nedeniyle çekme dayanımında yaşanan azalmayı azaltıcı yönde pozitif etki etmiştir.

Tablo 4. 7. Saf su ortamında şartlandırılan kompozitlerin çekme testi sonuçları

Numune	Çekme Dayanımı (MPa)	Şekil Değişirme (mm/mm)	Elastisite Modülü (MPa)	Statik Tokluk (MPa)
M0	60.70	0.0720	1210	2.57
M-S-20	50.35	0.1058	959	3.52
M-S-40	45.89	0.1121	744	3.48
M-S-60	42.90	0.1154	669	3.22
BN0	74.73	0.0922	1912	4.80
BN-S-20	66.78	0.1096	1651	5.23
BN-S-40	63.77	0.1161	1485	5.19
BN-S-60	61.52	0.1189	1389	4.96
BC0	82.05	0.0913	2074	5.21
BC-S-20	72.28	0.1096	1780	5.36
BC-S-40	69.35	0.1162	1571	5.45
BC-S-60	67.20	0.1191	1465	5.19

Saf su ortamında şartlandırılan epoksi kompozitlerin elastisite modülü değerleri incelendiğinde ise, saf su ortamına maruz bırakılma süresi arttıkça azalma eğiliminde olduğu görülmektedir. Elastisite modülünün azalma davranışı genellikle epoksi matris içerisine emilen sıvı miktarı ile ilişkilidir (Starkova vd., 2015). Çekme testi öncesinde numuneler incelendiğinde gözle görülür şekilde yumuşama yaşandığı gözlemlenmiştir. Kompozitlerin sünekliği saf su ortamında yaşanan sıvı emiliminin sonucunda gerçekleşen plastikleşme etkisinin bir sonucu olarak artış göstermiştir.

Şartlandırma sonucunda katkisız kompozitin elastisite modülünde önemli azalmaların yaşandığı görülmektedir. 20, 40 ve 60 günlük süreler sonunda katkisız kompozitin elastisite modülünde sırasıyla %20.7, %38.5 ve %44.7 oranlarında azalma meydana gelmiştir. B₄C katkılı kompozitin elastisite modülü katkisız kompozitten

daha az oranda etkilenmiştir. Şartlandırılmamış B₄C katkılı kompozit ile kıyaslandığında 20. günde %14.2, 40. günde %24.3 ve 60. günde %28.4 oranlarında azalma yaşanmıştır. Üç kompozit arasında sıvı emilimine karşı en yüksek direnci gösteren BN nanopartikülü katkılı kompozitte ise beklenildiği gibi en düşük azalma oranları elde edilmiştir. BN katkılı kompozit 20 günlük şartlandırma süreci sonunda elastisite modülü %13.7 oranında azalmıştır. Şartlandırmanın devam eden kısmında bu azalma davranışını devam ettirmiştir. 40. gün sonunda elastisite modülü %22.8 oranında, 60. gün sonunda ise %27.4 oranında azalmıştır. Elastisite modülünün DMA'dan elde edilen depolama modülü ile ilişkili olduğu bilinmektedir. Kompozitlerin şartlandırma ortamında elastisite modüllerinin azalma davranışı DMA sonuçları ile karşılaştırıldığında birbiri ile uyumlu olduğu görülmektedir. Literatürdeki çalışmalar incelendiğinde, bu tez çalışmasına benzer şekilde polimer kompozitlerin saf su ortamında çekme dayanımının ve elastisite modülünün azalan bir davranış sergilediği gözlemlenmiştir (Perrier vd., 2017; Savvilotidou vd., 2017; Wang vd., 2021b).

Epoksi kompozitlerin şekil değişiminin saf su ortamında artış yaşadığı Şekil 4.16'de verilen gerilme-şekil değiştirme eğrilerinde görülmektedir. Saf su ortamının etkisi sonucunda gerçekleşen bu davranış artan şartlandırma süresi ile artış eğilimini sürdürmektedir. Gözlemlenen bu durum, epoksi matrisin sıvı varlığında daha yumuşak bir hal almasından kaynaklanmaktadır (Wang vd., 2021a). Katkısız kompozitin şekil değişimi 20 gün sonunda %46.9, 40 gün sonunda %55.7 ve 60 gün sonunda %60.3 oranlarında artmıştır. Bor nanopartikülleri katkılı kompozitlerin şekil değişiminde yaşanan artış katkısız kompozit ile kıyaslandığında daha düşük oranlarda elde edilmiştir. BN katkılı epoksi kompozitte 20 günlük süreç sonunda şekil değişiminde %18.9 oranında bir artış meydana gelmiştir. Bu oran katkısız kompozitin eş değer sonucu ile kıyaslandığında oldukça düşüktür ve su emilimi sonuçlarını desteklemektedir. Saf su ortamında şartlandırmanın 40. gününde %25.9 oranında artış yaşanırken, 60 gün sonunda %29 oranında artarak BN katkılı kompozitin maksimum uzaması elde edilmiştir. B₄C nanopartikülü katkılı kompozit ise diğer iki kompozite benzer davranış göstererek şekil değişimleri artan bir davranış sergilemiştir. Şartlandırılmamış B₄C katkılı kompozite kıyasla şekil değişimlerinde 20, 40 ve 60 gün sonunda sırasıyla %20, %27.3 ve %30.4 oranlarında artış elde edilmiştir. BN ve B₄C nanopartiküllerinin sıvı emilimini azaltmasının bir sonucu olarak katkılı kompozitler

daha az sıvı emilimi gerçekleştirmişlerdir. Bunun sonucunda da matrisin plastikleşme davranışı katkısız kompozite kıyasla azalmıştır. Bunun yanı sıra nanopartikül takviyesinin kompozitlerin sertliğinin arttırması sayesinde katkısız kompozite kıyasla bor nanopartikülleri katkılı kompozitlerde şekil değişimi daha az oranda artış sergilemiştir.

Epoksi kompozitlerin statik tokluk değerleri, gerilme-şekil değiştirme eğrileri altında kalan alan hesaplanarak elde edilmiştir. Tablo 4.7’de verilmiş olan statik tokluk değerleri incelendiğinde, katkısız kompozitte 20, 40 ve 60 günlük şartlandırma süreleri sonucunda, şartlandırılmamış kompozite kıyasla artış olduğu görülmektedir. Katkısız kompozitin tokluk değeri şartlandırmanın 20. gününden sonra çekme dayanımında yaşanan azalmalar sonucunda azalma eğilimi göstermiştir. BN katkılı kompozitin statik tokluk değeri üç şartlandırma süresinde şartlandırılmamış kompozite kıyasla artış göstermiştir. Ancak, 20 gün şartlandırılan numunenin statik tokluğu ile kıyaslandığında 40 ve 60. günlerde azalma eğilimi göstermiştir. B₄C katkılı kompozitin statik tokluk değerleri incelendiğinde ise 20 ve 40 gün şartlandırılan numunelerde katkısız kompozitten daha yüksek değerler elde edilirken, 60. gün sonunda daha düşük bir statik tokluk değeri elde edilmiştir.

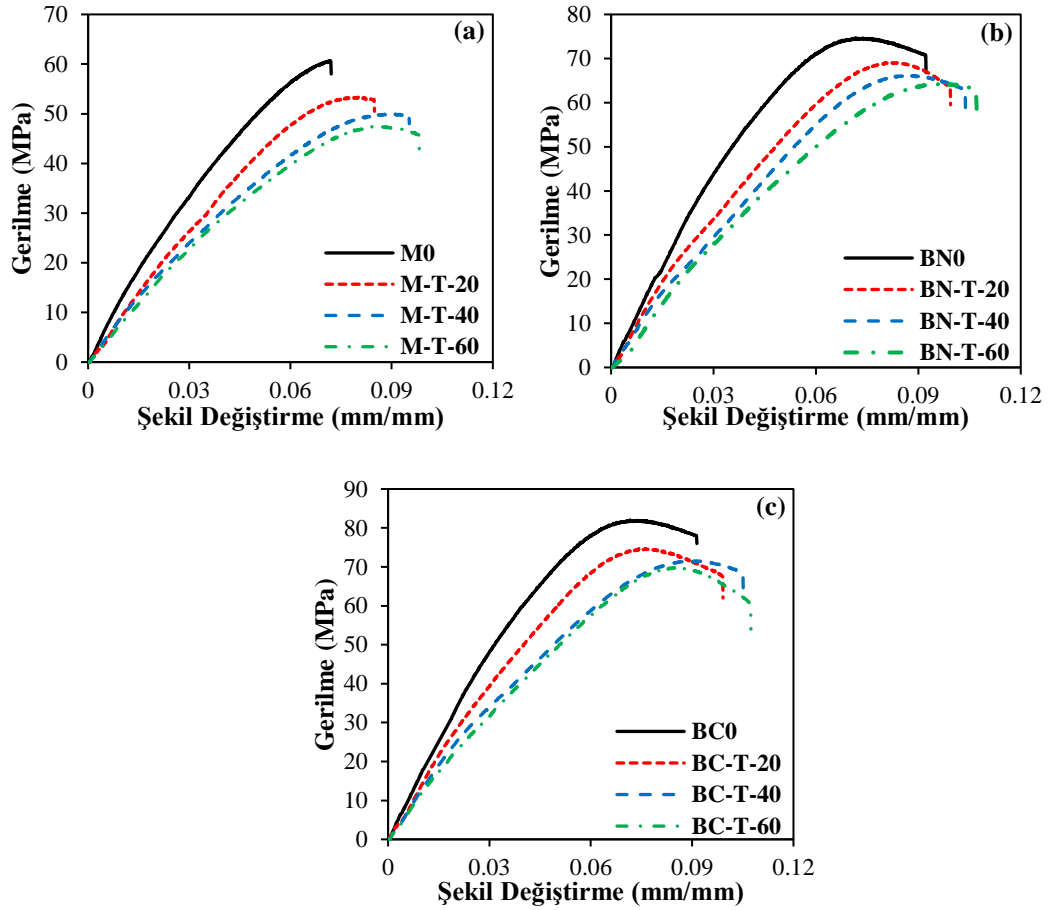
4.5.2. Tuzlu Su Ortamında Kompozitlerin Çekme Testi Sonuçları

Tuzlu su ortamına maruz bırakılan katkısız ve ağırlıkça %2 oranında BN ve B₄C nanopartikülleri katkılı epoksi kompozitlerin gerilme-şekil değiştirme grafikleri Şekil 4.17’de, elde edilen sonuçlar ise Tablo 4.8’de verilmiştir.

Şekil 4.17’de verilmiş olan gerilme-şekil değiştirme eğrileri göz önüne alındığında, tuzlu su ortamında şartlandırılmış kompozitlerin şartlandırılmamış eş değer numunelerine kıyasla daha farklı bir davranış sergilediği görülmektedir. Tuzlu su ortamında epoksi matriste plastikleşme, çatlak oluşumu ve hidroliz gibi deformasyonlar meydana gelmektedir. Kompozitlerin mekanik özelliklerinde yaşanan azalmalar sıvı emiliminin bir sonucudur (Ulus vd., 2019).

Kompozitlerin çekme dayanımı ve elastisite modüllü değerlerinde artan şartlandırma süresi ile azalma yaşanmıştır. Katkısız kompozitin çekme dayanımının 20 gün sonunda %12.1 oranında, 40 gün sonunda %17.7 oranında ve 60 gün sonunda ise yaklaşık %21.9 oranında azaldığı gözlemlenmiştir. BN katkılı kompozitin çekme dayanımı 20 gün sonunda %7.5 oranında azalmıştır. Saf su ortamında şartlandırılan eş

değer numune ile kıyaslandığında çekme dayanımında daha az miktarda azalma gözlemlenmiştir. Şartlandırmanın devam eden kısmında ise azalma davranışı devam etmekte ve 40 gün süren şartlandırma sonucunda çekme dayanımı %11.5 oranında azalırken, 60 günlük şartlandırması sonucunda ise çekme dayanımında %13.7 oranında azalma meydana gelmiştir. B₄C katkılı kompozitin çekme dayanımı ise 20, 40 ve 60 günlük şartlandırma süreleri sonucunda sırasıyla %9, %12.9 ve %14.9 oranlarında azalmıştır. Nemin yüksek olduğu ortamlarda sıvı molekülleri saf epoksi matrise daha kolay girmekte ve dolayısıyla matris içerisinde daha büyük hasarlara neden olmaktadır. Ancak nanopartikül katkılı epoksi kompozitlerde nanopartikülün özellikleri doğrultusunda su difüzyonu ve dolayısıyla hasar oranı azaltılmaktadır.



