

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**POLİÜRETAN-KARBON FİBER KOMPOZİTLERİN
HAZIRLANMASI VE KARAKTERİZASYONU**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
Kimyager & Kimya Müh. Hale AKGÜN**

Anabilim Dalı : İleri Teknolojiler

Programı : Malzeme Bilimi ve Mühendisliği

HAZİRAN 2008

ÖNSÖZ

Çalışmalarım boyunca fikirleri ve önerileri ile bana destek ve yardımcı olan Sayın Prof. Dr. Sezai Saraç başta olmak üzere, güveni, bilgi ve deneyimiyle bana destek ve rehber olan değerli hocam Sayın Prof. Dr. F. Seniha Güner'e, bana çalışmalarım sırasında yardımlarını esirgemeyen sevgili arkadaşlarım Işık Yavuz, Enver Erpek, Koray Yılmaz'a çok teşekkür ederim.

Tüm öğrenim hayatım boyunca beni her zaman destekleyip cesaretlendiren ve bana her konuda yardımcı olan sevgili aileme özellikle canım annem Hatice Akgün, kardeşim Enis Akgün ve Gürkan Avcuoğlu'na her an yanımda oldukları için sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Mayıs, 2008

Hale AKGÜN

İÇİNDEKİLER

KISALTMALAR	v
TABLO LİSTESİ	vi
ŞEKİL LİSTESİ	vii
SEMBOL LİSTESİ	x
ÖZET	xi
SUMMARY	xiii

1.GİRİŞ	1
2. TEORİ	2
2.1. Kompozitler	2
2.2. Poliüretan	4
2.2.1. Poliüretanın Sentezi	5
2.2.2. Poliüretanın Fiziksel ve Kimyasal Özellikleri	6
2.2.3. Poliüretanın Uygulama Alanları	7
2.3. Karbon Fiber	7
2.3.1. Karbon Fiberin Üretimi	8
2.3.2. Karbon Fiberin Mikroyapısı	9
2.3.3. Karbon Fiberin Fiziksel ve Kimyasal Özellikleri	11
2.3.4. Karbon Fiberin Kullanım Alanları	12
2.4. Poliüretan-Karbon Fiber Kompozitler	12
3. DENEYSEL ÇALIŞMA	16
3.1. Kullanılan Kimyasallar ve Özellikleri	16
3.2. Poliüretan-Karbon Fiber Kompozitlerin Hazırlanması	18
3.2.1. PU-CF Karışımının Hazırlanması	18
3.2.2. PU-CF Kompozit Filmlerin Hazırlanması	19

3.3. Karakterizasyon Yöntemleri	20
3.3.1. Fourier Transform Infrared Spektroskopisi (FT-IR)	20
3.3.2. Optik Mikroskop	20
3.3.3. X Işınları Analizi (XRD)	20
3.3.4. Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM)	20
3.3.5. Viskozite	20
3.3.6. Dinamik Mekanik Analiz (DMA)	21
3.3.7. Çekme Testi	21
3.3.8. Termal Gravimetrik Analiz (TGA)	21
3.3.9. Su ile Temas Açısı	21
3.3.10. İletkenlik Ölçümü	21
3.3.11. Şişme Özelliklerinin Belirlenmesi	22
4. SONUÇLAR VE TARTIŞMA	23
4.1. Poliüretan Karbon Fiber Kompozitlerin Hazırlanması	23
4.2. Kompozit Yapısının Karakterizasyonu ve Özelliklerinin Belirlenmesi	24
4.2.1. FT-IR	24
4.2.2. Optik Mikroskop	32
4.2.3. XRD Analizi	32
4.2.4. Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM)	34
4.2.5. Viskozite	35
4.2.6. Dinamik Mekanik Analiz (DMA)	37
4.2.7. Çekme Testi	42
4.2.8. Termal Gravimetrik Analiz (TGA)	45
4.2.9. Su ile Temas Açısı	47
4.2.10. İletkenlik Ölçümü	48
4.2.11. Şişme Özelliklerinin Belirlenmesi	51
5. VARGILAR VE DEĞERLENDİRME	52
KAYNAKLAR	55
EKLER	59
ÖZGEÇMİŞ	75

KISALTMALAR

CF	: Karbon Fiber
PU	: Poliüretan
DMF	: Dimetilforamid
PU-CF	: Poliüretan-Karbon Fiber Kompozit
PU-CF1	: %1 Konsantrasyona Sahip Poliüretan-Karbon Fiber Kompozit Film
PU-CF2	: %2 Konsantrasyona Sahip Poliüretan-Karbon Fiber Kompozit Film
PU-CF3	: %3 Konsantrasyona Sahip Poliüretan-Karbon Fiber Kompozit Film
PU-CF4	: %4 Konsantrasyona Sahip Poliüretan-Karbon Fiber Kompozit Film
PU-CF5	: %5 Konsantrasyona Sahip Poliüretan-Karbon Fiber Kompozit Film
FT-IR	: Fourier Transform Infrared Spektroskopisi
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
XRD	: X Işınları Analizi
TGA	: Termal Gravimetrik Analiz
DMA	: Dinamik Mekanik Analiz

TABLO LİSTESİ

	<u>Sayfa No</u>
Tablo 3.1 PU'nun Özellikleri.....	17
Tablo 3.2 CF'lerin Özellikleri.....	17
Tablo 3.3 DMF'in Özellikleri.....	18
Tablo 4.1 Hazırlanan PU-CF Kompozitlerin Kodları.....	23
Tablo 4.2 PU'nun FT-IR Pikleri.....	25
Tablo 4.3 CF'in FT-IR Pikleri.....	26
Tablo 4.4 PU-CF Kompozitlerinin FT-IR Spektrumlarındaki Pik Yükseklik Oranları.....	30
Tablo 4.5 PU-CF Kompozitlerinin DMA Datalarından Hesaplanan Tg Değerleri.....	41
Tablo 4.6 PU-CF Kompozitlerinin Mekanik Özellikleri.....	42
Tablo 4.7 PU-CF Kompozitlerinin TGA Sonuçları.....	46
Tablo 4.8 PU-CF Filmlerin Temas Açısı Değerleri.....	48
Tablo 4.9 PU-CF Kompozit Filmlerin İletkenlik Değerleri.....	50
Tablo 5.1 PU-CF Kompozit Filmlerinin (a)Termal Direnci, (b)ÇekmeMukavemeti, (c)Temas Açısı Değerlerinin CF Konsantrasyonu İle (%) Değişimi.....	53

ŞEKİL LİSTESİ

	Sayfa No
Şekil 2.1 : Kompozit Malzemeleri Oluşturan Bileşenler.....	2
Şekil 2.2 : Fiber Formları.....	2
Şekil 2.3 : Lineer Poliüretanın Yapısı.....	4
Şekil 2.4 : Poliüretanın Sert ve Yumuşak Kısımları.....	5
Şekil 2.5 : Üretan Tepkimesinin Mekanizması.....	6
Şekil 2.6 : Karbon Fiberin Kimyasal Bileşimi.....	7
Şekil 2.7 : Karbon Fiberin Üretimi Sırasında Meydana Gelen Kimyasal Reaksiyonlar.....	9
Şekil 2.8 : (a) Karbon Fiberin ve (b) Grafitin Mikroyapısı, (c) Karbon Şeritler Arası Bağlar ve Boşluklu Yapı.....	10
Şekil 2.9 : (a) Karbon Fiberin Grafit Dönüşmesi, (b)Yüksek Modüllü Karbon Fiberin Mikro Yapısı.....	11
Şekil 2.10 : Polimer Kompozitlerde Fiber Formları.....	14
Şekil 3.1 : (a) 1,4 Bütandiol, (b) Difenilmetan Diizosiyanat'ın Kimyasal Yapısı.....	16
Şekil 3.2 : Polyester Poliolun Sentezi ve Kimyasal Yapısı.....	16
Şekil 3.3 : Termoplastik Poliüretanın Sentezi ve Kimyasal Yapısı.....	16
Şekil 3.4 : DMF'in Kimyasal Yapısı.....	17
Şekil 3.5 : PU-CF Kompozit Karışımının Hazırlanma Aşamaları.....	19
Şekil 3.6 : PU-CF Kompozit Filmlerin Hazırlanma Aşamaları.....	20
Şekil 4.1 : Hazırlanan PU-CF Kompozit Filmler (a) PUCF1, (b) PU-CF3, (c) PU-CF5.....	23
Şekil 4.2 : PU'nun FT-IR Spektrumu.....	24
Şekil 4.3 : CF'in FT-IR Spektrumları.....	26
Şekil 4.4 : PU-CF Kompozitlerinin FT-IR Spektrumları.....	27
Şekil 4.5 : PU-CF Kompozitlerinin Çakışık FT-IR Spektrumları.....	27
Şekil 4.6 : PU-CF Kompozitlerinin (1100-600 cm ⁻¹) Arası FT-IR Spektrumları.....	28
Şekil 4.7 : PU-CF Kompozitlerinin Karbonil Grubunun FT-IR Spektrumu...	29
Şekil 4.8 : PU-CF Kompozitlerinin Hidrojen Bağlı –NH Grubunun FT-IR Spektrumu.....	29
Şekil 4.9 : PU-CF Kompozitlerinde Matriks-Fiber Arası Kurulan Hidrojen Bağı İndeksi.....	31
Şekil 4.10 : PU-CF Kompozitlerinde Matriks-Fiber Arası Kurulan Hidrojen Bağları.....	31
Şekil 4.11 : (a) PU, (b) PU-CF1, (c) PU-CF5'in Optik Mikroskop Görüntüleri.....	32
Şekil 4.12 : (a) PU'nun (b) CF'in XRD Görüntüleri.....	33
Şekil 4.13 : PU-CF Kompozitlerinin (a) Ayrık (b) Çakışık XRD Görüntüleri.	34
Şekil 4.14 : PU-CF Kompozitlerinin SEM Mikrografları.....	35