Şekil 4. 17. Tuzlu su ortamında şartlandırılan (a) katkısız, (b) BN ve (c) B₄C katkılı kompozitlerin gerilme-şekil değiştirme grafikleri

Tablo 4. 8. Tuzlu su ortamında şartlandırılan kompozitlerin çekme testi sonuçları

Numune	Çekme Dayanımı (MPa)	Şekil Değişirme (mm/mm)	Elastisite Modülü (MPa)	Statik Tokluk (MPa)
M0	60.70	0.0720	1210	2.57
M-T-20	53.34	0.0849	1015	2.81
M-T-40	49.95	0.0952	896	3.03
M-T-60	47.43	0.0982	835	2.98
BN0	74.73	0.0922	1912	4.80
BN-T-20	69.11	0.0994	1712	4.57
BN-T-40	66.15	0.1038	1513	4.50
BN-T-60	64.49	0.1071	1486	4.41
BC0	82.05	0.0913	2074	5.21
BC-T-20	74.69	0.0991	1835	5.06
BC-T-40	71.50	0.1051	1610	4.99
BC-T-60	69.83	0.1074	1581	4.93

Katkısız, BN ve B₄C katkılı kompozitlerin elastisite modülü değerleri incelendiğinde ise çekme dayanımına benzer şekilde azalma yaşandığı görülmektedir. Kompozitlerin tuzlu su ortamına maruz bırakılması sonucunda epoksi matris plastikleşme davranışı göstermektedir. Bu nedenle matrisin sünek bir hal alması nedeniyle elastisite modülünde azalma yaşanmaktadır. Katkısız kompozitin elastisite modülünde 20, 40 ve 60 günlük şartlandırma süreleri sonunda sırasıyla %16.1, %26 ve %31 oranında azalma meydana gelmiştir. Bor nanopartikülleri katkılı kompozitlerin elastisite modülünde ise katkısız kompozite kıyasla daha az oranda azalmalar meydana gelmiştir. Epoksi reçine bulunduğu ortamdan sıvı emilimine yatkın bir malzeme olması nedeniyle, yapılan nanopartikül katkısı sıvı emilimine tamamen engel olamamaktadır. Matrise dahil edilen nanopartiküller serbest hacmi azaltmakta ve sıvı difüzyon yolları üzerinde bariyer görevi görerek sıvı emilimini azaltmaktadır. BN katkılı kompozitin elastisite modülü 20, 40 ve 60 günlük şartlandırma süreleri için sırasıyla yaklaşık %10.5, %20.9 ve %22.3 oranlarında azalmıştır. Gerçekleştirilen kütle değişim testlerinde, BN nanopartikülüne kıyasla sıvı emilimini engellemede daha düşük bir performans gösteren B₄C nanopartikülü katkılı kompozitte ise küçük farklılıklar gözlemlenmiştir. Tuzlu su ortamına 20 gün maruz bırakılması sonucunda elastisite modülü değeri %11.5 oranında azalmıştır. 40 günlük ve 60 günlük şartlandırma sürelerinde ise elastisite modülü değeri azalma eğilimini sürdürerek sırasıyla %22.4 ve %23.8 oranında azalmıştır. Kompozitlerin mekanik özelliklerinde yaşanan azalmanın, kütle değişimi sonuçları ve DMA sonuçları ile uyumlu olduğu gözlemlenmiştir.

Saf su ortamına benzer davranışların gözlemlendiği tuzlu su ortamında, ters osmoz mekanizması nedeniyle, sıvı emilimi daha az oranda yaşanmıştır. Bu nedenle çekme dayanımında ve elastisite modülünde yaşanan azalmalar daha az oranda gerçekleşmiştir. Epoksi kompozitleri tuzlu su ortamına maruz kalması sonucunda dayanımının azaldığı birkaç araştırmaya konu olmuştur (Fang vd., 2017; Li vd., 2019; Quino vd.,2018; Sharma vd., 2018; Ulus vd., 2019). Literatürde yer alan çalışmalar ile sonuçların uyumlu olduğu görülmektedir.

Tuzlu su ortamına maruz bırakılan kompozitlerin şekil değişimlerinin artan şartlandırma süresi ile orantılı olarak artış gösterdiği görülmektedir. Katkısız epoksi kompozitin şekil değişimi 20 günlük şartlandırma sonucunda %17.9 oranında artış göstermiştir. Şartlandırmanın devam eden süresinde benzer davranışı devam ettirmiştir. 40 ve 60 günlük şartlandırma sonunda ise numunelerin şekil değişimleri sırasıyla %32.2 ve %36.4 oranlarında artış sergilemiştir. Kompozitlerin şekil değişiminde gerçekleşen artış, epoksi matrisin tuzlu su ortamında plastikleşmesi sonucunda daha yumuşak bir hal almasından kaynaklanmaktadır. Katkısız kompozitin şekil değişiminde gözlemlenen artış eğilimi bor nanopartikülleri katkılı kompozitlerde de gözlemlenmiştir. Ancak elde edilen artış oranları nispeten daha düşüktür. BN katkılı kompozitin şekil değişimi 20, 40 ve 60 günlük şartlandırma süreleri sonunda sırasıyla %7.8, %12.6 ve %16.2 oranlarında artış göstermiştir. B₄C katkılı kompozitte ise BN katkılı kompozite benzer sonuçlar elde edilmiştir. B₄C katkılı kompozitin şekil değişimi 20 gün sonunda %8.5 artış göstermiştir. Şartlandırmanın 40 ve 60. günlerinde ise şekil değişimleri sırasıyla %15.1 ve %17.6 oranlarında artış sergilemişlerdir. Bu sonuçlar BN ve B₄C nanopartikülleri katkılı kompozitlerin daha düşük oranda gerçekleştirdiği sıvı emilimi sonuçları uyumludur. Epoksi matrise nanopartikül ilavesinin hem plastikleşme davranışını azaltıcı yöndeki etkisi hem de kompozitin sertliğini arttırıcı etkisi şekil değişiminde yaşanan artışı azaltmıştır.

Kompozitlerin statik tokluk değerleri incelendiğinde ise tuzlu su ortamının etkileri doğrultusunda değişim yaşandığı gözlemlenmiştir. Katkısız kompozitin statik tokluk değeri gerilme-şekil değiştirme eğrisinin altında kalan alanın artması sonucunda şartlandırılmamış numuneye kıyasla artış göstermiştir. Bu durum önemli ölçüde artış gösteren şekil değişiminin bir sonucudur. Şartlandırmanın 60 günlük süreci sonunda 40 gün şartlandırılan numuneye kıyasla hafif bir azalma yaşanmıştır. Söz konusu bu durumun şekil değişiminin artmasına karşın çekme dayanımının

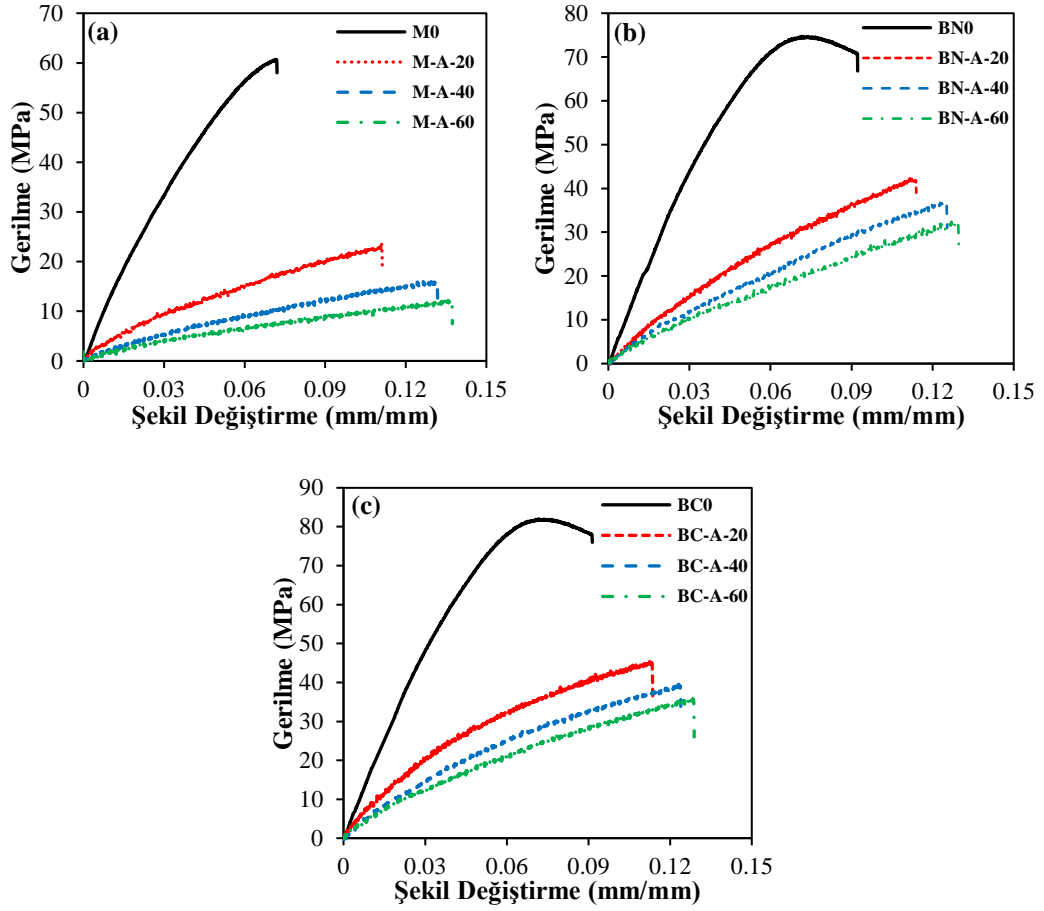
azalmasından kaynaklanmaktadır. BN ve B₄C katkılı kompozitlerde ise tam tersi bir durum gözlemlenmiştir. Her iki kompozitin de şartlandırılmamış eş değer numunelerine kıyasla artan şartlandırma süresi ile statik toklukları azalmıştır. Bu durumun çekme dayanımlarının azalan bir davranış sergilemesi sonucunda gerçekleşmiştir.

4.5.3. Sülfürik Asit Ortamında Kompozitlerin Çekme Testi Sonuçları

Sülfürik asit ortamına 20, 40 ve 60 günlük sürelerde maruz bırakılan katkısız, BN ve B₄C nanopartikülleri katkılı kompozitlerin gerilme-şekil değiştirme grafikleri Şekil 4.18’de, gerilme-şekil değiştirme eğrileri kullanılarak belirlenen mekanik özellikleri ise Tablo 4.9’da verilmiştir.

Sülfürik asit çözeltisine maruz bırakılan katkısız, ağırlıkça %2 oranında BN ve B₄C nanopartikülleri katkılı epoksi kompozitlerin çekme testi sonuçları incelendiğinde mekanik özelliklerinde önemli azalmaların yaşandığı görülmektedir. Katkısız kompozitin çekme dayanımı şartlandırılmamış kompozit ile kıyaslandığında 20 günlük şartlandırma sonucunda %61.3 oranında azalmıştır. Özellikle sıvı emiliminin önemli ölçüde gerçekleştiği ilk 20 günlük süreç epoksi matrisin önemli ölçüde deformasyona uğradığı kısımdır. Bu nedenle kompozit çekme dayanımında şartlandırmanın ilk sürecinde keskin bir düşüş yaşamıştır. Şartlandırmanın 40 ve 60 günlük süreleri ele alındığında ise, katkısız kompozitin çekme dayanımında sırasıyla yaklaşık %73.3 ve %80 oranlarında azalma meydana gelmiştir.

Polimer malzemelerin buldukları ortamdan sıvı emmesi polimer zincir yapısında hidroliz ve kesilmeler ile sonuçlanmaktadır (Amini ve Khavandi, 2018). Ayrıca, asidik çözeltilere maruz kalan polimer malzemelerde su ve asitin bileşik etkisi sonucunda matris içerisinde çukurcuklar oluşmakta ve şişme gerçekleşmektedir. Sülfürik asit maruziyetin devam etmesi sonucunda ise matriste kabarcıkların oluşmasına neden olmaktadır. Oluşan bu kabarcıklar malzemenin son parçalanma anına kadar büyümeye devam etmektedir (Amaro vd., 2013; Hammami ve Al-Ghuilani, 2004). Tüm bunların yanı sıra asidik çözeltilere maruz bırakılan polimer malzemelerin matrisinde çatlaklar oluşmakta ve bu oluşan çatlaklar mekanik özelliklerde önemli oranda azalmaya neden olmaktadır (Uthaman vd., 2020).



Şekil 4. 18. Sülfürik asit ortamında şartlandırılan (a) katkısız, (b) BN ve (c) B₄C katkılı kompozitlerin gerilme-şekil değişirme grafikleri

BN ve B₄C katkılı epoksi kompozitlerin gerilme-şekil değişirme eğrileri incelendiğinde ise, saf su ve tuzlu su ortamlarına kıyasla, daha düşük çekme dayanımı değerleri elde edildiği görülmektedir. BN katkılı kompozitin çekme dayanımında 20, 40 ve 60 günlük şartlandırma sürelerinin sonucunda sırasıyla yaklaşık %43.3, %50.8 ve %56.7 oranlarında azalma meydana gelmiştir. BN nanopartikülüne benzer davranış sergileyen B₄C nanopartikülü katkılı kompozitin çekme dayanımında ise 20. gün sonunda %44.4, 40. gün sonunda %51.6 ve 60. gün sonunda ise %56.3 oranlarında azalma elde edilmiştir. Bor nanopartiküllerinin epoksi matrisin mekanik özelliklerini geliştirmede önemli etkileri olduğu bilinmektedir (Agrawal ve Chandrakar, 2020; Madhanagopal ve Gopalakannan, 2018). Silan bileşikleri ile fonksiyonelleştirilmiş nanopartiküller matris içerisinde homojen bir dağılım dergileyerek serbest hacmi doldurmakta ve sıvı emilimini azaltmaktadır. Bu sayede BN ve B₄C nanopartikülleri katkılı kompozitlerin çekme dayanımları nispeten daha az miktarda azalma davranışı sergilemiştir.

Katkısız ve bor nanopartikülleri katkılı epoksi kompozitlerin Tablo 4.9’de verilmiş olan elastisite modülü değerleri incelendiğinde ise, çekme dayanımına benzer şekilde azalan bir davranış sergilediği görülmektedir. Kompozitlerin saf su ve tuzlu su ortamlarında gösterdikleri sünek davranış, sülfürik asit ortamında daha belirgin bir hal almıştır. Sülfürik asit çözeltisinin ve sıcaklığın bileşik etkisi epoksi matrisi tahrip etmiştir. Çekme testi öncesinde numunelerin son derece yumuşak haldeki yapısı ve çekme testi sonuçları göz önüne alındığında, plastikleşmenin diğer ortamlardan fazla olduğu söylenebilir. Artan sünekliğin sonucunda üç kompozitin de elastisite modüllerinde önemli ölçüde azalma yaşanmıştır. Katkısız epoksi kompozitin 1210 MPa değerindeki elastisite modülü şartlandırmanın 20. günü sonunda %43.6 oranında azalarak 683 MPa değerine düşmüştür. Şartlandırmanın 40 ve 60 günlük süreçleri sonunda ise elastisite modüllerinde sırasıyla yaklaşık %73.3 ve %79.7 oranında azalma meydana gelmiştir.

Tablo 4. 9. Sülfürik asit ortamında şartlandırılan kompozitlerin çekme testi sonuçları

Numune	Çekme Dayanımı (MPa)	Şekil Değiştirme (mm/mm)	Elastisite Modülü (MPa)	Statik Tokluk (MPa)
M0	60.70	0.0720	1210	2.57
M-A-20	23.49	0.1113	683	1.51
M-A-40	16.23	0.1318	323	1.21
M-A-60	12.11	0.1373	246	0.94
BN0	74.73	0.0922	1912	4.80
BN-A-20	42.30	0.1139	1358	2.76
BN-A-40	36.77	0.1254	1048	2.59
BN-A-60	32.39	0.1297	863	2.33
BC0	82.05	0.0913	2074	5.21
BC-A-20	45.64	0.1136	1460	3.23
BC-A-40	39.74	0.1239	1090	2.92
BC-A-60	35.84	0.1288	956	2.71

Bor nanopartikülleri katkılı kompozitlerin şartlandırma öncesi gösterdikleri sert yapı, şartlandırma sürecinde maruz kaldıkları kimyasal saldırı nedeniyle daha yumuşak bir hale dönüşmüştür. BN katkılı kompozitin elastisite modülü 20, 40 ve 60 gün sülfürik asit maruziyeti sonrasında sırasıyla yaklaşık %29, %45.2 ve %54.9 oranlarında azalmıştır. B₄C katkılı kompozitin elastisite modülü ise şartlandırmanın 20. günü sonunda %29.6 oranında azalmıştır. Devam eden süreçte ortamın etkileri sonucunda azalma davranışını devam ettiren elastisite modülü, 40 ve 60 gün sonunda sırasıyla %47.4 ve %53.9 oranlarında azalmıştır. Sıvı emilimini azaltıcı yönde etki eden BN ve B₄C nanopartikülleri sülfürik asit ortamında da benzer davranışı göstermiştir. Asit ortamının kompozitler üzerindeki yıkıcı etkisini azaltmada önemli

ölçüde etki etmiştir. Elastisite modülünde gözlemlenen azalmalar kompozitlerin DMA ile elde edilen depolama modülündeki azalma oranları ile uyumludur.

Kompozitlerin sülfürik asit ortamındaki sünek davranışının etkilediği bir diğer sonuç olan şekil değişimleri incelendiğinde, saf su ve tuzlu su ortamına benzer şekilde, artış yaşandığı gözlemlenmiştir. Katkısız kompozit göz önüne alındığında 20 günlük maruziyet sonucunda şekil değişiminin %54.6 oranında arttığı gözlemlenmiştir. Şartlandırmanın 40. günü sonunda şekil değişiminde %83.1 artış yaşanırken 60. gün sonunda bu değer maksimuma ulaşarak %90.7 artış göstermiştir. BN nanopartikülü katkıli kompozit ise katkısız kompozite benzer şekilde, şartlandırmanın 20, 40 ve 60 günlük maruziyeti sonunda şekil değişimi sırasıyla %23.5, %36 ve %40.7 oranlarında artış göstermişlerdir. B₄C nanopartikülü katkıli kompozit ise asidik ortama maruz bırakılmasının 20. günü sonunda şekil değişimi %24.4 oranında artış sergilemiştir. Maruziyet süresi 40 ve 60 güne çıktığında ise şekil değişimi sırasıyla %35.7 ve 41.1 oranlarında artan bir davranış sergilemiştir. Bor nanopartiküllerinin sert doğası gereği daha sert bir hal alan kompozitlerin şekil değişimi katkısız kompozite kıyasla daha az oranda artış göstermiştir.

Tablo 4.9’de verilmiş olan katkısız, BN ve B₄C katkıli kompozitlerin statik tokluk değerlerini incelendiğinde, üç kompozitin de benzer davranışı sergilediği görülmektedir. Statik tokluk değerleri artan şartlandırma süresi ile orantılı olarak azalmıştır. Bu durum asit çözeltisinin etkileri neticesinde artış gösteren şekil değişimine karşın önemli ölçüde azalan çekme dayanımından kaynaklanmaktadır.

5. SONUÇ VE ÖNERİLER

Yapılan tez çalışmalarında katkısız ve bor nanopartikülleri katkılı epoksi kompozitlerin farklı çalışma ortamlarındaki davranışlarını ve bu ortamlarda bor nanopartiküllerin etkisinin belirlenmesi amaçlanmıştır. Bu doğrultuda ilk olarak bor nitrür (BN) ve bor karbür (B₄C) nanopartiküllerin yüzeyleri sırasıyla 3-(aminopropyl) triethoxysilane ve 3-(glycidyoxypropyl) trimethoxysilane bileşikleri ile fonksiyonelleştirilmiştir. Fonksiyonelleştirilen BN ve B₄C nanopartikülleri katkılı ve katkısız epoksi kompozitlerin üretimi gerçekleştirilmiştir. Üretilen katkısız, BN ve B₄C katkılı epoksi kompozitler 40°C sıcaklıktaki saf su, tuzlu su ve sülfürik asit çözeltisi ortamlarında 20, 40 ve 60 günlük sürelerde şartlandırılmıştır. Yapılan analizler sonucunda elde edilen sonuçlar aşağıda özetlenmiştir.

Gerçekleştirilen kütle değişimi testi sonucunda tüm ortamlarda kompozitler şartlandırmanın ilk aşamasında hızlı ve yüksek miktarda sıvı Emilimi gerçekleştirerek doğrusal artış gösteren eğriler elde edilmiştir. Devam eden sürede doygunluk durumuna yaklaşan kompozitlerin sıvı Emilimi yavaşlamış ve eğrinin eğimi sıfıra yaklaşmıştır. Katkısız, BN ve B₄C katkılı kompozitler, saf su ortamında yaklaşık 25 gün sonunda sırasıyla %2.98, %2.26 ve %2.48 oranlarında sıvı içeriği ile doygunluğa ulaşmıştır. Tuzlu su ortamında katkısız, BN ve B₄C katkılı kompozitler sırasıyla %2.82, %2.13 ve %2.35 oranlarında sıvı içeriği ile yaklaşık olarak 34 günde doygunluk durumuna ulaşmıştır. Sülfürik asit ortamında ise diğer iki ortamdan daha kısa sürede doygunluğa ulaşan (yaklaşık 20 gün) katkısız, BN ve B₄C katkılı epoksi kompozitlerin doygunluk anındaki sıvı içerikleri sırasıyla %11.94, %9.06 ve %9.71 oranlarında elde edilmiştir.

Kütle değişimi testinin bir diğer sonucu olan difüzyon katsayılarının kompozitlerin emdiği sıvı miktarı ile uyumlu olduğu gözlemlenmiştir. Saf su ortamında şartlandırılan katkısız, BN ve B₄C katkılı kompozitlerin difüzyon katsayıları sırasıyla 9.085×10^{-13} m²/s, 6.073×10^{-13} m²/s ve 8.328×10^{-13} m²/s olarak elde edilmiştir. Benzer şekilde tuzlu su ortamında ise katkısız, BN ve B₄C katkılı kompozitlerin difüzyon katsayıları sırasıyla 6.209×10^{-13} m²/s, 3.748×10^{-13} m²/s, 5.389×10^{-13} m²/s değerlerinde elde edilmiştir. Sülfürik asit ortamına maruz bırakılan

katkısız, BN ve B₄C katkılı kompozitlerde ise sırasıyla 1.412×10^{-12} m²/s, 1.131×10^{-12} m²/s ve 1.197×10^{-12} m²/s değerlerinde difüzyon katsayıları elde edilmiştir.

Saf su ortamına belirli sürelerde maruz bırakılan kompozitlerin FT-IR spektrumlarında yaklaşık 3400 cm⁻¹ dalga boyu civarında gözlemlenen hidroksil gruplarını (-OH) işaret eden pikin şiddetinde azalma yaşanırken, 1742 cm⁻¹ dalga boyundaki deki ester bağının göstergesi olan pikin şiddetinde artış gözlemlenmiştir. Piklerde yaşanan bu değişim sıvı moleküllerinin epoksi polimer yapısına nüfuz ederken hidroksil grubu oluşumuna sebep olduğunun bir göstergesidir. 1640 cm⁻¹ dalga boyu civarındaki C=O karakteristik grubunun pik şiddeti artan şartlandırma süresi ile azalırken, 2925 cm⁻¹ dalga boyu civarındaki dalga boyunda C-H grubunun pik şiddetinde artış yaşanmıştır. Epoksinin ortamın etkileri doğrultusunda bozunmaya uğramasının bir göstergesi olan bu durum metil ve metilen gruplarının içerdiği C-H grubunun oksitlenmesi sonucu doymuş aldehit, keton, ester veya asitin oluşumuna işaret etmektedir. Bor nanopartikülleri katkılı kompozitlerin eşdeğer spektrumları katkısız kompozit ile kıyaslandığında hidroksil gruplarının, diğer bir ifade ile sıvı emiliminin, azaldığı gözlemlenmiştir.