Şekil 4.15	: CF Konsantrasyonunun PU-CF Kompozitlerinin Reolojik Özelliklerine Etkisi.....	36
Şekil 4.16	: CF-PU Kompozitlerinin DMA Taramaları (a) PU (b) PU-CF...	37
Şekil 4.17	: PU-CF Kompozitlerin Depolama Modülünün (E') Sıcaklıkla Değişimi.....	39
Şekil 4.18	: PU-CF Kompozitlerin Kayıp Modülünün (E'') Sıcaklıkla Değişimi.....	40
Şekil 4.19	: Tanδ'nın Sıcaklıkla Değişimi.....	41
Şekil 4.20	: PU-CF Kompozitlerinin Gerilim-Gerinim Eğrileri.....	42
Şekil 4.21	: PU-CF Kompozitlerinin Çekme Mukavemetlerinin CF Konsantrasyonu ile Değişimi.....	43
Şekil 4.22	: PU-CF Kompozitlerinin Elastik Modüllerinin CF konsantrasyonu ile Değişimi.....	44
Şekil 4.23	: PU-CF Kompozitlerinin Kopma Anında Uzama Değerlerinin (%) CF Konsantrasyonu ile Değişimi.....	45
Şekil 4.24	: PU-CF Kompozitlerinin TGA Eğrileri.....	46
Şekil 4.25	: Polimer Kompozitlerde İletkenlik Ağının Kurulması.....	49
Şekil 4.26	: PU-CF Kompozitlerinde İletkenlik Ağının Kurulması.....	49
Şekil 4.27	: PU-CF Kompozitlerin İletkenliklerinin CF Konsantrasyonu ile Değişimi.....	50
Şekil 4.28	: PU-CF Kompozitlerinde Fiberlerin Paralel Bloklar Halinde Yönlenmesi.....	51
Şekil 5.1	: PU-CF Kompozit Filmlerinin (a)Termal Direnci, (b)Çekme Mukavemeti,(c)Temas Açısı Değerlerinin CF konsantrasyonu İle (%) Değişimi.....	54
Şekil A.1	: PU'nun FT-IR Spektrumu.....	59
Şekil A.2	: PU-CF1'in FT-IR Spektrumu.....	59
Şekil A.3	: PU-CF2'nin FT-IR Spektrumu.....	60
Şekil A.4	: PU-CF3'ün FT-IR Spektrumu.....	60
Şekil A.5	: PU-CF4'ün FT-IR Spektrumu.....	61
Şekil A.6	: PU-CF5'in FT-IR Spektrumu.....	61
Şekil A.7	: CF'in FT-IR Spektrumu.....	62
Şekil A.8	: PU-CF1 ve PU-CF5'in FT-IR Spektrumu.....	62
Şekil A.9	: PU, PU-CF1, PU-CF4 ve PU-CF5'in FT-IR Spektrumu.....	63
Şekil B.1	: PU'nun XRD Grafiği.....	64
Şekil B.2	: PU-CF1'in XRD Grafiği.....	64
Şekil B.3	: PU-CF2'nin XRD Grafiği.....	65
Şekil B.4	: PU-CF3'ün XRD Grafiği.....	65
Şekil B.5	: PU-CF4'ün XRD Grafiği.....	66
Şekil B.6	: PU-CF5'in XRD Grafiği.....	66
Şekil B.7	: CF'in XRD Grafiği.....	67
Şekil C.1	: PU'nun DMA Grafiği.....	68
Şekil C.2	: PU-CF1'in DMA Grafiği.....	68
Şekil C.3	: PU-CF2'nin DMA Grafiği.....	69
Şekil C.4	: PU-CF3'nin DMA Grafiği.....	69
Şekil C.5	: PU-CF4'ün DMA Grafiği.....	70
Şekil C.6	: PU-CF'in DMA Grafiği.....	70
Şekil D.1	: PU'nun TGA Termogramı.....	71
Şekil D.2	: PU-CF1'in TGA Termogramı.....	71
Şekil D.3	: PU-CF2'nin TGA Termogramı.....	72

Şekil D.4	: PU-CF3''nin TGA Termogramı.....	72
Şekil D.5	: PU-CF4''ün TGA Termogramı.....	73
Şekil D.6	: PU-CF5''in TGA Termogramı.....	73
Şekil D.7	: CF' nin TGA Termogramı.....	74

SEMBOL LİSTESİ

W_1	: Kuru Filmin Ağırlığı
W_2	: Şişmiş Filmin Ağırlığı
E'	: Depolama modülü
E''	: Kayıp modül
Θ	: Temas Açısı
T_g	: Camsı Geçiş Sıcaklığı
γ	: Kayma Hızı
τ	: Kayma Gerilmesi
η	: Viskozite
σ	: İletkenlik
A	: Amper
V	: Volt
d	: Film Kalınlığı

POLİÜRETAN-KARBON FİBER KOMPOZİTLERİN HAZIRLANMASI VE KARAKTERİZASYONU

ÖZET

Kompozitler, en az farklı iki fazın makro seviyede biraraya getirilmesi ile üretilen ve bileşenlerin üstün özelliklerini içeren malzemelerdir. Kompozitlerin en önemli avantajı hafif olmaları ile birlikte mekanik dayanımlarının yüksek olmasıdır. Son yıllarda polimer matrislerin fiberler ile güçlendirilmesi en çok kullanılan kompozit tiplerinden biridir.

Poliüretanlar (PU), diizosiyanatların polioller ile reaksiyonu sonucunda oluşan polimerlerdir. PU'nun özellikleri, diizosiyanat ve polioller gruplarının tipine göre geniş bir aralıkta değişmektedir. PU sahip olduğu yapışma özelliği ile matris ve takviye elemanı arasındaki etkileşimin iyi olmasını sağlamaktadır. PU'nun bu özelliği sayesinde kompozitlerde bileşenler arası etkileşimi arttıracak silika, fenol ve formaldehit gibi ek bir kimyasal madde kullanılmasına gerek kalmamaktadır. Karbon fiberler yüksek mekanik mukavemet ile elektriksel iletkenliğe sahip, kimyasal olarak inert, biyouyumlu ve düşük yoğunluklu malzemelerdir. Genellikle poliakrilonitril (PAN) veya ziftten elde edilen karbon fiberler, yüksek performanslı kompozitlerin hazırlanmasında en çok kullanılan takviye elemanlarından biridir.

Bu çalışmanın amacı, karbon fiber (CF) takviyesi ile PU'nun mekanik ve elektriksel özelliklerinin geliştirilmesi ve buna bağlı olarak uygulama alanlarının genişletilmesidir. PU-CF kompozit filmler matris elemanı olarak poliestir polioller, difenilmetan diizosiyanat ve 1,4-bütandiol'den sentezlenen termoplastik PU, takviye elemanı olarak 3-5 mm uzunluğundaki poliakrilonitril (PAN) bazlı CF ve çözücü olarak dimetilformamid (DMF) kullanılarak döküm-evaporasyon yöntemi ile hazırlanmıştır. Beş farklı konsantrasyonda hazırlanan PU-CF kompozitlerin nihai kalınlıkları 100-150 µm arasında değişmektedir. Hazırlanan PU-CF kompozit filmlerin yapıları Fourier Transform Infrared (FTIR) Spektroskopisi ve X-ışını Kırınımı (XRD), mikroyapısı Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), ısı kütlesi kaybı miktarları Termogravimetrik Analiz (TGA), reolojik özellikleri viskozimetre, viskoelastik özellikleri Dinamik Mekanik Analiz (DMA), hidrofiliteyi Temas-Açısı Ölçer (CAM ve elektriksel iletkenlikleri 4nokta-prop yöntemi ile belirlenmiştir.

Bu çalışmanın sonucunda, optik mikroskop görüntüleri yardımı ile hazırlanan polimer kompozitlerde CF'lerin matris içerisinde homojen olarak dağıldığı belirlenmiştir. Kompozit filmlerin FT-IR spektrumları karşılaştırıldığında, CF'lerin PU'nun kimyasal yapısında herhangi bir değişikliğe neden olmadığı saptanmıştır. XRD analizi ile PU-CF filmlerin amorf yapıda olduğu, viskozite ölçümleri sonucunda, CF'lerin matrisin akış davranışını değiştirmediği, TGA sonuçlarına göre, CF/PU oranındaki artış ile kompozitlerde ısı ile meydana gelen kütle kaybının

azaldığı tespit edilmiştir. CF konsantrasyonunun artışı matrisin molekül zincirlerinde hareketliliğin ve deformasyonun azalmasına; mekanik dayanım ile rijitliğin artmasına neden olmuştur. Buna bağlı olarak kompozitlerin depolama modülü ve kayıp modülü CF konsantrasyonu ile artmıştır. Gerilim-gerinim eğrilerine göre, PU'nın ağırlıkça %5 oranında CF ile güçlendirilmesi sayesinde mekanik mukavemette yaklaşık %244'lük artış sağlanmıştır. PU-CF kompozitlerin elektriksel iletkenlik değerlerinin CF konsantrasyonu % 10^8 mertebesinde artmıştır. PU-CF kompozit filmler suyla şişmemişler ve hidrofilik karakteri CF konsantrasyonu ile azalmıştır. Tüm analiz sonuçlarına göre PU-CF kompozitlerinde matris-fiber etkileşiminin iyi olduğu belirlenmiştir.

THE PREPERATION AND CHARACTERIZATION OF POLYURETHANE-CARBON FIBER COMPOSITES

SUMMARY

Composites are artificially produced by combining two or more phase materials having a desirable combination of the best properties of the constituent. The greatest advantages of composites are stiffness and strength combined with lightness. Polymers reinforced with carbon fiber are being the most common form composites.

Polyurethanes (PU) are synthesized by the reaction of diisocyanates with polyols compounds. The properties of PU can vary in a wide range by changing the type of diisocyanates and polyols groups. PU can be used as a matrix component in composites because of good adhesion properties. This property of PU maintains good interaction between matrix and reinforcement component. This advantage of PU provides discarding additional chemicals such silica, phenol and formaldehyde used for improving interaction between components. Carbon fiber (CF) has high tensile strength, electrical conductivity, chemical inertness and low density. CF made from polyacrylonitrile (PAN) and pitch is used as a most common reinforcement component to obtain high performance composites.

The objective of this study is to improve the mechanical and electrical properties of PU by reinforcing of CF and increasing its application areas. For this purpose, PU-CF composite films were prepared by casting evaporation technique. For the preparation of composites PU synthesized mainly with polyester polyol and diphenylmethane diisocyanate (MDI) and chain extended with 1,4-butanediol was used as polymer matrix. CF produced from polyacrylonitrile (PAN) was used as an reinforcement component in 3-5 mm length. Dimethylformamide (DMF) was used as solvent. The thickness of the PU-CF composites films prepared in five different CF content were between 100-150 μ m. The structure of PU-CF composite films were characterized by Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR), scanning electron microscopy (SEM) and X-ray diffraction (XRD). Optical microscopy was used to determine the dispersion of CF into polymer matrix. The thermal and rheological properties of PU-CF composite were investigated by Thermal Gravimetric Analyzer (TGA) and viscosimetry, respectively. Viscoelastic properties were measured by Dynamic Mechanical Analyzer (DMA) and electrical properties were measured by four point probe method. Surface hydrophilicity and water absorption of composites were also determined.

We observed that CF could be homogeneously dispersed into PU matrix. FT-IR spectrum of prepared polymer composites showed that CF did not cause any structural changes in chemical structure of PU. According to XRD pattern, the incorporation of CF in PU did not cause to appear any new peak thus, PU-CF

composites clearly display major peaks in amorphous region. CF concentration did not affect the rheological behavior of the matrix. TGA curves show that the weight loss in the PU-CF composites was decreased with increasing CF/ PU ratio. Increasing of CF concentration caused to reduce the mobility and deformation of matrix, and to increase the mechanical resistance and stiffness of PU. This is due to increase in the storage and loss modulus of PU-CF composites. The tensile strength of polymer matrix increased about 244% with increasing 5% (w/w) of CF loading. A marginal increase (nearly $\% 10^8$) in electrical conductivity was also noticed in composites. Furthermore, the composites did not swell with water, and their surface hydrophilicity decreased with increasing of CF concentration. The overall results indicated that there is good interaction between PU and CF.

1.GİRİŞ

Günümüzde kompozit malzeme üretimi; tasarım olanakları sayesinde, uygulama alanına göre arzu edilen fiziksel ve mekanik özellikleri sağlayabilecek şekilde gerçekleştirilebilmektedir. Bu sayede, özellikle polimer kompozitler sağladıkları avantajlar sayesinde birçok mühendislik alanında kullanılmaktadır.

Polimerler metallere göre kolay şekillendirilebilen, düşük yoğunluklu ve korozyona karşı dirençli malzemeler oldukları için endüstride birçok alanda daha çok tercih edilmektedirler. Fakat, polimerlerin düşük mukavemetleri, iletkenlikleri ve sertlikleri uygulama alanlarını sınırlamaktadır. Polimer malzemelerin özellikleri, monomerler değiştirilerek veya çeşitli güçlendirici fazlar polimere eklenerek değiştirilebilir. Bu iki yöntemden polimer esaslı kompozit malzemelerin geliştirilmesi ile polimerlerin performansı büyük ölçüde arttırılmıştır. Sürekli iyileşen özellikleri ile polimer kompozitler birçok alanda metal ve seramiklerin yerini almaya başlamıştır.