Tuzlu su ortamının FT-IR spektrumları değerlendirildiğinde saf su ortamında şartlandırılan numunelere benzer şekilde hidroksil grubunun pik şiddetlerinde artan şartlandırma süresi ile azalma gözlemlenmiştir. Tuzlu su ortamında sıvı emilimi saf su ortamına kıyasla daha az olduğu için, saf su ortamındaki 1509 cm⁻¹, 1243 cm⁻¹ ve 843 cm⁻¹ dalga boylarında bulunan piklerin şiddetlerinde saf su ortamına kıyasla artış gözlemlenmiştir. 1038 cm⁻¹ dalga boyunda gözlemlenen eterik bağların (C-O-C) bozulması sebebiyle artan şartlandırma süresiyle pik şiddetlerinde artış yaşanmıştır. Eterik bağlarının bozulması hidroksil grubu artışına neden olmaktadır. Tuzlu su ortamında şartlandırılan BN ve B₄C katkılı kompozitlerin FT-IR spektrumları saf su ortamındaki eş değer FT-IR spektrumları ile kıyaslandığında birkaç farklılık gözlemlenmiştir. Saf su ortamına benzer şekilde, BN ve B₄C nanopartiküllerinin katkısı sıvı emiliminde azalmaya neden olmuştur. Katkısız kompozit ile kıyaslandığında hidroksil grubu pik şiddetlerinde yaşanan artış bu durumun göstergesidir.

Asit ortamına maruz bırakılan katkısız kompozitin FT-IR spektrumları incelendiğinde ise 2920 cm⁻¹ dalga boyu civarında gözlemlenen -CH bağlarına işaret eden pikin artan şartlanma süresi ile yüksek enerjili bölgeye doğru kaydığı

gözlemlenmiştir. Asidik ortam bu yapıların tahribatına sebep olmuş ve bağ kuvvetlerinde zayıflamaya yol açmıştır. Şartlandırılan numunelerde 1705-1811 cm^{-1} dalga boyu aralığındaki gözlemlenen pikin artan şartlandırma süresi ile şiddetinde düşüş gözlemlenmiştir. Bu pik sülfürik asitin konsantrasyonuna bağlıdır ve karbonil grubunun oluşumuna işaret etmektedir. Ayrıca, şartlandırma sonucu 1658 cm^{-1} dalga boyu civarında gözlemlenen pik asit ortamının aromatik $\varphi\text{-C}=\text{C}$ gerilme deformasyonuna sebep olduğunun göstergesidir. Katkısız kompozitte şartlandırma sonucu 1150-1289 cm^{-1} dalga boyu aralığında gözlemlenen ve SO grubuna ait bağları işaret eden pik BN ve B_4C katkılı kompozitlerde sırasıyla 1169-1280 cm^{-1} ve 1172-1272 cm^{-1} dalga boyu aralıklarında gözlemlenmiştir. Her iki kompozitte de artan şartlandırma süresi ile katkısız kompozite kıyasla pik şiddetinde artış yaşandığı gözlemlenmiştir. Bu durum BN ve B_4C katkılı kompozitlerin daha az sıvı emerek bozulmayı azalttığına işaretir.

Saf su ortamında şartlandırılan kompozitlerin DSC analizi sonuçlarından katkısız kompozitin camsı geçiş sıcaklığı (T_g) 20, 40 ve 60 günlük süreler sonunda sırasıyla %9.1, %5.98 ve %3.9 oranlarında azaldığı belirlenmiştir. Bor nanopartikülleri katkılı kompozitlerde ise benzer azalma davranışı gözlemlenmiştir. Nanopartiküllerin etkileri doğrultusunda daha az oranlarda düşüş yaşanmıştır. BN katkılı kompozitin T_g değeri 20, 40 ve 60 gün sonunda sırasıyla %6.1, %3.95 ve %2.12 azalırken, B_4C katkılı kompozit için bu azalma %7.2, %4.48 ve %2.89 oranlarında elde edilmiştir. Şartlandırmanın ilk aşamasında yoğun olarak gözlemlenen Tip I bağlı suyun etkisi sonucu yaşanan plastikleşmenin etkisi ile T_g değerlerinde azalma yaşandığı gözlemlenmiştir. Saf su ortamının devam eden etkileri ve sıcaklığın etkisi nedeniyle ikincil çapraz bağlanma olarak isimlendirilen Tip II bağlı su oluşumu gerçekleşmektedir. Tip I bağlı suyun aktivasyon enerjisinden daha yüksek bir aktivasyon enerjisine sahip olması nedeniyle “ikincil” veya “sözde” çapraz bağlanma olarak isimlendirilmekte olan bu bağlı su molekülleri T_g değerinin artmasına neden olmaktadır.

Tuzlu su ortamında şartlandırılan kompozitlerin T_g değerleri incelendiğinde ise şartlandırmanın 20 ve 40 günlük süreleri sonunda azalma, 60 gün sonunda ise hafif bir artış elde edilmiştir. Katkısız kompozit ile kıyaslandığında fonksiyonelleştirilmiş BN ve B_4C katkılı kompozitlerde daha az miktarda düşüş elde edilmiştir. Şartlandırmanın

60 günlük süreci sonunda katkısız, BN ve B₄C katkılı kompozitlerin T_g değerlerinde sırasıyla %4.2, %2 ve %28 oranlarında azalma elde edilmiştir.

Sülfürik asit ortamında şartlandırılan kompozitlerin T_g değerleri incelendiğinde diğer ortamlara kıyasla önemli düşüş elde edilmiştir. T_g değerlerinde yaşanan azalma sülfürik asit çözeltisinin tahrip edici etkileri nedeniyle plastikleşme ve oksidasyon ve hidroliz oluşumuna bağlı olarak polimer zincirlerde kesilmelerin yaşanması sonucunda meydana gelmiştir. Katkısız kompozitin T_g değerleri 20, 40 ve 60 gün sonunda sırasıyla %10, %16.2 ve %23.4 azalmıştır. Fonksiyonelleştirilmiş BN ve B₄C katkılı kompozitler şartlandırmanın T_g değerleri 60. günü sonunda sırasıyla %17 ve %18.4 oranlarında azalma meydana gelmiştir.

Kompozitlerin depolama modülü değerlerinde ortamların etkileri doğrultusunda azalma elde edilmiştir. Depolama modülü malzeme sertliğinin bir göstergesidir. Ancak yüksek nem içeren ortamlara maruz bırakılan epoksi matrisli kompozitlerde plastikleşmenin etkisi ile daha yumuşak bir hal almaktadır. Saf su ortamına maruz bırakılan katkısız kompozitin depolama modülü değeri 20, 40 ve 60 gün sonunda sırasıyla %13.3, %18.6 ve %29.7 oranlarında azalma yaşanmıştır. Bor nanopartikülleri katkılı kompozitlerde ise sıvı emiliminin ve plastikleşmenin daha az oranda yaşanması nedeniyle depolama modülündeki azalma daha düşük oranlarda gerçekleşmiştir. Çapraz bağ yoğunluğu değerlerinde yaşanan azalma ise depolama modülü değerlerindeki düşüş ile birbirini desteklemektedir. Katkısız kompozitin çapraz bağ yoğunluklarında 20, 40 ve 60 gün sonunda sırasıyla %20.7, %14.3 ve %11.4 oranlarında azaldığı gözlemlenmiştir. BN katkılı kompozitin çapraz bağ yoğunluğu 20, 40 ve 60 gün sonunda sırasıyla %14.4, %10.8 ve %7.7 oranlarında azalma göstermiştir. B₄C katkılı kompozitte ise 20, 40 ve 60 gün sonunda çapraz bağ yoğunluğunda sırasıyla %15.7, %11.9 ve %8.5 oranlarında azalma elde edilmiştir.

Tuzlu su ortamında kompozitlerin depolama modülünde yaşanan azalmalar ise saf su ortamına benzer ancak daha düşük oranlarda gerçekleşmiştir. Katkısız kompozitin depolama modülü değerlerinde 20, 40 ve 60. gün sonunda sırasıyla %6.7, %15.8 ve %24.2 oranlarında azalma gerçekleşmiştir. BN katkılı kompozitin depolama modülünde yaşanan azalmalar 20, 40 ve 60. gün sonunda sırasıyla %5.8, %9 ve %11.9 oranlarında elde edilmiştir. B₄C katkılı kompozitte ise 20, 40 ve 60 günlük şartlandırma sonucunda sırasıyla %6, %11 ve %15.3 oranlarında azalma meydana gelmiştir. Bu azalma oranları tuzlu su ortamına maruz kalan numunelerin

plastikleşerek daha yumuşak bir yapı halini alması nedeniyle gerçekleşmiştir. Elde edilen azalmalar T_g değerleri ile kıyaslandığında ise birbirini desteklediği gözlemlenmiştir. Katkısız kompozitin T_g değeri 20. gün sonunda %6.6 oranında azalmıştır. Bor nanopartikülleri katkılı kompozitlerin T_g değerlerinde yaşanan azalmalar nanopartiküllerin sıvı emilimini engelleyici özellikleri sayesinde katkısız kompozitlerden daha düşük miktarda olduğu gözlemlenmiştir. Katkısız kompozitin 20 gün sonunda elde edilen T_g değeri ile karşılaştırıldığında, BN nanopartikülü katkılı epoksi kompozitte %9.2 oranında ve B_4C katkılı epoksi kompozitte ise %7.9 oranında daha yüksek değerler elde edilmiştir.

Sülfürik asit çözeltisine maruz bırakılan kompozitlerin depolama modülü değerleri ele alındığında ise katkısız kompozitin 20, 40 ve 60 günlük şartlandırması sonucunda sırasıyla %60, %76.6 ve %83.8 oranlarında azalma yaşanmıştır. B_4C katkılı kompozitte 20, 40 ve 60 gün sonunda depolama modülünde sırasıyla %43.4, %54.3 ve %69 oranlarında azalma yaşanırken, BN katkılı kompozitte bu azalmalar sırasıyla %43.1, %52.6 ve %67.2 oranlarında elde edilmiştir. Sülfürik asit ortamının yıkıcı etkisi BN ve B_4C nanopartikülleri katkılı kompozitleri de etkilemiştir ancak katkısız kompozite kıyasla depolama modülünde daha az oranda azalma yaşanmıştır. Bu durum BN ve B_4C nanopartiküllerinin matris içerisine sıvı emilimini azaltan davranışından kaynaklanmaktadır. Kompozitlerin depolama modülü, T_g değeri ve çapraz bağ yoğunluğu incelendiğinde birbirleri ile uyumlu olduğu gözlemlenmiştir. Asidik ortamda yaşanan plastikleşme ve zincir kesilmeleri malzemenin bu özelliklerinde azalmaya neden olmaktadır.

Epoksi kompozitlerin çekme testi sonuçları ele alındığında, kompozitlerin mekanik özelliklerin de ortamlardan etkilendiği gözlemlenmiştir. Saf su ortamında şartlandırılan katkısız kompozitin çekme dayanımı ve elastisite modülü 60 gün sonunda sırasıyla %29.3 ve %44.7 oranlarında azaldığı belirlenmiştir. Yaşanan bu azalma davranışı fonksiyonelleştirilmiş bor nanopartikülleri katkılı kompozitler ile kıyaslandığında daha fazla oranda olduğu gözlemlenmiştir. BN katkılı kompozitin çekme dayanımı ve elastisite modülü değerleri sırasıyla %17.7 ve %27.4 oranlarında azalırken, B_4C katkılı kompozitte sırasıyla %18.1 ve %28.4 oranlarında azalma yaşanmıştır. Kompozitlerin sıvı emilimi davranışının mekanik özelliklere olan olumsuz etkisinin yanı sıra, BN ve B_4C nanopartikülleri katkılı kompozitlerin sıvı emilim miktarları göz önüne alındığında sonuçların uyumlu olduğu gözlemlenmiştir.

Tuzlu su ortamında şartlandırılan kompozitlerin çekme testi sonuçları incelendiğinde saf su ortamına benzer şekilde artan şartlandırma süresi ile mekanik özelliklerinde azalma elde edilmiştir. Ancak elde edilen azalma oranlarının saf su ortamından daha az miktarda olduğu gözlemlenmiştir. Katkısız epoksi kompozitin çekme dayanımı 60 gün sonunda %21.9 oranında azalmıştır. BN ve B₄C katkılı kompozitlerin çekme dayanımları ise 60 günlük şartlandırması sonucunda %13.7 ve %14.9 oranlarında azalmıştır. Sıvı moleküllerinin epoksi matrise difüze olması matris içerisinde hasarlara neden olmaktadır. Ancak nanopartikül katkılı epoksi kompozitlerde nanopartikülün özellikleri doğrultusunda su difüzyonu azaltılmakta ve dolayısıyla yaşanan hasarın boyutu azalmaktadır. Kompozit numunelerin şekil değişimleri incelendiğinde ise tam tersi şekilde artan şartlandırma süresi ile artış elde edilmiştir.

Sülfürik asit ortamında ise katkısız kompozitin çekme dayanımı ve elastisite modülü artan şartlandırma süresi ile azalırken, şekil değişiminde artan bir davranış elde edilmiştir. Katkısız kompozitin çekme dayanımı ve elastisite modülü 60 günlük şartlandırma sonunda %80 ve %79.7 oranlarında azalmıştır. BN ve B₄C katkılı kompozitlerin çekme dayanımları ise asit ortamına maruz bırakıldıkları 60 gün sonunda sırasıyla %56.7 ve %56.3 oranlarında azalmıştır. Sıvı emilimini azaltıcı yönde etki eden BN ve B₄C nanopartikülleri sülfürik asit ortamında benzer davranışı göstermiştir. Asit ortamının epoksi matris üzerindeki zararlı etkilerini azaltmada etkili olmuştur.

Bor nitrür ve bor karbür nanopartikülleri karbon nanotüp, grafen, nanokil gibi yaygın olarak kullanılan nanopartiküller ile kıyaslandığında sahip olduğu üstün özellikleri nedeniyle endüstriyel pek çok alanda kullanılacağı düşünülmektedir. Borun sadece ham cevher olarak değil bir kullanım ürününe dönüştürüp kullanılması, dünya bor rezervlerinin büyük bölümünü bünyesinde barındıran ülkemiz için önem teşkil etmektedir. Havacılık ve deniz sektörü gibi malzemelerin sıklıkla nemli ortamlara maruz kaldığı sektörlerde bor nanopartiküllerinin kompozit malzemelerde, yapıştırıcılar ve yapıştırma bağlantılarında kullanılması sürekliliğin devamını ve performansı artırıcı yönde etki edeceği düşünülmektedir.

KAYNAKÇA

- Abd-Elghany, M. and Klapötke, T. M. (2018). A review on differential scanning calorimetry technique and its importance in the field of energetic materials. *Physical Sciences Reviews*, 3(4), 20170103. <https://doi.org/10.1515/psr-2017-0103>
- Abenojar, J., Martínez, M. A., Velasco, F., Pascual-Sánchez, V. and Martín-Martínez, J. M. (2009). Effect of boron carbide filler on the curing and mechanical properties of an epoxy resin. *Journal of Adhesion*, 85(4–5), 216–238. <https://doi.org/10.1080/00218460902881782>
- Agrawal, A. and Chandrakar, S. (2020). Influence of particulate surface treatment on physical, mechanical, thermal, and dielectric behavior of epoxy/hexagonal boron nitride composites. *Polymer Composites*, 41, 1574–1583. <https://doi.org/10.1002/pc.25479>
- Alamri, H. and Low, I. M.. (2012). Effect of water absorption on the mechanical properties of nano-filler reinforced epoxy nanocomposites. *Materials & Design*, 42, 214–222. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.05.060>
- Al-Harhi, M., Kahraman, R., Yilbas, B., Sunar, M. and Abdul Aleem, B. J. (2004). Influence of water immersion on the single-lap shear strength of aluminum joints bonded with aluminum-powder-filled epoxy adhesive. *Journal of Adhesion Science and Technology*, 18(15–16), 1699–1710. <https://doi.org/10.1163/1568561042708386>
- Al-Rubaye, O. K.M. (2020). Valorization of spent coffee grounds into biodiesel: blending with alcohols, engine performance and FT-IR, TGA, DSC AND NMR characterizations. M. Sc. thesis, Erciyes University Graduate School of Natural and Applied Sciences, Kayseri.
- Al-Sabagh, A., Taha, E., Kandil, U., Awadallah, A., Nasr G. M., Reda Taha M. (2017) Monitoring moisture damage propagation in GFRP composites using carbon nanoparticles. *Polymers*. 9(3), 94. <https://doi.org/10.3390/polym9030094>
- Amaro, A. M., Reis, P. N. B., Neto, M. A. and Louro, C. (2013). Effects of alkaline and acid solutions on glass/epoxy composites. *Polymer Degradation and Stability*, 98(4), 853–862. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2012.12.029>
- Amini, M. and Khavandi, A. (2018). Evaluation of the electrical properties and mechanical behavior of insulator's composite core in harsh environments. *Materials Research Express*, 5(11), 115306. <https://doi.org/10.1088/2053-1591/aadde1>
- Arribas, C., Prolongo, M. G., Sánchez-Cabezudo, M., Moriche, R. and Prolongo, S. G. (2019). Hydrothermal ageing of graphene/carbon nanotubes/epoxy hybrid nanocomposites. *Polymer Degradation and Stability*, 170, 109003. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2019.109003>
- Aslan, A. (2018). *Korozif ortamın yapıştırıcı ve yapıştırıcı bağlantıları üzerine etkilerinin incelenmesi*. Doktora Tezi, Selçuk Üniversitesi Fen bilimleri Enstitüsü, Konya.
- Asi, T. (2018). *Polimer matrisli kompozit malzemelerde ilave olarak kullanılan parçacıkların geometrisinin kompozit malzemelerin fiziksel ve mekaniksel özelliklerine etkisinin araştırılması*. Doktora Tezi, Uşak Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Uşak.
- Aslan, A., Salur, E., Düzcükoğlu, H., Sinan Şahin, Ö., & Ekrem, M. (2021). The effects of harsh aging environments on the properties of neat and MWCNT reinforced epoxy resins. *Construction and Building Materials*, 272, 121929. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.121929>
- Berry, N. G., D'Almeida, J. R. M., Barcia, F. L., & Soares, B. G. (2007). Effect of water absorption on the thermal-mechanical properties of HTPB modified DGEBA-based

- epoxy systems. *Polymer Testing*, 26(2), 262–267. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2006.10.009>
- Bhattacharya, S. N., Kamal, M. R. and Gupta R. K. (2008). *Polymeric nanocomposites theory and practice*. Munich: Hanser Publishers.
- Blackburn, B. P., Tatar, J., Douglas, E. P. and Hamilton, H. R. (2015). Effects of hygrothermal conditioning on epoxy adhesives used in FRP composites. *Construction and Building Materials*, 96, 679–689. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.08.056>
- Callister, W. D. and Rethwisch, D. G. (2012). *Fundamentals of materials science and engineering an integrated approach* (4th ed.). USA: Wiley.
- Campbell, F. C. (2004). *Manufacturing processes for advanced composites*. Oxford: Elsevier.
- Capiel, G., Uicich, J., Fasce, D., and Montemartini, P. E. (2018). Diffusion and hydrolysis effects during water aging on an epoxy-anhydride system. *Polymer Degradation and Stability*, 153, 165–171. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2018.04.030>
- Cavasin, M., Sangermano, M., Thomson, B. and Giannis, S. (2019). exposure of glass fiber reinforced polymer composites in seawater and the effect on their physical performance. *Materials*, 12, 807. <https://doi.org/doi:10.3390/ma12050807>
- Chakraverty, A. P., Mohanty, U. K., Mishra, S. C., and Biswal, B. B. (2017). Effect of Hydrothermal immersion and Hygrothermal Conditioning on Mechanical Properties of GRE Composite. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 178, 012013. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/178/1/012013>
- Chandramohan, D. and Murali, B. (2014). Machining of composites – a review. *Academic Journal of Manufacturing Engineering*. 12(3), 67-71.
- Chartoff, R. P., Menczel, J. D. and Dillman S. H. (2009). “Dynamic Mechanical Analysis (DMA)”. Menczel, J. D. and Prime R. B. (eds.). in: *Thermal Analysis of Polymers* (s. 387-496). USA: Wiley.
- Chateaubinois, A., Chabert, B., Soulier, J. P. and Vincent, L. (1995). Dynamic mechanical analysis of epoxy composites plasticized by water: Artifact and reality. *Polymer Composites*, 16(4), 288–296. <https://doi.org/10.1002/pc.750160405>
- Chawla K. K. (2012). *Composite materials: Science and engineering* (3th ed.). London: Springer.
- Chen, J., Chen, B., Li, J., Tong, X., Zhao, H. and Wang, L. (2017). Enhancement of mechanical and wear resistance performance in hexagonal boron nitride-reinforced epoxy nanocomposites. *Polymer International*, 66(5), 659-664. <https://doi.org/10.1002/pi.5296>
- Chiang, M. Y. M. and Fernandez-Garcia, M. (2003). Relation of swelling and Tg depression to the apparent free volume of a particle-filled, epoxy-based adhesive. *Journal of Applied Polymer Science*, 87(9), 1436–1444. <https://doi.org/10.1002/app.11576>
- Choi, Y.-M., Hwangbo, S.-A., Lee, T. G. and Ham, Y.-B.. (2021). Effect of Particle Size on the Mechanical Properties of TiO₂–Epoxy Nanocomposites. *Materials*, 14(11), 2866. <https://doi.org/10.3390/ma14112866>
- Chopra, N. G., Luyken, R. J., Cherrey K., Crespi, V. H., Cohen, M. L., Louie, S. G. and Zettl, A. (1995). Boron Nitride Nanotubes. *Science*, 269(5226), 966-967. <https://doi.org/10.1126/science.269.5226.966>
- Conde, O., Silvestre, A. J. and Oliveira, J. C. (2000). Influence of carbon content on the crystallographic structure of boron carbide films. *Surface and Coatings Technology*, 125(1-3), 141-146. [https://doi.org/10.1016/S0257-8972\(99\)00594-0](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(99)00594-0)
- Cui, M., Ren, S., Chen, J., Liu, S., Zhang, G., Zhao, H., Wang, L. and Xue, Q. (2017).

- Anticorrosive performance of waterborne epoxy coatings containing water-dispersible hexagonal boron nitride (h-BN) nanosheets. *Applied Surface Science*, 397, 77-86. <http://dx.doi.org/10.1016/j.apsusc.2016.11.141>
- Çağlar, E. (2015). *Bor karbür / bor karbür silisyum tabakalı kompozitlerin spark plazma sinterleme tekniği ile üretimi ve karakterizasyonu*. Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Deniz, E. (2018). *Çiğ sığır eti karışımlarında farklı türlere ait etlerin Fourier Dönüşümlü Kızıl Ötesi (FT-IR) spektroskopisi ile belirlenmesi*. Doktora Tezi, Ankara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- Dinh, C. V. (2020). Evaluation of an Epoxy-Based Nanosilicacomposite Lining in H₂SO₄ Solution for Anticorrosion of Sewerage Concrete Structures. *Journal of Nanomaterials*, 1–12. <https://doi.org/10.1155/2020/4090856>
- Dittanet, P., Pearson, R. A. and Kongkachuichay, P. (2017). Thermo-mechanical behaviors and moisture absorption of silica nanoparticle reinforcement in epoxy resins. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 78, 74–82. <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2017.06.006>
- Dodiuk H. & Goodman S. H. (2014). “Introduction”. *Handbook of thermoset plastics* (3th ed.) (s. 1-12). Oxford: William Andrew.
- Du Frane, W. L., Cervantes, O., Ellsworth, G. F. and Kuntz, J. D. (2016). Consolidation of cubic and hexagonal boron nitride composites. *Diamond & Related Materials*, 62, 30-41. <http://dx.doi.org/10.1016/j.diamond.2015.12.003>
- Dutta, A. (2017). “Fourier Transform Infrared Spectroscopy”. Thomas, S., Thomas, R., Zachariah, A. and Mishra, R. K. (eds.). in: *Spectroscopic Methods for Nanomaterials Characterization* (Volume 2) (s. 73-93). Oxford: Elsevier.
- Eldridge, A. and Fam, A. (2014). Environmental aging effect on tensile properties of gfrp made of furfuryl alcohol bioresin compared to epoxy. *Journal of Composites for Construction*, 18(5), 04014010. [https://doi.org/10.1061/\(asce\)cc.1943-5614.0000467](https://doi.org/10.1061/(asce)cc.1943-5614.0000467)
- Elkebir, Y., Mallarino, S., Trinh, D., & Touzain, S. (2020). Effect of physical ageing onto the water uptake in epoxy coatings. *Electrochimica Acta*, 337, 135766. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2020.135766>
- Ezechi, E. H., Isa, M. H. Kutty, S. R. and Sapari, N. B. (2011). “Boron recovery, application and economic significance: A review”. *2011 National Postgraduate Conference* (s. 1-16), Perak.
- Fan, W. and Li, J. L. (2014). Rapid evaluation of thermal aging of a carbon fiber laminated epoxy composite. *Polymer Composites*, 35(5), 975–984. <https://doi.org/10.1002/pc.22743>
- Fang, Y., Wang, K., Hui, D., Xu, F., Liu, W., Yang, S. and Wang, L. (2017). monitoring of seawater immersion degradation in glass fibre reinforced polymer composites Using Quantum Dots, *Composites Part B: Engineering*, 112, 93-102. <http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesb.2016.12.043>
- Fernández-García, M. and Chiang, M. Y. M (2002). Effect of hygrothermal aging history on sorption process, swelling, and glass transition temperature in a particle-filled epoxy-based adhesive. *Journal of Applied Polymer Science*, 84(8), 1581–1591. <https://doi.org/10.1002/app.10447>
- Fredj, N., Cohendoz, S., Feugas, X. and Touzain, S. (2010). Some consequences of saline solution immersion on mechanical behavior of two marine epoxy-based coatings. *Progress in Organic Coatings*, 69(1), 82-91. <https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2010.05.009>