İyi mekanik özelliğe ve düşük yoğunluğa sahip olan karbon fiberler, yüksek performanslı kompozitlerin hazırlanmasında en çok kullanılan takviye elemanlarından biridir. Poliüretanlar biyouyumlu, geniş spektrumda değişen fiziksel ve mekanik özelliklere sahip polimerlerdir. Farklı alanlarda geniş kullanıma sahip bu malzemelerle hazırlanan kompozitler geniş uygulama alanına sahip olabilir [1-5].

Bu çalışmada, termoplastik poliüretanın mekanik ve elektriksel özellikleri kısa karbon fiberlerin takviye elemanı olarak kullanıldığı polimer kompozitler hazırlanarak geliştirilmeye çalışılmıştır. Farklı konsantrasyonlarda hazırlanan karbon fiber-poliüretan kompozit filmlerin yapısı Fourier Transform Infrared (FTIR) Spektroskopisi ve X-ışını Kırınımı (XRD), mikroyapısı Taramalı Electron Mikroskobu (SEM), ısıl kütle kaybı miktarları Termogravimetrik Analiz (TGA), reolojik özellikleri viskozimetre, viskoelastik özellikleri Dinamik Mekanik Analiz (DMA), hidrofiliteyi Temas-Açısı Ölçer (CAM) ve elektriksel iletkenlikleri 4 nokta-prop yöntemi ile belirlenmiştir.

2. TEORİ

2.1 Kompozitler

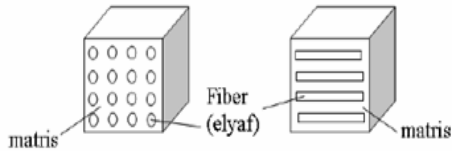
Kompozit malzemeler, kimyasal ve fiziksel özellikleri farklı iki veya daha fazla sayıdaki homojen fazın biraraya getirilmesi ile oluşan heterojen karışımlardır. Kompozit yapılarda bileşenler özelliklerini korurlar ve birbirleri içinde çözünmezler. Kompozit malzemelerde en az farklı iki faz makro seviyede biraraya getirilir ve bileşenlerin zayıf yönleri telafi edilerek üstün özelliklere sahip yeni bir malzemeler elde edilir. Kompozit malzeme matris, takviye elemanı ve katkı maddeleri olmak üzere üç temel bileşenden oluşur.

Kompozit malzemelerde sürekli fazı oluşturan bileşene matris elemanı denir. Matris öncelikle kalıp görevi görerek yapıya şekil verir. Kompozitlerde matris elemanı fiberleri bir arada tutar, yükü fiberlere homojen olarak dağıtır, fiberleri kimyasal ve fiziksel dış etkilere korur. Ayrıca, matris elemanı lifleri izole ederek liflerin yapı içinde bireysel davranmalarını sağlar. Tüm bu fonksiyonlar arasında matris elemanının en önemli görevi gelen yükü fiberlere iletmektir; bu sayede yükün çok az bir miktarı matris tarafından taşınır. Kompozit malzemenin darbe dayanımı ve esneklik gibi özellikleri seçilen matris malzemesine bağlı olarak değişir. Kompozitlerde seramikler, polimerler ve metaller matris elemanı olarak kullanılırlar.

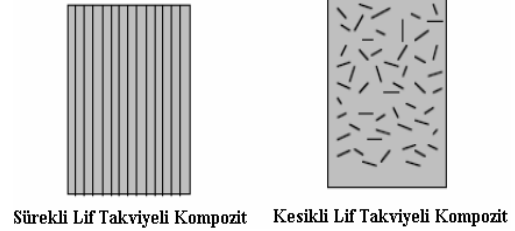
Kompozit malzemelerde matris içersine gömülmüş olan kesikli faza takviye elemanı denir. Takviye elemanları genellikle düşük yoğunluğa, yüksek elastik modüle ve sertliğe sahip, korozyona karşı dayanıklı malzemelerdir. Takviye elemanları kompozit malzemenin mekanik özelliklerinden sorumlu olan yapının temel mukavemet bileşenidir ve görevleri yükü taşımaktır. Sahip olduğu özelliklere bağlı olarak kompozit malzemeye sertlik, elektriksel veya termal iletkenlik gibi farklı özellikler sağlayabilir. Takviye elemanları kompozit malzemelere fiber (elyaf), parçacık ve whisker gibi farklı formlarda katılabilir [1-5].

Kompozit malzemelerde, fiber-matris etkileşiminin geliřtirmesi amacıyla çeřitli dolgu veya kimyasal malzemeler katkı maddeleri olarak kullanılabilir.

řekil 2.1’de kompozit malzemeyi oluřturan bileřenler; řekil 2.2’de ise kompozitlerde uzun ve kısa fiber formları gösterilmektedir.



řekil 2.1: Kompozitleri Oluřturan Bileřenler



řekil 2.2: Fiber Formları

Kompozit malzemeler matris veya takviye elemanı formuna göre ařağıda belirtildiğı gibi iki farklı řekilde sınıflandırılır:

a) Takviye Elemanına Göre :

1. Elyafli kompozitler
2. Parçacıklı kompozitler
3. Tabakalı kompozitler
4. Karma kompozitler

b) Matris Elemanına Göre:

1. Seramik Kompozitler
2. Metal Kompozitler
3. Polimer Kompozitler

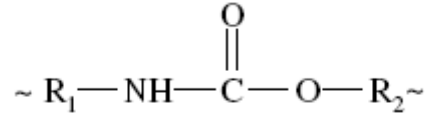
Kompozit malzemelerin özelliklerini etkileyen çeřitli faktörler vardır. Bunlar bileřenlerin cinsi, konsantrasyonu, homojen dağılımı, etkileřimi (matris-fiber etkileřimi) ve takviye elemanın geometrisi, oryantasyonu, boyu, çapı ve yüzey polaritesidir [1-4].

Kompozit malzemelerin mekanik ve fiziksel özellikleri öncelikle takviye elemanının ve matrisin cinsine ve konsantrasyonuna bağıdır. Sistemin homojenliğı kompozitin özelliklerini etkileyen diğeri bir faktördür. Bileřenlerin homojen olarak dağılmadığı bir sistemde istenen mekanik mukavemete ulařılmaz. Homojen olmayan bir sistem içersinde fiziksel ve mekanik özellikler farklılık gösterir ve buna bağı olarak malzemede hasarlar oluřur. Takviye elemanı oryantasyonu ise sistemin izotropisini belirler. Parçacık veya uzunlukları eřit olmayan kısa liflerin takviye elemanı olarak

kullanıldığı kompozitler izotropiktir; malzemenin özellikleri yönden bağımsızdır. Uzun liflerin takviye elemanı olarak kullanıldığı kompozitler ise anizotropiktir; malzemenin özellikleri yöne bağlı olarak değişmektedir [1,2].

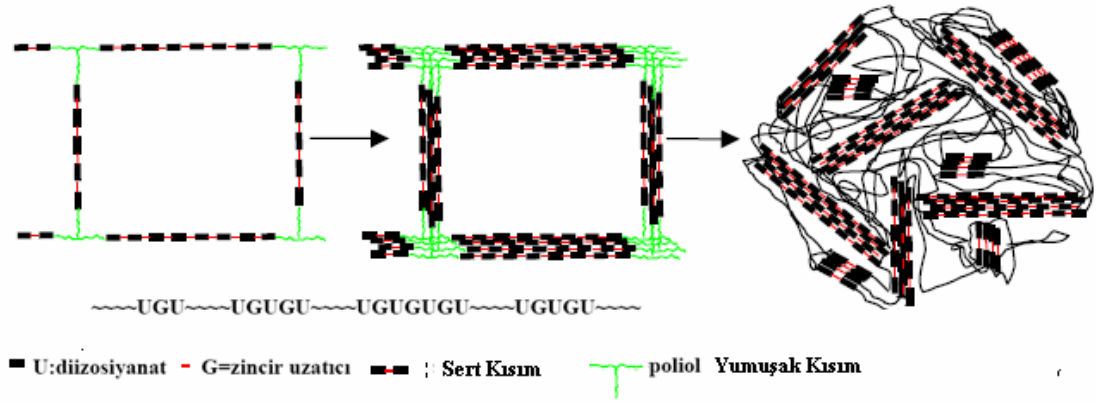
2.2 Poliüretan

Poliüretanlar, yapılarında üretan grubu ($-\text{NH}-\text{CO}-\text{O}-$) içeren polimerlerdir. Poliüretan zincirleri karbon dışında hidrojen, oksijen ve azot elementlerini içerir. Bu polimerler, üretan grubunun yanında eter, ester, amid ve üre gibi farklı fonksiyonel gruplardan birini veya birkaçını yapılarında bulundurlar. Poliüretanın kimyasal formülü sentezinde kullanılan monomerlere bağlı olarak değişir. Şekil 2.3'te lineer poliüretanın basit yapısı görülmektedir [6-8].



Şekil 2.3: Lineer Poliüretanın Yapısı [7]

Poliüretanlar, yumuşak ve sert kısımlardan oluşan blok kopolimerlerdir. Poliollerden oluşan yumuşak kısımlar, poliüretana elastomerik özellik kazandırır. Diizosiyanatların oluşturduğu sert kısımlar ise mekanik özelliklerinden sorumludur. Bu kopolimerler, ana zincirin yapısına ve bileşimine bağlı olarak sert kısmın yumuşak kısım içinde dağıldığı iki fazlı morfolojiye sahiptirler. Poliüretanlarda sert ve yumuşak kısımlar arasındaki faz ayrımına, segmentler arasındaki kimyasal ve termodinamik uyumsuzluk neden olur. Poliüretanlarda faz ayrımının derecesi polimer zincirler arsında kurulan hidrojen bağları, polarite, bileşim ve segmentlerin uzunluğu gibi faktörlere bağlıdır. Poliüretanın fiziksel ve mekanik özellikleri yumuşak ve sert kısım arasındaki faz dağılımına ve bu iki fazın oranına bağlı olarak değişir [7-12]. Ayrıca sert ve yumuşak segmentler arasındaki faz ayrımı, poliüretanın biyouyumluluğuna da katkıda bulunur [6]. Aşağıda Şekil 2.4'te poliüretanın sert ve yumuşak kısımları şematik olarak gösterilmektedir.



Şekil 2.4: Poliüretanın Sert ve Yumuşak Kısımları [12]

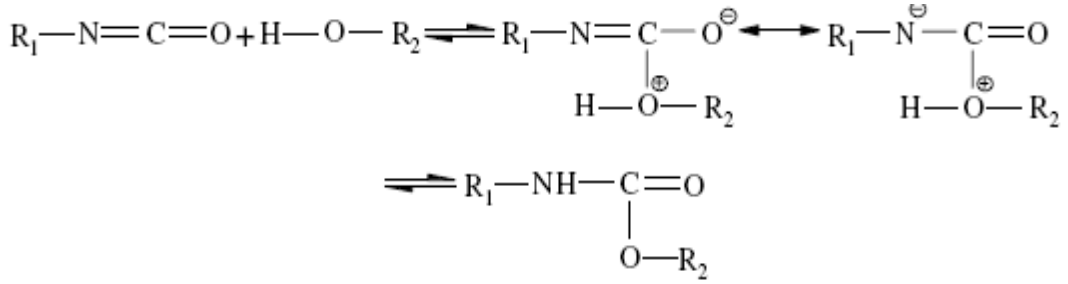
Poliüretanlar, termoset veya termoplastik karakterde olabilirler. Termoplastik poliüretanlar, iki fonksiyonlu bileşenler ile üretilen ve doğrusal zincire sahip olan polimerlerdir. Termoplastik poliüretanlarda London kuvvetleri, polar etkileşimler ve $-NH$ ve $C=O$ arasında kurulan molekül içi hidrojen bağları zincirleri birarada tutar. Termoset poliüretanlar ise polifonksiyonlu bileşenler ile sentezlenen ve çapraz bağlı yapıya sahip olan polimerlerdir. Termosetlerde zincirler arası çapraz bağlar kurularak şebeke ağ yapısı oluşturulur [6,7,11].

2.2.1 Poliüretanın Sentezi

Poliüretan sentezinde izosiyanatlar, polioller ve zincir uzatıcılar olmak üzere üç çeşit hammadde kullanılır. Ayrıca, sentez sırasında çözücü, çapraz bağlama ajanı ve katalizör gibi malzemeler de seçimli olarak kullanılabilir. İzosiyanatlar $-N=C=O$ grubunu içeren; zincir uzatıcılar ise difonksiyonel yapıdaki bileşiklerdir. Poliüretanın üretiminde poliol olarak en çok polieterler, poliesterler ve ana zinciri hidrokarbon olan bileşikler; izosiyanat olarak toluene 2,4 diizosiyanat (TDI) ve difenilmetan diizosiyanat (MDI); zincir uzatıcı olarak 1,4 butandiol, etilen diamin ve etilen glikol; katalizör olarak ise dibütilindilaurat (DBDTL) kullanılır. Termoplastik poliüretanların üretiminde, monomer olarak iki fonksiyonlu izosiyanat ve hidroksil grupları kullanılırken; termosetlerin sentezinde monomer olarak polifonksiyonlu izosiyanat ve hidroksil grupları kullanılır.

Poliüretanlar, kondenzasyon tepkimesi ile elde edilir. Poliüretan tepkimeleri ekzotermik reaksiyonlardır. Polimer zincirinin uzunluğu reaksiyon ilerledikçe artar. Polimerizasyon ile molekül ağırlığı, viskozite ve sıcaklık zamanla artar [6-8,11].

Poliüretanların reaksiyon mekanizması reaktanların kimyasal yapısına, katalizör tipine, çözücüye ve reaksiyon ortamının viskozitesine bağlı olarak değişir. Fakat, genel olarak polimerizasyon reaksiyonunun ilk aşamasında hidroksil grubundaki nükleofilik oksijen izosiyanat grubundaki elektrofilik karbona atak eder ve hidroksil grubundaki hidrojen izosiyanat grubundaki azot atomuna transfer olur. Şekil 2.5'te üretan tepkimesinin mekanizması gösterilmektedir [7,8].



Şekil 2.5: Üretan Tepkimesinin Mekanizması

2.2.2 Poliüretanın Fiziksel ve Kimyasal Özellikleri

Poliüretanlar, performans özellikleri kullanım alanına uygun bir şekilde ayarlanabildiği için, farklı alanlarda kullanılabilen polimerlerdir. Poliüretanların özellikleri monomerlerin yapısı, çapraz bağlanma miktarı, molekül ağırlığı, bileşim, sert ve yumuşak kısımların oranı kontrol edilerek geniş bir spektrumda değiştirilebilir. Poliüretanlar film, hidrojel ve köpük gibi değişik formlarda; farklı su geçirgenliği, şişme oranı ve yapısal özelliklere sahip olacak şekilde üretilebilirler [6,7].

Poliüretanlar yüksek mekanik mukavemete ve mükemmel esnekliğe sahip polimerlerdir. Bu polimerler, kontrol edilebilir sertliğe sahip malzemelerdir. Uygulama alanına göre, rijit ve dayanıklı poliüretanlar ya da yumuşak ve esnek poliüretanlar sentezlemek mümkündür. Poliüretanlar diğer elastomerlerle kıyaslandığında yüksek bükülebilme ile ses yalıtım özelliğine, darbe dayanımına, aşınma direncine sahiptirler. En önemli özelliklerinden biri de üstün yapışma kabiliyetleridir. Elektriksel olarak yalıtkan, ısıya ve soğuğa karşı dayanıklı malzemelerdir. Ayrıca, kimyasal direnci yüksek malzemelerdir; aşınmaya, seyreltik asitlere, atmosfer şartlarına ve organik çözücülere karşı dayanıklıdır [6,7,13].

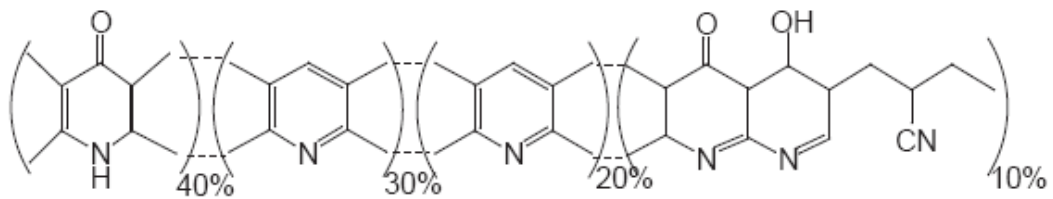
2.2.3 Poliüretanın Uygulama Alanları

Poliüretanlar, sahip oldukları özelliklerden dolayı birçok sektörde diğer polimerlerin yerini almaktadır. Otomotiv, tekstil ve boya sektöründen yapı sektörüne kadar oldukça farklı alanlarda uygulama alanına sahiptir. Bu gruptaki polimerler, ses ve ısı yalıtım malzemesi, dekorasyon malzemesi, mobilya, kaplama, yapıştırıcı, fiber, elastomer üretiminde de kullanılırlar [7,8,13].

Poliüretanlar iyi mekanik, kan ve doku uyumluluğunun yanında uygun gaz geçirgenliğinden dolayı film, köpük ya da hidrojel gibi çeşitli formlarda biyomedikal alanda da uygulama alanına sahiptirler. Bükülebilme özelliğinden dolayı kardiovasküler implantlarda kullanımı tercih edilen malzemelerdir. Ayrıca yapay organ, kontrollü ilaç salınım sistemleri, kan filtreleri, kalp kapakçıkları ve yara örtüsü gibi uygulamalarda kullanılırlar [6].

2.3 Karbon Fiber

Karbon fiberler, son yıllarda yüksek performanslı kompozitlerin hazırlanmasında en çok kullanılan takviye elemanlarından biridir. Bu fiberler, kimyasal yapılarında %90'dan fazla karbon ve değişen oranlarda azot, oksijen ve hidrojen elementlerini içeren malzemelerdir. Karbon fiberler kimyasal yapılarında üç farklı aromatik yapı bulundurulur. Bileşimleri oksidasyon şartlarına, sıcaklığa ve zamana bağlı olarak değişir. Şekil 2.6'da poliakrilonitril bazlı karbon fiberin sahip olduğu ortalama kimyasal bileşim verilmektedir [4,14].



Şekil 2.6: Karbon Fiberin Kimyasal Bileşimi

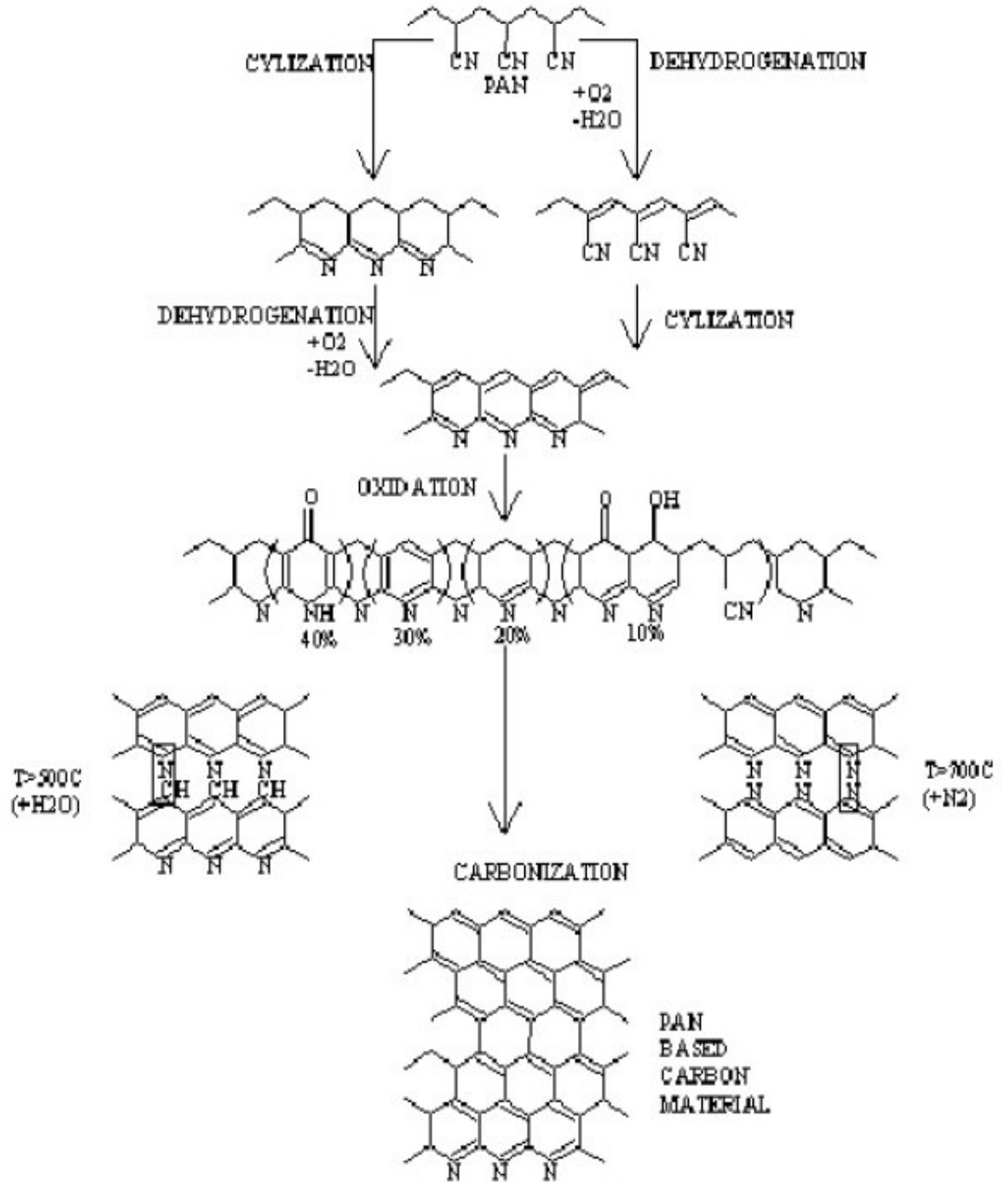
2.3.1 Karbon Fiberin Üretimi

Karbon fiberler, sentetik fiberlerin termal bozunması ile üretilirler. Üretiminde ham madde olarak zift veya poliakrilonitril (PAN) kullanılır. PAN esaslı karbon fiberler,

ziftten elde edilen fiberlere göre daha iyi mekanik özelliklere sahiptir. Bu yüzden, birçok uygulama alanında PAN esaslı karbon fiberlerin kullanımı tercih edilir [4].

PAN'dan karbon fiber elde edilmesi oksidasyon, karbonizasyon, grafitizasyon ve kaplama olmak üzere dört aşamda gerçekleşir. Karbon fiber üretiminde kullanılacak PAN akrilonitrilden üretilir; ekstruder yardımı ile fiber formuna getirilir. Karbon fiber üretiminde ilk olarak polimer fiberler eksene paralel olacak şekilde gerilir. Oksidasyon aşaması, 200-300°C civarında gerçekleştirilir. Bu aşamada, PAN'nın açık zincir yapısı hekzagonal yapıdaki kararlı karbon-azot halkasına dönüşür. Bu sayede, daha sonraki ısı işlemlerde malzemenin erimesi önlenir. Bu işlem sırasında, elyafların rengi sırası ile beyazdan kahverengiye sonrada siyaha döner. İkinci aşama olan karbonizasyon azot ortamında gerçekleştirilir. Bu aşamada, yüksek sıcaklıktan dolayı uçucu ürünler ve safsızlıklar ortamdan uzaklaşır. Karbonizasyon aşamasının sonunda en az %92 karbon içereğine sahip karbon fiberler elde edilir. Grafitizasyon aşamasında, sıcaklık 1000-2500 civarına arttırılarak karbon fiberlerin mekanik özellikleri ayarlanır. Grafitizasyon basamağında gerilme uygulamaları ve çalışılan sıcaklık değeri karbon fiberlerin mekanik özelliklerini belirler. Aynı sıcaklıkta gerçekleşen grafitizasyon aşamasında, fiberlerin gerilmemesi durumunda çekme modülü 69 Gpa olan fiberler elde edilirken gerilmesi durumunda 690 Gpa sahip fiberler elde edilir. En son aşamada fiberlerin yüzeyi temizlenip, reçine ile kaplanır.