- Galvez, P., Abenojar, J. and Martinez, M. A. (2019). Effect of moisture and temperature on the thermal and mechanical properties of a ductile epoxy adhesive for use in steel structures reinforced with CFRP. *Composites Part B: Engineering*, 176, 107194. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2019.107194>
- Golaz, B., Michaud, V., Lavanchy S. and Manson, J.-A.E. (2013). Design and durability of titanium adhesive joints for marine applications. *International Journal of Adhesion & Adhesive*, 45, 150-157. <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2013.04.003>
- Golru, S. S., Attar, M. M., Ramezanzadeh, B. (2014). Studying the Influence of Nano- Al_2O_3 Particles on the Corrosion Performance and Hydrolytic Degradation Resistance of an Epoxy/Polyamide Coating on AA-1050. *Progress in Organic Coatings*, 77, 1391–1399. <http://dx.doi.org/10.1016/j.porgcoat.2014.04.017>
- Gorrasi, G., Pantani, R., Murariu, M. and Dubois, P. (2014). PLA/halloysite nanocomposite films: water vapor barrier properties and specific key characteristics. *Macromolecular Materials and Engineering*, 299(1), 104-115. <https://doi.org/10.1002/mame.201200424>
- González, M. G., Cabanelas, J. C. and Baselga, J. (2012). Applications of FTIR on Epoxy Resins - Identification, Monitoring the Curing Process, Phase Separation and Water Uptake. In Theophile Theophanides (Ed.), *Infrared Spectroscopy - Materials Science, Engineering and Technology* (pp. 261–284). intechopen. <https://doi.org/10.5772/36323>
- Guan, J., Ashrafi, B., Martinez-Rubi, Y., Jakubinek, M. B., Rahmat, M., Kim, K. S. and Simard, B. (2018). Epoxy resin nanocomposites with hydroxyl (OH) and amino (NH₂) functionalized boron nitride nanotubes. *Nanocomposites*, 4(1), 10–17. <https://doi.org/10.1080/20550324.2018.1457764>
- Gültekin, K., Uğuz, G., and Özel, A. (2021a). Improvements of the structural, thermal, and mechanical properties of structural adhesive with functionalized boron nitride nanoparticles. *Journal of Applied Polymer Science*, 138(21), 50491. <https://doi.org/10.1002/app.50491>
- Gültekin, K., Uğuz, G., Topcu, Y., and Özel, A. (2021b). Structural, thermal, and mechanical properties of silanized boron carbide doped epoxy nanocomposites. *Journal of Applied Polymer Science*, 138(42), 51244. <https://doi.org/10.1002/app.51244>
- Gültekin, K. ve Yazıcı, M. E. (2022). Fonksiyonelleştirilmiş bor nanopartiküllerinin yapıştırıcıyla birleştirilmiş tek tesirli kompozit bağlantılar üzerinde etkisi. *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University* 37(1), 175-191. <https://doi.org/10.17341/gazimmfd.847462>
- Günay, B. (2017). *Bor karbürün karakterizasyonu ve nano B_4C partikülü üretimi*. Yüksek Lisans Tezi, Nevşehir Hacı Bektaş Veli Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Nevşehir.
- Hammami, A. and Al-Ghuilani, N. (2004). Durability and environmental degradation of glass-vinylester composites. *Polymer Composites*, 25(6), 609–616. <https://doi.org/10.1002/pc.20055>
- Han, S., Meng, Q., Qiu, Z., Osman, A., Cai, R., Yu, Y., Liu, T. and Araby, S. (2019). Mechanical, toughness and thermal properties of 2D material- reinforced epoxy composites. *Polymer*, 184, 121884. <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2019.121884>
- Han, W. -Q. and Zettl, A. (2003). Functionalized Boron Nitride Nanotubes with a Stannic Oxide Coating: A Novel Chemical Route to Full Coverage. *Journal of the American Chemical Society*, 125(8), 2062–2063. <http://dx.doi.org/10.1021/ja0292501>
- Hanumantharaya, R., Vaishak, N. L., Suhas, Davanageri, M. B., Quadros, J. D. and Premkumar, B. G.. (2018). Mechanical and Tribological Wear Behavior of Epoxy Hybrid Composites. *Materials Today: Proceedings*, 5(2), 7947–7953. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2017.11.477>

- Haubner, R., Wilhelm, M., Weissenbacher, R. and Lux, B. (2002). "Boron Nitrides — Properties, Synthesis and Applications". M. Jansen (ed.). in: *High performance non-oxide ceramics II. structure and bonding* (s. 1-45). Berlin: Springer. https://doi.org/10.1007/3-540-45623-6_1
- Heshmati, M., Haghani, R. and Al-Emrani, M. (2017). Durability of bonded FRP-to-steel joints: Effects of moisture, de-icing salt solution, temperature and FRP type. *Composites Part B: Engineering*, 119, 153-167. <http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesb.2017.03.049>
- Hu, J., Huang, Y., Zeng, X., Li, Q., Ren, L., Sun, R., Xu, J. -B. and Wong, C. -P. (2018). Polymer composite with enhanced thermal conductivity and mechanical strength through orientation manipulating of BN. *Composites Science and Technology*, 160, 127-137. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2018.01.045>
- Imran, K. A., Hossain, M. K., Hosur, M. and Jeelani, S.. (2021). Assessment of moisture barrier, mechanical, and thermal property of base/nanophased carbon-epoxy composites in seawater. *Journal of Composite Materials*, 55(5), 703–715. <https://doi.org/10.1177/0021998320953480>
- Jesuarockiam, N., Jawaid, M., Zainudin, E. S., Hameed Sultan, M. T. and Yahaya, R. (2019). Enhanced thermal and dynamic mechanical properties of synthetic/natural hybrid composites with graphene nanoplateletes. *Polymers*, 11(7), 1085. <https://doi.org/10.3390/polym11071085>
- Ji, Y. and Kim, Y. J. (2017). Effects of Sulfuric Acid on Durability Characteristics of CFRP Composite Sheets. *Journal of Materials in Civil Engineering*, 29(10), 04017159. [https://doi.org/10.1061/\(asce\)mt.1943-5533.0002008](https://doi.org/10.1061/(asce)mt.1943-5533.0002008)
- Jin, F. -L., Li, X., and Park, S. -J. (2015). Synthesis and application of epoxy resins: a review. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*. 29, 1-11. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jiec.2015.03.026>
- Jojibabu, P., Ram, G. D. J., Deshpande, A. P. and Bakshi, S. R. (2017). Effect of carbon nano-filler addition on the degradation of epoxy adhesive joints subjected to hygrothermal aging. *Polymer Degradation and Stability*, 140, 84–94. <https://doi.org/10.1016/j.polyimdegradstab.2017.04.017>
- Kanerva, M., Jokinen, J., Sarlin, E., Pärnänen, T., Lindgren, M., Järventausta, M. and Vuorinen, J. (2019). Lower stiffness of GFRP after sulfuric acid-solution aging is due to degradation of fibre-matrix interfaces? *Composite Structures*, 212, 524–534. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2019.01.006>
- Karabaş, K. (2006). *Bor karbür üretimi*. Yüksek Lisans Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir.
- Karaduman, B. (2017). *Taramalı elektron mikroskopu ile kriminolojik saç analizi*. Yüksek Lisans Tezi, Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Bursa.
- Kattaguri, R., Fulmali, A. O., Prusty, R. K. and Ray, B. C. (2020). Effects of acid, alkaline, and seawater aging on the mechanical and thermomechanical properties of glass fiber/epoxy composites filled with carbon nanofibers. *Journal of Applied Polymer Science*, 137(10), 48434. <https://doi.org/10.1002/app.48434>
- Katunin, A., Gnatowski, A. and Kajzer, W. (2015). Evolution of static and dynamic properties of GFRP laminates during ageing in deionized and seawater. *Advanced Composites Letters*, 24(3), 47-52. <https://doi.org/10.1177/096369351502400302>
- Kaya, Ö. (2018). *Polimer malzemelerin ekstrüzyon prosesinin modellenmesi ve analizi*. Yüksek Lisans Tezi, Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Bursa.
- Kaybal, H. B. (2019). *Tuzlu su yaşlandırmasının civata bağlantılı haloysit nanotüp-epoksi/*

bazalt fiber nanokompozitlerin düşük hızlı darbe davranışlarına etkisi. Doktora Tezi, Konya Teknik Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü, Konya.

- Kaybal, H. B., Ulus, H., Tatar, A. C. and Demir, O. (2019). Influence of seawater on mechanical properties of SiO₂-epoxy polymer nanocomposites. *Research on Engineering Structures and Materials*, 5(2), 147-154. <http://dx.doi.org/10.17515/resm2018.61is0802>
- Khanra, A. K. (2007). Production of boron carbide powder by carbothermal synthesis of gel material. *Bulletin of Materials Science*, 30(2), 93–96. <https://doi.org/10.1007/s12034-007-0016-7>
- Khurana, D. and Agarwal, A. K. (2011). Oxidation stability, engine performance and emissions investigations of karanja, neem and jatropha biodiesel and blends. *SAE International Journal of Fuels and Lubricants*, 4(1), 76-83. <https://doi.org/10.4271/2011-01-0617>
- Kiani, M. A., Ahmadi, S. J., Outokesh, M., Adeli, R. and Mohammadi, A. (2017). Preparation and characteristics of epoxy/clay/B₄C nanocomposite at high concentration of boron carbide for neutron shielding application. *Radiation Physics and Chemistry*. 141, 223-228. <http://dx.doi.org/10.1016/j.radphyschem.2017.07.013>
- Kim, J., Hu, C., Woo, R. and Sham, M.. (2005). Moisture barrier characteristics of organoclay-epoxy nanocomposites. *Composites Science and Technology*, 65(5), 805–813. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2004.10.014>
- Kılınç, E., Mordoğan, H. ve Tanrıverdi, M. (2001). “*Bor minerallerinin önemi, potansiyeli, üretimi ve ekonomisi*.”. 4. Endüstriyel Hammaddeler Sempozyumu, İzmir.
- Koga, H., Nakamura, Y., Watanabe, S. and Yoshida, T. (2001). Molecular dynamics study of deposition mechanism of cubic boron nitride. *Science and Technology of Advanced Materials*, 2(2), 349–356. doi:10.1016/s1468-6996(01)00011-0
- Kotnarowska, D. (2010). Epoxy coating destruction as a result of sulphuric acid aqueous solution action. *Progress in Organic Coatings*, 67(3), 324–328. <https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2009.10.026>
- Kotsilkova, R. (2007). *Thermoset nanocomposites for engineering applications*. Shawbury: Smithers Rapra Technology.
- Kulkarni, H. B., Tambe, P. B. and Joshi, G. M. (2020). Influence of surfactant assisted exfoliation of hexagonal boron nitride nanosheets on mechanical, thermal and dielectric properties of epoxy nanocomposites. *Composite Interfaces*, 27(6), 529–550. <https://doi.org/10.1080/09276440.2019.1663115>
- Kuzak, S. G. and Shanmugam, A. (1999). Dynamic mechanical analysis of fiber-reinforced phenolics. *Journal of Applied Polymer Science*, 73(5), 649-658, [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1097-4628\(19990801\)73:5<649::AID-APP5>3.0.CO;2-B](https://doi.org/10.1002/(SICI)1097-4628(19990801)73:5<649::AID-APP5>3.0.CO;2-B)
- Ladhari, A., Ben Daly, H., Belhadjsalah, H., Cole, K. C. and Denault, J. (2010). Investigation of water absorption in clay-reinforced polypropylene nanocomposites. *Polymer Degradation and Stability*, 95(4), 429–439. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2009.12.001>
- Li, C., and Strachan, A. (2015). Molecular scale simulations on thermoset polymers: a review. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, 53(2), 103-122. <https://doi.org/10.1002/polb.23489>
- Li, H., Zhang, K., Fan, X., Cheng, H., Xu, G., and Suo, H. (2019). Effect of seawater ageing with different temperatures and concentrations on static/dynamic mechanical properties of carbon fiber reinforced polymer composites. *Composites Part B: Engineering*, 173,