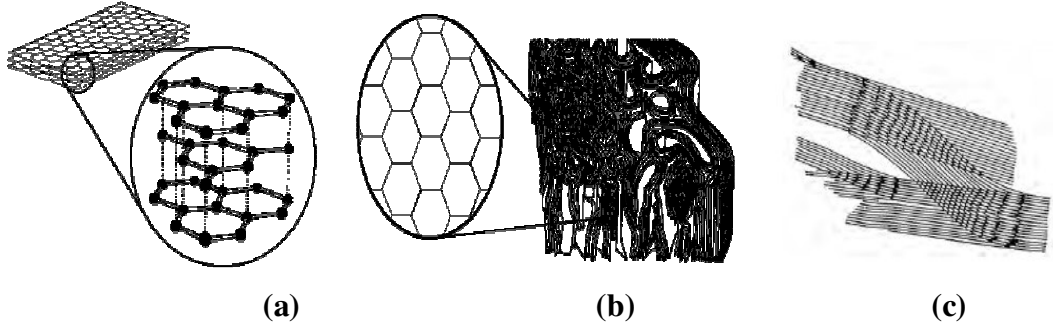
Şekil 4.15'te karbon fiberin üretim süreci sırasında meydana gelen reaksiyonlar gösterilmektedir [4,14-17].



Şekil 2.7: Karbon Fiberin Üretimi Sırasında Meydana Gelen Kimyasal Reaksiyonlar

2.3.2 Karbon Fiberin Mikroyapısı

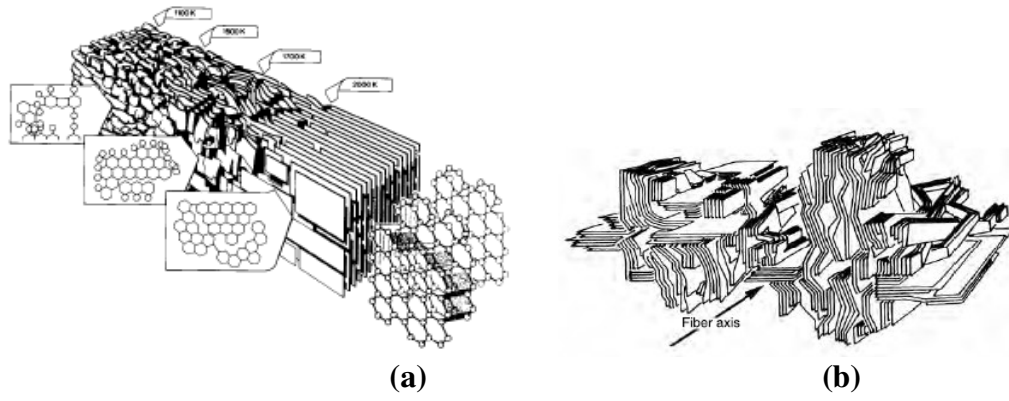
Karbon fiberlerin mikroyapısı, grafitin mikroyapısına çok benzer. Grafitte ve karbon fiberde, atomlar hekzagonal yapıda dizilmiştir. Şekil 2.7’de karbon fiber ve grafitin mikroyapıları ile karbon fiberde şeritler arası bağlanma gösterilmektedir [4,15].



Şekil 2.8: (a) Karbon Fiberin ve (b) Grafitin Mikroyapısı, (c) Karbon Şeritler Arası Bağlanma ve Boşluğu Yapı

PAN esaslı amorf karbon fiberi ve grafiti birbirinden ayıran mikroyapılarındaki farklılıklardır. Grafit kristalinde karbon atomları paralel tabakalar halinde ve uzun mesafeli bir dizilişe sahiptir. Ayrıca, tabakalar birbirine zayıf Vander Waals bağları ile bağlıdır. Tabakalar arası bu bağların kolaylıkla kırılabilmesi ile tabakaların birbiri üzerinden kayması, grafitin gevrek bir malzeme olmasına neden olur. Karbon fiberde ise atomlar grafitte göre daha kısa mesafeli bir dizilişe sahiptir. Karbon fiberler, paralel karbon tabakaları yerine fiber eksenine paralel iki boyutlu karbon şeritler içerirler. Bu şeritler, fiber yüzeyine paraleldir. Karbon şeritlerin bazıları fiber eksenini boyunca uzanırken, bazıları düzensiz bir şekilde yönelir. Fiberlerin iç tabakaları U biçimde kıvrımlara sahiptir. Karbon fiberde, fiber eksenini boyunca uzanan tabakalar kompleks bir biçimde birbirlerine bağlıdır. Karbon fiberlerin mükemmel mukavemete sahip olmasının nedeni, karbon şeritlerinin iç kısımlarda kıvrılması ve birbirine güçlü molekül içi bağlar ile bağlı olmasıdır. Bu yüzden, karbon fiberlerde karbon tabakaları grafitte olduğu gibi birbiri üzerinden kayamaz [4,15,16].

Grafit sahip olduğu rezonans ve düzenli yapı sayesinde karbon fiberlerden daha kararlıdır. Bu yüzden, sıcaklık yükseldikçe karbon fiberler daha kararlı grafit yapısını tercih ederler. Şekil 2.9’da karbon fiberlerin grafitte dönüşmesi sırasında mikroyapıda meydana gelen değişimler gösterilmektedir. Mikroyapıda meydana gelen değişim sonucunda, fiberlerin Young modülü artar ve çekme mukavemeti düşer [15].



Şekil 2.9: (a) Karbon Fiberin Grafite Dönüşmesi [1], (b) Yüksek Modüllü Karbon Fiberin Mikro Yapısı [15]

2.3.3 Karbon Fiberin Fiziksel ve Kimyasal Özellikleri

PAN esaslı karbon fiberler, sahip olduğu mikroyapı sayesinde mükemmel mekanik özellikleri olan malzemelerdir. Karbon fiberlerin mukavemet/ağırlık, modül/ağırlık oranları ve yorulma mukavemeti çok yüksektir. PAN temelli karbon fiber elastik özelliğe sahiptir; fakat gerilim-gerinim eğrisi lineer değildir [4]. Karbon fiberlerin Young modülü, seçimli oryantasyonun derecesine, düzensiz bölgelerin ve grafitleşmiş kristal tabakaların oranına bağlı olarak değişir. Bu yüzden, amorf yapıdaki PAN esaslı karbon fiberlerin zift temelli karbon fiberlere göre Young modülü düşük, çekme mukavemeti yüksektir. Karbon fiberin sahip olduğu tabakalar arası boşluklu ve kıvrımlı mikroyapı çatlak büyümesine engel olur [4,17]. Karbon fiber kimyasal olarak inert bir malzeme olduğu için birlikte kullanıldıkları malzemeler ile reaksiyona girmez. Yüksek termal ve elektriksel iletkenliğe sahiptir. Karbon fiberin ısıya karşı boyutsal stabilitesi, mikroyapısında varolan molekül için bağlardan dolayı yüksektir [4]. Ayrıca, çapları 5-8 m arasında değişen (insan saçından beş kat daha ince) düşük yoğunluklu ve biyoumlu malzemelerdir [4,18]. Karbon fiberin en büyük avantajı düşük yoğunluğa ve yüksek mekanik özelliklere sahip olmasıdır. Bir karşılaştırma yapılacak olursa; karbon fiberler çeliğe göre gerilmeye karşı 3 kat daha mukavemetli fakat çelikten 4,5 kat daha hafif malzemelerdir [16].

Karbon fiberlerin en büyük dezavantajı pahalı olmasıdır. Bunun yanında, düşük darbe dayanımına sahiptirler ve atmosfer ortamında 450 °C üzerinde oksitlenir [4].

2.3.4 Karbon Fiberin Kullanım Alanları

Hafif ve iyi mekanik özelliklere sahip malzemeler oldukları için otomotiv, denizcilik ve savunma sanayinde yaygın olarak kullanılmaktadırlar. Lastik, kaporta koltuk, tampon, gösterge paneli, yelkenli gövdesi gibi birçok parça karbon fiber veya karbon fiber esaslı kompozitler kullanılarak yapılmaktadır [4,16,18]. Karbon fiberin bu sektörlerde yaygın kullanılmasının nedenlerinden biri enerji tüketiminde sağladığı kazançtır. Bir otomobil yakıtının %1'ini yolcuları taşımak için harcarken, kalanını 1 tonu geçen kendi ağırlığı için kullanmaktadır. Fakat karbon fiber esaslı kompozitlerden yapılacak malzemeler hafif oldukları için daha az enerji tüketmektedirler [18]. Karbon fiberler yorulma direnci yüksek, biyouyumlu ve inert bir malzemeler oldukları için diş implantı, kalça ve diz protezi gibi biyomedikal malzemelerin yapımında kullanılmaktadırlar. Ayrıca, çok ince (8µm) ve biyouyumlu oldukları için nöroloji biliminde elektrot olarakta kullanılırlar. Karbon fiber kano, palet, tenis raketi, bisiklet ve golf sopası gibi birçok spor malzemenin üretiminde sağlamlık ve hafifliğin elde edilmesi için tercih edilmektedir. Enerji (rüzgâr türbinleri) ve yapı sektöründe de uygulama alanına sahiptirler. Ayrıca, müzik aletleri, uydular, elektronik malzemeler, elektrotlar, yakıt hücreleri, tekstil malzemeleri gibi daha birçok malzemenin üretiminde kullanılmaktadırlar [4,16,18].

2.4 Poliüretan-Karbon Fiber Kompozitler

Günümüzde sürekli gelişen performansları ve sağladıkları avantajlar sayesinde polimer kompozitler, birçok mühendislik alanında diğer malzemelerin yerini almaya başlamıştır. Son yıllarda kompozitlerde, polimerlerin mekanik, termal ve yapısal özelliklerini geliştirmek için takviye elemanı olarak fiberler yaygın olarak kullanılmaktadır. Özellikle cam, aramid, karbon fiberlerin polimer kompozitlerde takviye elemanı olarak kullanımı dikkat çekmektedir. Polimer kompozitlerin hazırlanmasında, öncelikle kullanılacak olan matris ve takviye elemanı seçilmeli; daha sonra seçilen bileşenlerin tipine ve formuna karar verilmelidir [1-4,17]

Poliüretanlar ve karbon fiberler ait oldukları malzeme grubuna göre üstün özelliklere ve geniş uygulama alanına sahip olan malzemelerdir. Bu iki malzemenin birarada

kullanılmasıyla performansları artırılarak uygulama alanları genişletilebilir. Polüretan-karbon fiber (PU-CF) kompozitler elektronik, uçak, araba, spor ve biyomedikal malzemeler gibi birçok malzemenin üretiminde farklı amaçlarla kullanılabilir [19].