106910. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2019.106910>

- Lin, Y. C., Chen, X., Zhang, H. J. and Wang, Z. P. (2006). Effects of hygrothermal aging on epoxy-based anisotropic conductive film. *Materials Letters*, 60(24), 2958–2963. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2006.02.024>
- Madhanagopal, A. and Gopalakannan, S. (2018). Dry slide wear behavior of boron carbide filled epoxy composites. *Materials Today: Proceedings*, 5, 7289–7295. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2017.11.397>
- Maxwell, A. S., Broughton, W. R., Dean, G. and Sims, G. D. (2005). *Review of accelerated ageing methods and lifetime prediction techniques for polymeric materials* (Volume 16). London: National Physical Laboratory.
- Mazumdar, S. K. (2002). *COMPOSITES MANUFACTURING Materials, Product, and Process Engineering*. USA: CRC PRESS.
- Mensitieri, G. and Iannone, M. (2008). “Modelling accelerated ageing in polymer composites”. Martin, R. (ed.). in: *Ageing of Composites* (s. 224-281). Cambridge: Woodhead Publishing Limited.
- Merlo, A., Mokkalapati, V. R. S. S., Pandit, S. and Mijakovic, I. (2018). Boron nitride nanomaterials: biocompatibility and bio-applications. *Biomaterials Science*, 6(9), 2298–2311. <https://doi.org/10.1039/c8bm00516h>
- Michel, M. and Ferrier, E.. (2020). Effect of curing temperature conditions on glass transition temperature values of epoxy polymer used for wet lay-up applications. *Construction and Building Materials*, 231, 117206. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.117206>
- Mohammed, A. and Abdullah, A. (2019). “Scanning electron microscopy (SEM): A review”. *2018 International Conference on Hydraulics and Pneumatics* (s. 1-9), Romania.
- Nayak, R. K., Mahato, K. K. and Ray, B. C. (2016). Water absorption behavior, mechanical and thermal properties of nano TiO₂ enhanced glass fiber reinforced polymer composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 90, 736–747. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2016.09.003>
- Nguyen, T. C., Bai, Y., Zhao, X. L. and Al-Mahaidi, R. (2012). Durability of steel/CFRP double strap joints exposed to sea water, cyclic temperature and humidity. *Composite Structures*, 94(5), 1834–1845. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2012.01.004>
- Nielsen, L. E. (1967). Models for the permeability of filled polymer systems. *Journal of Macromolecular Science: Part A - Chemistry*, 1(5), 929-942. <http://dx.doi.org/10.1080/10601326708053745>
- Odegard, G. M., and Bandyopadhyay, A. (2011). Physical aging of epoxy polymers and their composites. *Journal of Polymer Science, Part B: Polymer Physics*, 49(24), 1695–1716. <https://doi.org/10.1002/polb.22384>
- Öner, T. (2019). *Halosit nanotüp dolgu malzemesi ile termoplastik ve termoplastik elastomer polimer matris kompozit malzemelerin hazırlanması ve karakterizasyonu*. Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Padarthy, Y., Mohanta, S., Gupta, J. and Neogi, S. (2021). Assessment of transport kinetics and chemo-mechanical properties of GF/Epoxy composite under long term exposure to sulphuric acid. *Polymer Degradation and Stability*, 183, 109436. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2020.109436>
- Pakdel, A., Zhi, C., Bando, Y. and Golberg, D. (2012). Low-dimensional boron nitride nanomaterials. *Materials Today*, 15(6), 256-265. [https://doi.org/10.1016/s1369-7021\(12\)70116-5](https://doi.org/10.1016/s1369-7021(12)70116-5)

- Peng, Y. -Y., Dussan, D. D., and Narain, R. (2020). “Thermal, mechanical, and electrical Properties”. Narain, R. (ed.). in: *POLYMER SCIENCE AND NANOTECHNOLOGY Fundamentals and Applications* (s. 183-202). Oxford: Elsevier.
- Perrier, A., Touchard, F., Chocinski-Arnault, L. and Mellier, D. (2017). Quantitative analysis by micro-CT of damage during tensile test in a woven hemp/epoxy composite after water ageing. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 102, 18–27. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2017.07.018>
- Picard, E., Vermogen, A., Gérard, J.-F. and Espuche, E. (2007). Barrier properties of nylon 6 montmorillonite nanocomposite membranes prepared by melt blending: Influence of the clay content and dispersion state consequences on modelling. *Journal of Membrane Science*, 292(1-2), 133–144. <https://doi.org/10.1016/j.memsci.2007.01.030>
- Prolongo, S.G., Gude, M.R. and Ureña, A. (2012). Water uptake of epoxy composites reinforced with carbon nanofillers. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 43, 2169-2175. <http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2012.07.014>
- Quino, G., Pellegrino, A., Tagarielli, V. L. and Petrinic, N.. (2018). Measurements of the effects of pure and salt water absorption on the rate-dependent response of an epoxy matrix. *Composites Part B: Engineering*, 146, 213–221. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2018.03.044>
- Quirino, R. L., Monroe, K., Fleischer III, C. H., Biswasa, E., and Kesslerb, M.R. (2021). Thermosetting polymers from renewable sources. *Polymer International*, 70(2), 167-180. <https://doi.org/10.1002/pi.6132>
- Rahmat, M., Naftel, A., Ashrafi, B., Jakubinek, M. B., Martinez-Rubi, Y. and Simard, B. (2019). Dynamic mechanical characterization of boron nitride nanotube—epoxy nanocomposites. *Polymer Composites*, 40(6), 2119–2131. <https://doi.org/10.1002/pc.24995>
- Ramezanzadeh, B. and Attar, M. M. (2011). Studying the corrosion resistance and hydrolytic degradation of an epoxy coating containing ZnO nanoparticles. *Materials Chemistry and Physics*, 130(3), 1208–1219. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2011.08.065>
- Ramdani, N., Derradji, M., Wang, J., Mokhnache, E. O. and Liu, W. Bin. (2016). Improvements of thermal, mechanical, and water-resistance properties of polybenzoxazine/boron carbide nanocomposites. *JOM*, 68(9), 2533–2542. <https://doi.org/10.1007/s11837-016-2040-9>
- Reis, P. N. B., Neto, M. A., and Amaro, A. M. (2019). Effect of hostile solutions on stress relaxation of carbon/epoxy composites. *Polymer Degradation and Stability*, 165, 60–67. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2019.04.026>
- Rodrigues, D. D. and Broughton, J. G. (2013). Silane surface modification of boron carbide in epoxy composites. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 46, 62–73. <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2013.05.014>
- Rudawska, A. (2020). The impact of the acidic environment on the mechanical properties of epoxy compounds in different conditions. *Polymers*, 12(12), 2957. <https://doi.org/10.3390/polym12122957>
- Saba, N., and Jawaid, M. (2018). A review on thermomechanical properties of polymers and fibers reinforced polymer composites. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 67, 1-11. <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2018.06.018>
- Saharudin, M. S. Wei, J., Shyha, I. and Inam, F. (2016). The degradation of mechanical properties in halloysite nanoclay-polyester nanocomposites exposed in seawater environment. *Journal of Nanomaterials*, 2016, 1–12. <https://doi.org/10.1155/2016/2604631>

- Sanya, O. T., Oji, B., Owoeye, S. S., and Egbochie, E. J. (2019). Influence of particle size and particle loading on mechanical properties of silicon carbide–reinforced epoxy composites. *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 103, 4787–4794. <https://doi.org/10.1007/s00170-019-04009-1>
- Sarker, M., Hadigheh, S. A. and Dias-da-Costa, D. (2020). A performance-based characterisation of CFRP composite deterioration using active infrared thermography. *Composite Structures*, 241, 112134. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2020.112134>
- Savvilitidou, M., Vassilopoulos, A. P., Frigione, M. and Keller, T. (2017). Development of physical and mechanical properties of a cold-curing structural adhesive in a wet bridge environment. *Construction and Building Materials*, 144, 115–124. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.03.145>
- Sharma, B., Chhibber, R. and Mehta, R. (2018). Seawater ageing of glass fiber reinforced epoxy nanocomposites based on silylated clays. *Polymer Degradation and Stability*, 147, 103–114. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2017.11.017>
- Soyubol, B. (2006). *Elastomerlerin statik ve dinamik özelliklerinin incelenmesi*. Yüksek Lisans Tezi, Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Bursa.
- Sönmez, M. (2009). *Polimer matrisli kompozitlerin endüstri ürünleri tasarımında önemi ve geleceği: Türkiye’den dört örnek firma üzerine bir inceleme*. Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Starkova, O., Buschhorn, S. T., Mannov, E., Schulte, K., and Aniskevich, A. (2013). Water transport in epoxy/MWCNT composites. *European Polymer Journal*, 49(8), 2138–2148. <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2013.05.010>
- Starkova, O., Chandrasekaran, S., Schnoor, T., Sevcenko, J., and Schulte, K. (2019). Anomalous water diffusion in epoxy/carbon nanoparticle composites. *Polymer Degradation and Stability*, 164, 127–135. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2019.04.010>
- Starkova, O., Mannov, E., Schulte, K. and Aniskevich, A. (2015). Strain-dependent electrical resistance of epoxy/MWCNT composite after hydrothermal aging. *Composites Science and Technology*, 117, 107–113. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2015.06.004>
- Stukalin, E. B., Douglas, J. F. and Freed, K. F. (2010). Plasticization and antiplasticization of polymer melts diluted by low molar mass species. *The Journal Of Chemical Physics*, 132(8), 084504. <https://doi.org/10.1063/1.3304738>
- Su, Z., Wang, H., Ye, X., Tian, K., Huang, W., He, J. Guo, Y. and Tian, X. (2018). Synergistic enhancement of anisotropic thermal transport flexible polymer composites filled with multi layer graphene (mG) and mussel-inspired modified hexagonal boron nitride (h-BN). *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 111, 12-22. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2018.04.021>
- Sugiman, S., Putra, I. K. P. and Setyawan, P. D. (2016). Effects of the media and ageing condition on the tensile properties and fracture toughness of epoxy resin. *Polymer Degradation and Stability*, 134, 311–321. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2016.11.006>
- Sugiman, S., and Salman, S. (2019). Hygrothermal effects on tensile and fracture properties of epoxy filled with inorganic fillers having different reactivity to water. *Journal of Adhesion Science and Technology*, 33(7), 691–714. <https://doi.org/10.1080/01694243.2018.1558492>
- Suresha, B. (2009). Three-body abrasive wear behavior of filled epoxy composite systems. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 28(2), 225-233. <https://doi.org/10.1177/0731684407084247>