Karbon fiberler inert, korozyona karşı dirençli, biyoumlu ve hafif malzemelerdir. Bunun yanında, sahip olduğu yüksek elektriksel iletkenlik, yorulma direnci ve çekme mukavemeti karbon fiberleri diğer fiberlerden üstün kılar. Sağladığı bu avantajlardan dolayı, polimer kompozitlerin hazırlanmasında diğer fiberlere göre daha çok tercih edilirler [4,16-20].

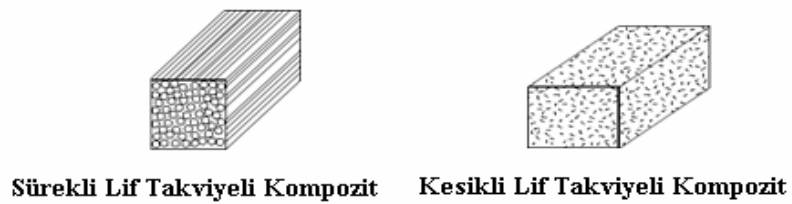
Karbon fiberler ile hazırlanan polimer kompozitlerde matris olarak poliüretanların kullanılması avantajlıdır. Çünkü poliüretanlar iyi mekanik ve yapışma özelliğine sahip polimerlerdir. Matris olarak poliüretanların kullanılmasıyla, kompozitlerde fiber-matris etkileşimini arttıracak silika, fenol ve formaldehit gibi ek maddeler kullanılmasına gerek kalmaz. Bu sayede, hem maliyetten hem de zamandan kazanç sağlanır [19].

PU-CF kompozitlerini hazırlamak için arzu edilen nihai özelliklere göre kullanılacak bileşenlerin tipine ve formuna karar verilir.

PU-CF kompozitlerin hazırlanmasında termoplastik veya termoset poliüretanlar kullanılabilir. Literatürde daha önce yapılan çalışmalarda, polimer kompozitlerin hazırlanmasında genellikle termoplastik karakterdeki poliüretanlar tercih edilmiştir. Çünkü, termoplastik kompozitlerin proses süreci termoset kompozitlerine göre daha kısadır. Bu nedenle, kompozitlerde termoplastik polimerlerin kullanımı büyük ölçekli üretim için daha uygundur (enjeksiyon kalıplamada gerekli süre 1 dakika). Termoplastik matrisler termosetler gibi ön işlem (sertleştirici, katalizör ilavesi) gerektirmezler ve termosetlere göre daha uzun raf ömrüne sahiptirler. Termoplastik kompozitlerin üretim prosesindeki bu farklılıklar zaman ve maliyet açısından tasarruf etmemizi sağlar. Termoset polimerler çapraz bağlanma yaptıkları için bir kez şekil verilip katılaştırıldıktan sonra tekrar eritilip şekillendirilemezler. Ayrıca, termosetlerin geri dönüşümleri zordur. Termoplastikler ise çağraz bağlanma yapmadıkları için ısı ve basınçla tekrar şekillendirilebilirler ve bu polimerlerin geri dönüşümleri kolaydır. Bu sebeplerden dolayı, PU-CF kompozitlerin üretiminde matris olarak termoplasik

poliüretanların seçilmesi proses, zaman, geridüşüm ve maliyet açısından daha avantajlıdır [1-4,11,19,20].

Polimer kompozit malzemelerin üretim metoduna ve uygulama alanına bağlı olarak fiberler, kompozitlerde uzun (sürekli) veya kısa (süreksiz) formda kullanılırlar. Şekil 2.10'da sürekli ve süreksiz fiber formlarının kullanıldığı kompozitler şematik olarak gösterilmektedir [1]. Literatürde yer alan çalışmalarda, polimer kompozitlerin hazırlanmasında daha çok kısa karbon fiberler kullanılmıştır. Literatüre göre, uzun fiberlerin kullanıldığı polimer kompozitler çok iyi mekanik mukavemete sahiptir. Ayrıca, uzun fiberler ile hazırlanan kompozitlerde fiberlerin homojen bir şekilde yönlendirilmesi daha iyi sağlanabilmektedir. Tüm bu avantajlara rağmen uzun fiberlerin kullanıldığı kompozitlerin üretim prosesi zor, yavaş ve yüksek maliyetlidir. Bu yüzden, kompozitlerde sürekli fiberlerin kullanımı yüksek hacimli üretim için elverişli değildir. Kısa fiberler ile hazırlanan kompozitlerin üretim prosesi ise hızlı ve ucuzdur (ekstruder, enjeksiyon kalıplama); bu tip kompozitler büyük ölçekte üretim için daha elverişlidir. Fakat kısa fiberler ile güçlendirilen kompozitlerde uzun fiberler ile desteklenen kompozitlerin mekanik özelliklerine ve yüksek homojenliğine ulaşamaz. Kısa fiberlerin kullanıldığı kompozitlerde, proses şartları altında fiberlerin daha kısa fiberlere kırılması, fiberlerin homojen bir şekilde dağılmaması ve düzensiz oryantasyonu kompozitin mekanik özelliklerini negatif yönde etkiler. Bu sebeplerden dolayı, literatürde yer alan çalışmalarda polimer kompozitlerin hazırlanmasında takviye elemanı olarak kısa karbon fiberler daha çok tercih edilmiştir [1-4,19-26].



Şekil 2.10: Polimer Kompozitlerde Fiber Formları

PU-CF kompozitler birçok sektörde uygulama alanı bulabilecek olmasına rağmen literatürde bu konu ile ilgili yapılan çalışma sayısı sınırlıdır. Literatürde yer alan bir grup çalışmada sadece belli uzunlukta (uzun veya kısa) karbon fiberler kullanılarak

hazırlanan polimer kompozitlerin mekanik ve yüzey özellikleri incelenmiştir [21,25]. Diğer bir grup çalışmada ise, hazırlanan polimer kompozitlerde farklı boy ve çaplara sahip karbon fiberler kullanılarak kompozitlerin mekanik, viskoelastik ve yüzey özelliklerinin fiber boyu ve çapı ile değişimi belirlenmiştir [19].

Bu çalışmada, yukarıda bahsedilen sebeplerden dolayı PU-CF kompozitlerin hazırlanmasında matris olarak termoplastik poliüretan ve takviye elemanı olarak kısa karbon fiberlerin (3-5 mm uzunlukta) kullanılması tercih edildi. Beş farklı konsantrasyonda çözücü olarak dimetilformamid (DMF) kullanılarak döküm-evaporasyon yöntemi ile hazırlanan PU-CF kompozitlerin nihai kalınlıkları 100-150 µm arasında değişmektedir. Hazırlanan PU-CF kompozit filmlerin yapıları Fourier Transform Infrared (FT-IR) Spektroskopisi ve X-ışını Kırınımı (XRD), mikroyapısı Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), ısı kütlesi kaybı miktarları Termogravimetrik Analiz (TGA), reolojik özellikleri viskozimetre, viskoelastik özellikleri Dinamik Mekanik Analiz (DMA), hidrofiliteyi Temas-Açısı Ölçer (CAM) ve elektriksel iletkenlikleri 4nokta-prop yöntemi ile belirlendi. Birçok farklı alanda kullanım olanağına sahip olabilecek PU-CF kompozitlerin hazırlanması ve ayrıntılı karakterizasyonu üzerine literatürde az sayıda çalışması olması bu çalışmanın önemini arttırmaktadır.

3. DENEYSEL ÇALIŞMA

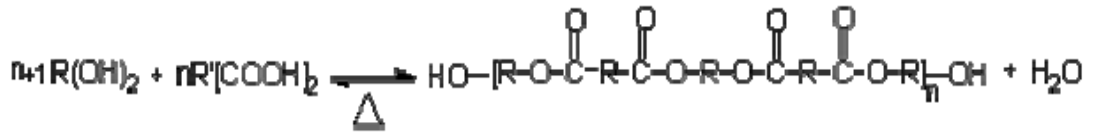
3.1 Kullanılan Kimyasallar ve Özellikleri

PU-CF kompozitleri matris, takviye elemanı ve çözücü olmak üzere üç çeşit bileşen kullanılarak hazırlandı.

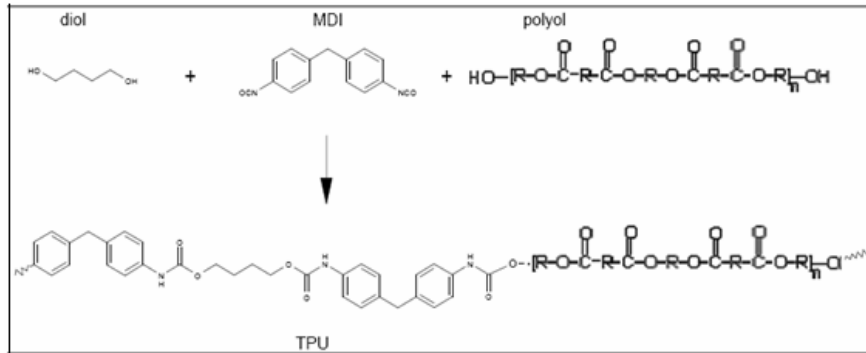
Kompoziterin hazırlanmasında matris elemanı olarak Flokser Firması'ndan temin edilen TS 161 kodlu aromatik termoplastik poliüretan (PU) kullanıldı. Termoplastik poliüretanın sentezinde, zincir uzatıcı olarak Şekil 3.1(a)'da kimyasal yapısı gösterilen 1,4 bütandiol kullanılmıştır. Kompozitlerde matris olarak kullanılan termoplastik poliüretan, Şekil 3.1(b) kimyasal yapısı gösterilen difenilmetan diizosiyanat (MDI) ve poliester poliölün (Şekil 3.2) ürünüdür. Şekil 3.3'te termoplastik poliüretanın sentezi ve kimyasal yapısı gösterilmektedir.



Şekil 3.1: (a) 1,4 Bütandiol, (b) Difenilmetan Diizosiyanatın Kimyasal Yapısı



Şekil 3.2: Poliester Poliölün Sentezi ve Kimyasal Yapısı



Şekil 3.3: PU'nun Sentezi ve Kimyasal Yapısı

Tablo 3.1’de polimer kompozitlerin hazırlanmasında kullanılan PU’nun bazı özellikleri verilmektedir.

Tablo 3.1: PU’nun Özellikleri

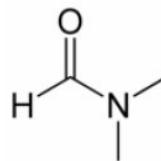
Özellik	Değer
Kod	TS 161
Viskozite (cP)	55000±1000
%100 Modül (kg/cm ²)	31±2
%200 Modül (kg/cm ²)	42±5
Kopma Anında Uzama	> 600
Kopma Anında Kuvvet (kg/cm ²)	< 450

PU-CF kompozitlerinin hazırlanmasında, takviye eleman olarak poliakrilonitril (PAN) bazlı karbon fiberler (CF) kullanıldı. Tablo 3.2’de kompozitlerin hazırlanmasında kullanılan CF’lerin özellikleri verilmektedir.

Tablo 3.2: CF’lerin Özellikleri

Özellik	Değer
Kod	TORAY-CA T700 12K
Tip	Standart Modül
Yoğunluk (g/cm ³)	1.8
Karbon İçeriği (%)	94
Çap (µm)	7
Çekme Mukavemeti (MPa)	4,900
Young Modülü (GPa)	230

Polimer kompozitlerin hazırlanmasında, çözücü olarak kapalı formülü C₃H₇NO olan dimetilformamid (DMF) kullanıldı. Şekil 3.4’te DMF’in kimyasal yapısı; Tablo 3.3’te ise özellikleri gösterilmektedir.



Şekil 3.4: DMF’in Kimyasal Yapısı

Tablo 3.3: DMF'in Özellikleri

Özellikler	Değer
Molekül Ağırlığı (g/mol)	73.09
Yoğunluk (g/cm ³)	0.944
Kaynama Noktası (°C)	153
Viskozite (cP, 20°C)	0.92
Nem İçeriği (%)	7

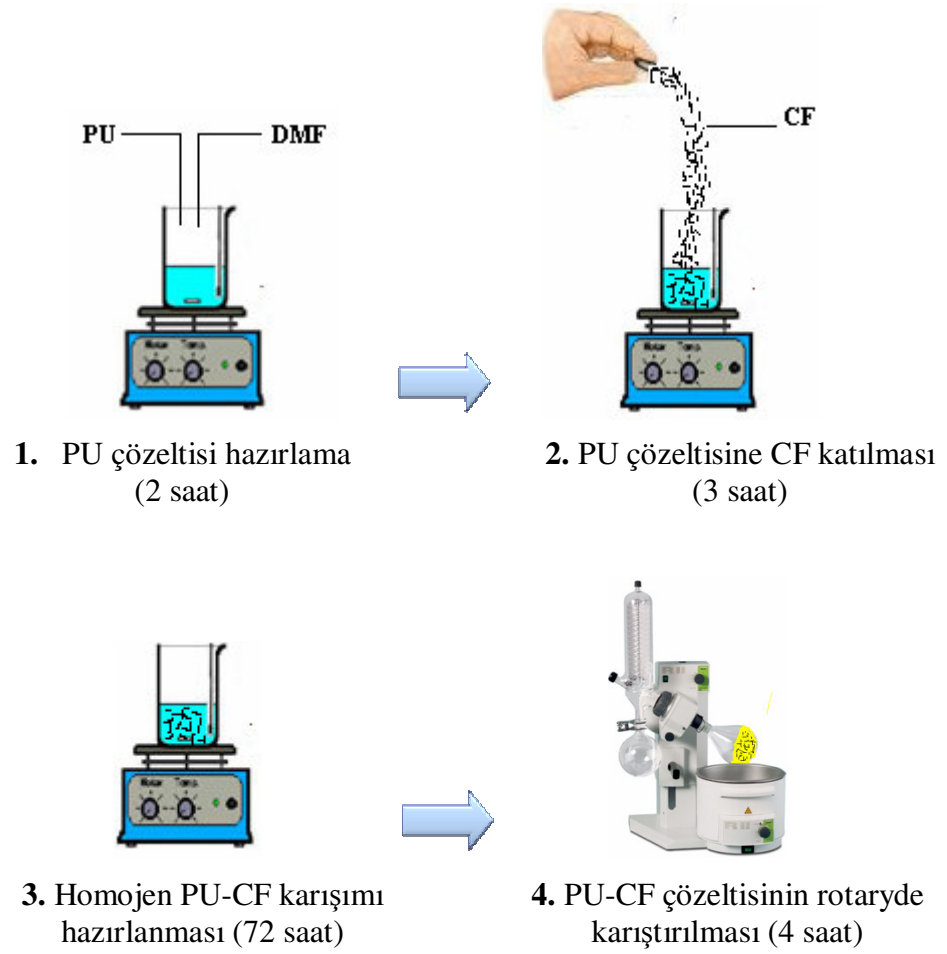
1.1 3.2 Poliüretan-Karbon Fiber (PU-CF) Kompozitlerin Hazırlanması

PU-CF polimer kompozitlerin sentezi, döküm-evaporasyon yöntemi ile gerçekleştirildi. PU-CF kompozit filmleri iki aşamada hazırlandı. İlk aşamada PU, CF ve DMF bileşenleri kullanılarak kompozit karışımı hazırlandı. İkinci aşamada, bu kompozit karışımı film haline getirildi.

1.2 3.2.1 PU-CF Karışımının Hazırlanması

PU-CF kompozit karışımının hazırlanmasında matris olarak termoplastik PU, takviye elemanı olarak CF ve çözücü olarak DMF kullanıldı. Polimer kompozit karışımının hazırlanması 3 adımda gerçekleştirildi:

- 1. Adım:** DMF çözücüsü kullanılarak PU çözeltisi hazırlandı. PU çözeltisi, karbon fiberlerin çözelti içinde topaklanmasını engellemek ve çözeltinin daha akışkan hale gelmesi için 2 saat boyunca oda sıcaklığında 100 rpm'de manyetik karıştırıcı ile karıştırıldı.
- 2. Adım:** Hazırlanan PU çözeltisine 3 saatlik periyotta, 3-5 mm uzunluğundaki CF'ler katıldı. Bu şekilde, ağırlıkça %1-5 oranında CF içeren 5 farklı konsantrasyonda polimer kompozit karışımı hazırlandı. CF'lerin polimer matris içersinde homojen dağılımını sağlayabilmek için hazırlanan karışım 72 saat boyunca oda sıcaklığında 100 rpm'de manyetik karıştırıcı ile karıştırıldı.
- 3. Adım:** Hazırlanan kompozit karışımı, nihai ürün olan filmlerde hava kabarcığı oluşumunu engellemek amacıyla 4 saat boyunca vakum altında karıştırıldı. Şekil 3.5'te, polimer kompozit karışımının hazırlanma aşamaları gösterilmektedir.



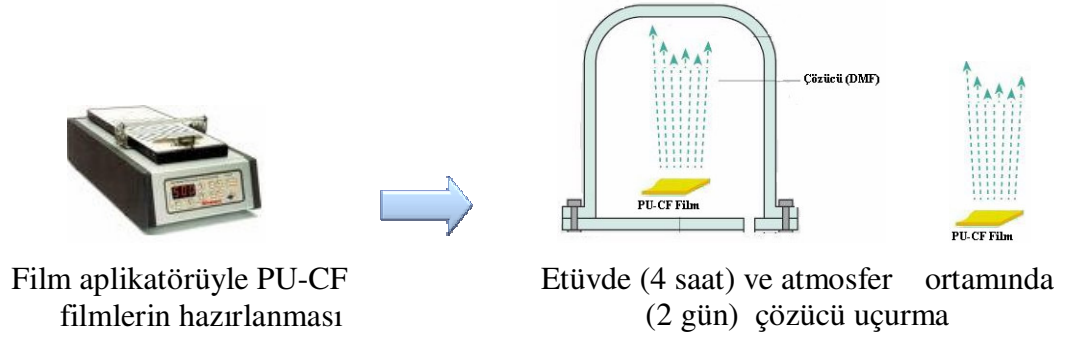
Şekil 3.5: PU-CF Kompozit Karışımının Hazırlanma Aşamaları

1.3 3.2.2 PU-CF Kompozit Filmlerin Hazırlanması

PU-CF kompozit filmlerin hazırlanması iki aşamda gerçekleştirildi:

- 1. Adım:** Öncelikle film aplikatörü, 100-150µm kalınlığında nihai kompozit filmler elde etmek için 1500 µm ayarlandı. Daha sonra PU-CF kompozit karışımı, film aplikatörü kullanılarak ayna yüzeyine dökülüp film haline getirildi.
- 2. Adım:** Filmler çözücünün uçurulması amacıyla 4 saat boyunca 50°C etüvde ve daha sonrada 2 gün boyunca oda sıcaklığında atmosfer ortamında bekletildi. Bu işlemten sonra filmler döküldükleri ayna yüzeyinden çıkartıldı.

Şekil 3.6'da PU-CF kompozit filmlerin hazırlanma aşamaları gösterilmektedir.



Şekil 3.6: PU-CF Kompozit Filmlerin Hazırlanma Aşamaları

3.3. Karakterizasyon Yöntemleri

3.3.1 Fourier Transform Infrared Spektroskopisi (FT-IR)

Polimer kompozit filmlerin yapısal karakterizasyonu, Spectrum One model Perkin Elmer marka, Fourier Transform Infrared Spektroskopisi (FT-IR) kullanılarak 650-4000 cm^{-1} dalga boyu aralığında yapıldı.

3.3.2 Optik Mikroskop

Karbon fiberlerin poliüretan matris içerisinde dağılımı, DM 6000M model Leica marka optik mikroskop cihazı kullanılarak incelendi.

3.3.3 X Işınları Analizi (XRD)

Polimer kompozit filmlerin morfolojisi, X'PERT model PRO-Panalytical marka XRD cihazı kullanılarak incelendi.

3.3.4 Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM)

Polimer kompozit filmlerin morfolojisi ve mikro yapısı 6 kV'ta çalışılan, Hitachi marka, S-4300 model SEM cihazı ile incelendi. Analizi yapılacak numuneler, platin ile kaplanarak iletken hale getirildikten sonra SEM mikrografları kaydedildi.

3.3.5 Viskozite

Hazırlanan PU-CF kompozitlerin akış davranışları, Anton Paar marka Physica MCR 301 model reometre ile 10^{-1} sn^{-1} ve 10^2 sn^{-1} arasındaki kayma hızlarında, 25 °C’de ölçüldü. Numunelerin ölçümünde, “20 mm çaplı paralel plate” geometrisi kullanıldı.

3.3.6 Dinamik Mekanik Analiz (DMA)

Polimer kompozit filmlerin dinamik mekanik analizleri ve viskoelastik özellikleri, Perkin Elmer marka Diamond model DMA cihazında, azot ortamında -80 °C’den 150 °C’e, 3 °C/dakika ısıtma hızında 1 Hz frekansta tarama yapılarak incelendi. Analiz için PU-CF filmlerinden 1x4 kesitinde numuneler hazırlandı.

3.3.7 Çekme Testi

Kompozit filmlerin çekme testleri, TA Q800 model Perkin Elmer marka DMA cihazı ile 30°C’de yapıldı. Analizde kullanılmak üzere, PU-CF filmlerden 1x4 kesitinde numuneler hazırlandı.

3.3.8 Termal Gravimetrik Analiz (TGA)

Polimer kompozit filmlerin termal davranışları, Perkin Elmer marka Diomand model termal analiz cihazında, azot atmosferinde ortam sıcaklığından 600 °C’ye kadar 20 °C/dak ısıtma hızı ile tarama yapılarak incelendi.

3.3.9 Su ile Temas Açısı

Polimer kompozit filmlerin hidrofiliteleri, KSV CAM 200 temas açısı ölçüm cihazı ile incelendi. Ölçümler üretilen kompozit filmlerin yüzeylerine 5 µl distile su damlatılarak, oda sıcaklığında saniyede 10 fotoğraf alınarak gerçekleştirildi.

3.3.10 İletkenlik Ölçümü

PU-CF kompozitlerin elektriksel iletkenlikleri, 4nokta-prop yöntemi kullanılarak oda sıcaklığında yapılan ölçümlerle belirlendi. İletkenlik ölçümleri için kompozitlerden 2x2 kesitinde numuneler hazırlandı. Her bir numune için ortalama iletkenlik değeri

20 kez tekrarlanan ölçümler sonucunda, aşağıda verilen 4.1 nolu denklem kullanılarak hesaplandı.

$$\sigma = [I \times (\ln 2 / (d \times \pi))] / V \quad (3.1)$$

I: Akım (amper) **V:** Volt **d:** Kompozit filmin kalınlığı (cm)

3.3.11 Şişme Özelliklerinin Belirlenmesi

Polimer kompozit filmlerin şişme davranışları, 2x2 kesitindeki numunelerin 25 °C'deki su banyosunda ekivalent şişme dengesine ulaşmaya kadar 20 gün boyunca distile su ortamında bekletilmesi ile belirlendi. Kompozit filmlerin şişme miktarları, Denklem 3.1'de verilen formül kullanılarak hesaplandı.

$$\% \text{ Su Absorpsiyonu} = 100 \times (W_2 - W_1) / W_1 \quad (3.2)$$

W_1 = Kuru Filmin Ağırlığı

W_2 = Şişmiş Filmin Ağırlığı

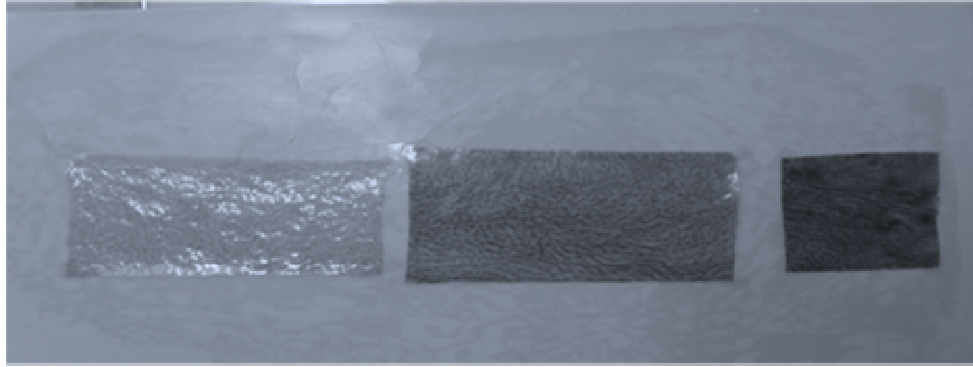
4. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

4.1 Poliüretan-Karbon Fiber Kompozitlerin Hazırlanması

Tablo 4.1’de çalışmada hazırlanan PU-CF kompozitlerin kodları, Şekil 4.1’de üç farklı konsantrasyondaki PU-CF kompozit filmlerin nihai hali gösterilmektedir.