- Swapna, V. P., Abhisha, V. S. and Stephen, R. (2020). "Polymer/polyhedral oligomeric silsesquioxane nanocomposite membranes for pervaporation". Thomas, S., George, S. C. and Jose, T. (eds.). in: *Polymer Nanocomposite Membranes for Pervaporation* (s. 201-229). Netherlands: Elsevier.
- Şahin, Y. (2000). *Kompozit Malzemelere Giriş*. Ankara: Gazi Kitapevi.
- Şen, Ö. (2019). *The use of boron nitride nanotubes and hexagonal boron nitrides in gene silencing, tissue engineering and wound healing*. Ph.D. thesis, Yeditepe University Graduate School of Natural and Applied Sciences, Istanbul.
- Tai, R. C. L. and Szklarska-Smialowska, Z.. (1993). Effect of fillers on the degradation of automotive epoxy adhesives in aqueous solutions. *Journal of Materials Science*, 28(22), 6205–6210. <https://doi.org/10.1007/bf00365045>
- Tan, B. and Thomas, N. L. (2016). A review of the water barrier properties of polymer/clay and polymer/graphene nanocomposites. *Journal of Membrane Science*, 514, 595-612. <http://dx.doi.org/10.1016/j.memsci.2016.05.026>
- Tcherbi-Narteh, A., Mohamma, Z., Hosur, M. and Jeelani, S. (2018). Thermo-mechanical and thermal properties of binary particle nanocomposite exposed to sea water conditioning. *Annals of Materials Science & Engineering*, 3(1), 1029.
- Tomasi, J. M., Helman, I. D., Pisani, W. A., Klimek-McDonald, D. R., Chinkanjanarot, S., Miskioglu, I., King, J. A. and Odegard, G. M. (2016). Accelerated hydrothermal aging of cycloaliphatic epoxy/graphene nanoparticle composites. *Polymer Degradation and Stability*, 133, 131–135. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2016.08.009>
- Tomuta, A. M. (2013). *New and improved thermosets based on epoxy resins and dendritic polyesters*. Ph.D. thesis, University of Rovira i Virgili, Tarragona.
- Toscano, A., Pitarresi, G., Scafidi, M., Di Filippo, M., Spadaro, G. and Alessi, S. (2016). Water diffusion and swelling stresses in highly crosslinked epoxy matrices. *Polymer Degradation and Stability*, 133, 255–263. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2016.09.004>
- Tsuda, K. (2007). Behavior and mechanisms of degradation of thermosetting plastics in liquid environments. *Journal of the Japan Petroleum Institute*, 50(5), 240–248. <https://doi.org/10.1627/jpi.50.240>
- Türedi, H. E. (2015). *Epoksi / MWCNT ve epoksi / BN kompozit malzemeler*. Yüksek Lisans Tezi, Selçuk Üniversitesi Fen bilimleri Enstitüsü, Konya.
- Ullah, M., Kausar, A., Siddiq, M., Subhan, M., and Zia M. A. (2015). Reinforcing effects of modified nanodiamonds on the physical properties of polymer-based nanocomposites: a review. *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, 54: 861–879. <https://doi.org/10.1080/03602559.2014.979505>
- Ulus, H., Kaybal, H.B., Eskizeybek, V. And Avcı, A. (2019). Enhanced Salty Water Durability of Halloysite Nanotube Reinforced Epoxy/Basalt Fiber Hybrid Composites. *Fibers and Polymers*, 20, 2184–2199. <https://doi.org/10.1007/s12221-019-9316-y>
- Ulus, H., Üstün, T., Eskizeybek, V., Şahin, Ö. S., Avcı, A. and Ekrem, M. (2014). Boron nitride-MWCNT/epoxy hybrid nanocomposites: Preparation and mechanical properties. *Applied Surface Science*, 318, 37-42. <http://dx.doi.org/10.1016/j.apsusc.2013.12.070>
- Uthaman, A., Xian, G., Thomas, S., Wang, Y., Zheng, Q., & Liu, X. (2020). Durability of an epoxy resin and its carbon fiber-reinforced polymer composite upon immersion in water, acidic, and alkaline solutions. *Polymers*, 12(3), 614. <https://doi.org/10.3390/polym12030614>
- Uzun, D. (2011). *Alüminyum matrisli bor karbür takviyeli sermet kompozit malzeme üretimi ve karakterizasyonu*. Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü,

Ankara.

- Ün, C. İ. (2015). *Epoksi matris E-camı dokuma fiber takviyeli termoset kompozitlerde üçüncü bileşen kalsit dolgunun özelliklere etkisi*. Yüksek Lisans Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Var, C. (2021). *Karbon kumaş takviyeli hibrit kompozit yapıların mekanik özelliklerinin araştırılması*. Yüksek Lisans Tezi, Pamukkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Denizli.
- Voo, R., Mariatti, M. and Sim, L. C. (2012). Thermal properties and moisture absorption of nanofillers-filled epoxy composite thin film for electronic application. *Polymer Advanced Technologies*, 23(12), 1620-1627. <https://doi.org/10.1002/pat.3039>
- Wang, L., Wang, K., Chen, L., He, C., Wang, L. and Zhang, Y. (2006). Hydrothermal effects on the thermomechanical properties of high performance epoxy/clay nanocomposites. *Polymer Engineering and Science*, 46(2), 215–221. <https://doi.org/10.1002/pen.20453>
- Wang, M., Xu, X., Ji, J., Yang, Y., Shen, J., & Ye, M. (2016). The hygrothermal aging process and mechanism of the novolac epoxy resin. *Composites Part B: Engineering*, 107, 1–8. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2016.09.067>
- Wang, Y., Meng, Z., Zhu, W., Wan, B., Han, B., Cai, G., Yin, X., & Bai, Y. (2021b). Hygrothermal aging behavior and aging mechanism of carbon nanofibers/epoxy composites. *Construction and Building Materials*, 294, 123538. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.123538>
- Wang, Y., Zhu, W., Wan, B., Meng, Z. and Han, B. (2021a). Hygrothermal ageing behavior and mechanism of carbon nanofibers modified flax fiber-reinforced epoxy laminates. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 140, 106142. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2020.106142>
- Wang, Z., Han, E., Liu, F. and Ke, W. (2010). Effect of different curing agents on cure reaction and exposure resistance of phenolic-epoxy resins in hot acid solutions, *CORROSION*, 66(7), 075001. <https://doi.org/10.5006/1.3462907>
- Wang, Z., Xian, G. and Zhao, X. L. (2018). Effects of hydrothermal aging on carbon fibre/epoxy composites with different interfacial bonding strength. *Construction and Building Materials*, 161, 634–648. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.11.171>
- Wu, L., Hoa, S. V., Minh-Tan, Ton-That (2006). Effects of composition of hardener on the curing and aging for an epoxy resin system. *Journal of Applied Polymer Science*, 99(2), 580–588. <https://doi.org/10.1002/app.22493>
- Wu, X., Zhao, Z., Sun, Y., Li, H., Zhang, C., Wang, Y., Zheng, S., and Zhang, H. (2017). Few-layer boron nitride nanosheets: Preparation, characterization and application in epoxy resin. *Ceramics International*, 43(2), 2274–2278. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2016.10.206>
- Xian, G. and Karbhari, V. M. (2007). Segmental relaxation of water-aged ambient cured epoxy. *Polymer Degradation and Stability*, 92(9), 1650–1659. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2007.06.015>
- Xiao, G. Z., and Shanahan, M. E. R. (1997). Water absorption and desorption in an epoxy resin with degradation. *Journal of Polymer Science, Part B: Polymer Physics*, 35(16), 2659–2670. [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1099-0488\(19971130\)35:16<2659::AID-POLB9>3.0.CO;2-K](https://doi.org/10.1002/(SICI)1099-0488(19971130)35:16<2659::AID-POLB9>3.0.CO;2-K)
- Xie, S. -Y., Wang, W., Fernando, K. A. S., Wang, X., Lin, Y. and Sun, Y. -P. (2005). Solubilization of boron nitride nanotubes. *Chemical Communications*, 29, 3670-3672. <http://dx.doi.org/10.1039/b505330g>
- Yang, Q., Xian, G. and Karbhari, V. M. (2008). Hygrothermal Ageing of an Epoxy Adhesive

Used in FRP Strengthening of Concrete. *Journal of Applied Polymer Science*, 107(4), 2607-2617. <https://doi.org/10.1002/app.27287>

- Young, R. J. (1981). *Introduction to polymers*. London: Springer.
- Yu, C., Zhang, J., Li, Z., Tian, W., Wang, L., Luo, J., Li, Q., Fan, X. and Yao, Y. (2017). Enhanced through-plane thermal conductivity of boron nitride/epoxy composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 98, 25-31. <http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2017.03.012>
- Zhang, S., Gao, L., Hana, J., Li, Z., Zu, G., Ran, X., Sun, Y. (2019). Through-thickness thermal conductivity enhancement and tensile response of carbon fiber-reinforced polymer composites. *Composites Part B: Engineering*, 165, 183-192.
- Zhao, H. and Li, R. K. Y. (2008). Effect of water absorption on the mechanical and dielectric properties of nano-alumina filled epoxy nanocomposites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 39, 602-611. <https://doi.org/doi:10.1016/j.compositesa.2007.07.006>
- Zhao, Y., Zhou, M., Chen, G., Zhou, Z. and Li, Q. (2019). Hybridization of polyhedral oligomeric silsesquioxane and boron nitride for epoxy composites with improved dielectric, thermal and tensile properties. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 30, 10360–10368. <https://doi.org/10.1007/s10854-019-01375-0>
- Zhi, C., Bando, Y., Tang, C. and Golberg, D. (2010). Boron nitride nanotubes. *Materials Science and Engineering: R: Reports*, 70, 92-111. <http://dx.doi.org/10.1016/j.mser.2010.06.004>
- Zhou, J. and Lucas, J. P. (1999a). Hygrothermal effects of epoxy resin. Part I: The nature of water in epoxy. *Polymer*, 40(20), 5505–5512. [https://doi.org/10.1016/S0032-3861\(98\)00790-3](https://doi.org/10.1016/S0032-3861(98)00790-3)
- Zhou, J. and Lucas, J. P. (1999b). Hygrothermal effects of epoxy resin. Part II: Variations of glass transition temperature. *Polymer*, 40(20), 5513–5522. [https://doi.org/10.1016/S0032-3861\(98\)00791-5](https://doi.org/10.1016/S0032-3861(98)00791-5)

ÖZGEÇMİŞ

Yasemin KORKMAZ Tevfik Serdar Anadolu Lisesi'ni bitirdikten sonra Ondokuz Mayıs Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Makine Mühendisliği bölümünden 27.05.2020 tarihinde mezun oldu. 2020 yılında OMÜ LEE Makine Mühendisliği Ana Bilim Dalı Yüksek Lisans programına girdi. Yıldız Teknik Üniversitesi Makine Mühendisliği Bölümü'nde Araştırma Görevlisi olarak bir süre çalıştıktan sonra Samsun Üniversitesi Makine Mühendisliği Bölümü'nde Araştırma Görevlisi olarak çalışmaya başlamıştır.

İletişim Bilgileri

ORCID ID : 0000-0002-4516-985X

Yayımlar:

1. Korkmaz, Y and Gültekin, K. (2022). "Improvement of structural, thermal and mechanical properties of epoxy composites and bonded joints exposed to water environment by incorporating boron nanoparticles". *International Journal of Adhesion and Adhesive*, 116, 103141. <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2022.103141>
2. Korkmaz, Y and Gültekin, K. (2022). "Effect of UV irradiation on epoxy adhesives and adhesively bonded joints reinforced with BN and B₄C nanoparticles". *Polymer Degradation and Stability*, 202, 110004. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2022.110004>
3. Gültekin, K. ve Korkmaz, Y. (2021). "AA2024-T3 Alüminyum alaşımlarına uygulanan farklı yüzey hazırlama ve pürüzlülük işlemlerinin yapıştırma bağlantılarına etkisi". *Gümüşhane Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 11(4), 1269-1281. <https://dx.doi.org/10.17714/gumusfenbil.895318>
4. Korkmaz, Y. and Gültekin, K. (2021, October). "Water absorption of modified boron nanoparticles doped epoxy nanocomposites". *6th International Conference on Advances in Mechanical Engineering*, Istanbul.
5. Korkmaz, Y. and Gültekin, K. (2021, November). "FT-IR analysis of nanocomposites exposed to different environments". *International Conference on Engineering Technologies*, Konya.
6. Korkmaz, Y. and Gültekin, K. (2021, November). "Functionalized CNTs doped nanocomposites: Structural, thermal and mechanical properties". *International Conference on Engineering Technologies*, Konya.
7. Korkmaz, Y. and Gültekin, K. (2021, November). "Investigation of the mechanical properties of boron nanoparticle doped adhesive joints exposed to salt water environments". *6th International Conference on Material Science and Technology in Cappadocia/TURKEY*, Nevşehir.

8. Korkmaz, Y. and Gültekin, K. (2021, November). “Effect of silan modified nano h-B₄C dispersion on thermal properties of structural epoxy adhesive”. *6th International Conference on Material Science and Technology in Cappadocia/TURKEY*, Nevşehir.
9. Korkmaz, Y. and Gültekin, K. (2021, November). “Effect of the boron nanoparticles on the glass transition temperature of epoxy polymers exposed to sulphuric acid environment”. *6th International Conference on Material Science and Technology in Cappadocia/TURKEY*, Nevşehir.
10. Uğuz, G., Gültekin, K. ve Korkmaz, Y. (2020, Kasım). “Nano bor nitrür takviyeli epoksi yapıştırıcıların hazırlanması ve karakterizasyonu”. *9th International Conference on Engineering and Natural Science*, Ankara.
11. Korkmaz, Y. and Gültekin, K. (2022, Temmuz). “Nanopartikül Katkısı ile Yapıştırma Bağlantılarının Korozif Ortamlardaki Davranışının Geliştirilmesi”. *3rd International Conference on Applied Engineering and Natural Sciences*, Konya.
12. Korkmaz, Y. and Gültekin, K. (2022, July). “An Experimental Study on the Mechanical Performance of Nanostructures-Reinforced Structural Adhesively Bonded AA2024-T3 Joints in Seawater Medium”. *3rd International Conference on Applied Engineering and Natural Sciences*, Konya.

Kazanılan Ödüller, Teşvikler ve Burslar

1. TÜBİTAK (Proje No: 119M939), Araştırmacı Bursiyer.