Tablo 4.1: Hazırlanan PU-CF Kompozitlerin Kodları

Kod	Poliüretan Miktarı (% ağırlık)	Karbon Fiber Miktarı (% ağırlık)
PU	100	0
PU-CF1	99	1
PU-CF2	98	2
PU-CF3	97	3
PU-CF4	96	4
PU-CF5	95	5



(a)

(b)

(c)

Şekil 4.1: PU-CF Kompozit Filmler (a) PUCF1, (b) PU-CF3, (c) PU-CF5

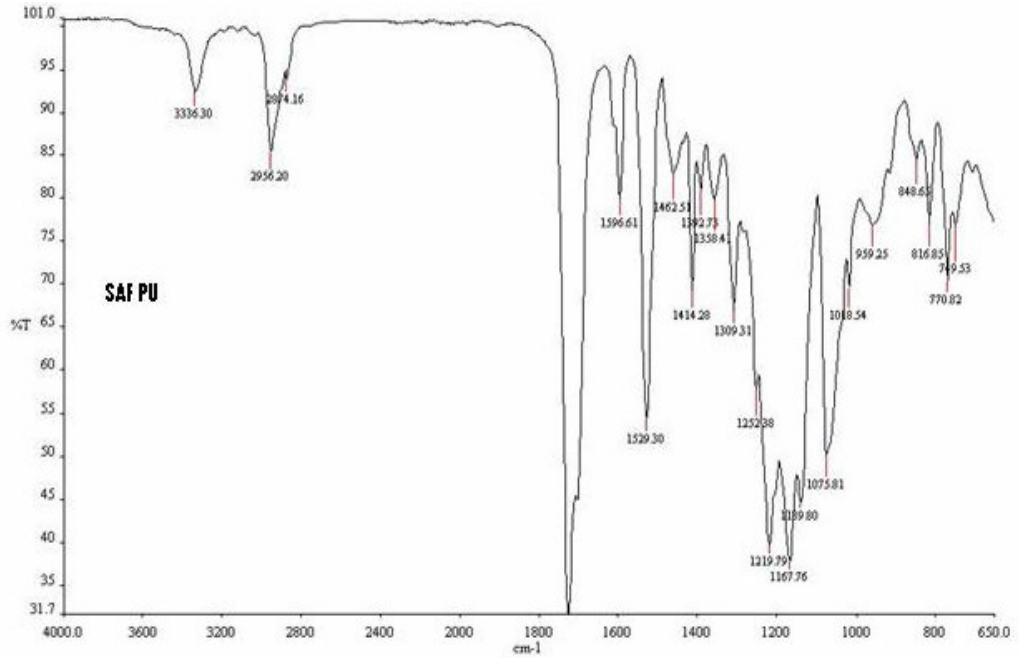
4.2 Kompozit Yapısının Karakterizasyonu ve Özelliklerinin Belirlenmesi

4.2.1 FT-IR

PU-CF kompozitlerin yapısal karakterizasyonu ve matris-fiber arası etkileşim, CF ve PU-CF kompozitlerin FT-IR spektrumları alınarak incelendi. Beş farklı konsantrasyonda hazırlanan PU-CF kompozitlerin FT-IR spektrumları Ekler kısmında verilmektedir.

Şekil 4.2’de matris olarak kullanılan PU’nun FT-IR spektrumu gösterilmektedir. Literatürde yer alan verilere göre hazırlanan Tablo 4.2’de ise, poliester bazlı PU’ya ait fonksiyonel grupların karakteristik pik verdiği frekanslar verilmektedir [6,27-29].

Şekil 4.2’ye göre, kompozitlerin hazırlanmasında kullanılan termoplastik PU 3336.3 cm^{-1} ’de $-\text{NH}$, 2956.2 cm^{-1} ’de $-\text{CH}_2$, 1750 cm^{-1} ’de $-\text{C}=\text{O}$, 1596.61 cm^{-1} ’de aromatik halkaya ait $\text{C}=\text{C}$, 1529.3 cm^{-1} ’de $\text{C}-\text{N}$ gerilmelerinden ve $\text{N}-\text{H}$ eğilmesinden kaynaklanan karakteristik pikler vermektedir. Şekil 4.2 ve Tablo 4.2 karşılaştırıldığında, kompozitlerde matris olarak kullanılan PU’nun tüm piklerinin literatürdeki verilerle uyumlu olduğu görülmektedir.

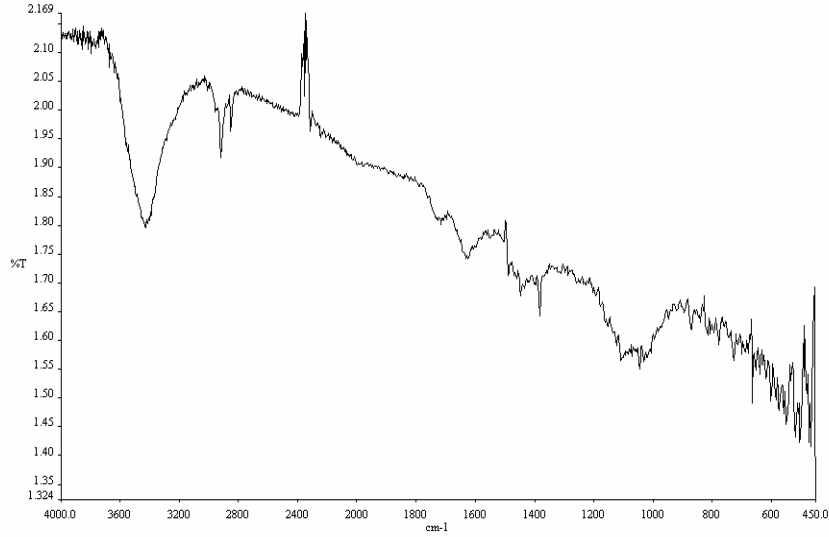


Şekil 4.2: PU’nun FT-IR Spektrumu

Tablo 4.2: PU'nun FT-IR Pikleri [6]

Fonksiyonel Grup	Frekans (cm ⁻¹)	Pik Kuvveti
-NH gerilmesi (Serbest)	3420	Zayıf/omuz şeklinde
-NH gerilmesi (Hidrojen bağlı)	3320	Kuvvetli
-CH ₂ asimetrik gerilmesi	2960	Kuvvetli
-CH ₂ simetrik gerilmesi	2890- 2860	Orta/omuz şeklinde
C=O gerilmesi (Serbest)	1740-1690	Çok kuvvetli
C=O gerilmesi (Hidrojen Bağlı)	1700-1725	Zayıf/omuz şeklinde
C=C gerilmesi (Benzen Halkası)	1600	Kuvvetli
N-H eğilmesi ve C-N gerilmesi	1530	Çok kuvvetli
-CH ₂ eğilme	1500-1432	Zayıf
C-C gerilmesi (Benzen Halkası)	1410	Kuvvetli
-CH ₂ sallanma	1360	Orta
N-H eğilme+C-N gerilme+C-H eğilme	1310	Kuvvetli
-CH ₂ sallanma + C-O-C gerilme	1250	Kuvvetli /omuz şeklinde
N-H eğilme + C-N gerilme	1225	Kuvvetli
C-O-C gerilme (Ester)	1180	Kuvvetli
C-H eğilme (Benzen Halkası)	1020- 820	Zayıf

Şekil 4.3'te CF'in FT-IR spektrumu; Tablo 4.3'te ise literatüre göre 700 °C'de pirolizi yapılan PAN bazlı CF'e ait fonksiyonel grupların karakteristik pik verdiği frekanslar gösterilmektedir [14]. Şekil 4.3'e göre, takviye elemanı olarak kullanılan CF, aromatik halkada yer alan fonksiyonel gruplara bağlı olarak 3450 cm⁻¹'de -NH, 2900 cm⁻¹'de C-H, 1700 cm⁻¹'de C=O, 1650 cm⁻¹'de C=N, 1450 cm⁻¹'de C=C ve 1050 cm⁻¹ civarında C-N gerilmelerinden kaynaklanan karakteristik pikler vermektedir. Şekil 4.3'teki spektruma göre, kompozitlerin hazırlanmasında kullanılan CF'in FT-IR spektrumu, Tablo 4.3'te FT-IR pikleri belirtilen PAN bazlı CF ile örtüşmektedir.

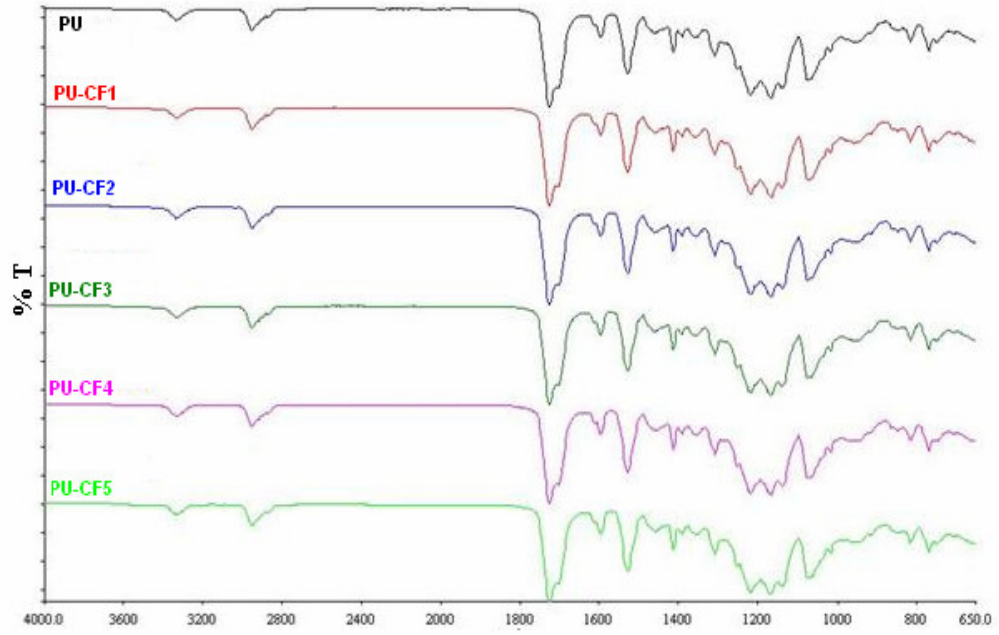


Şekil 4.3: CF'in FT-IR Spektrumları

Tablo 4.3: CF'in FT-IR Pikleri [14]

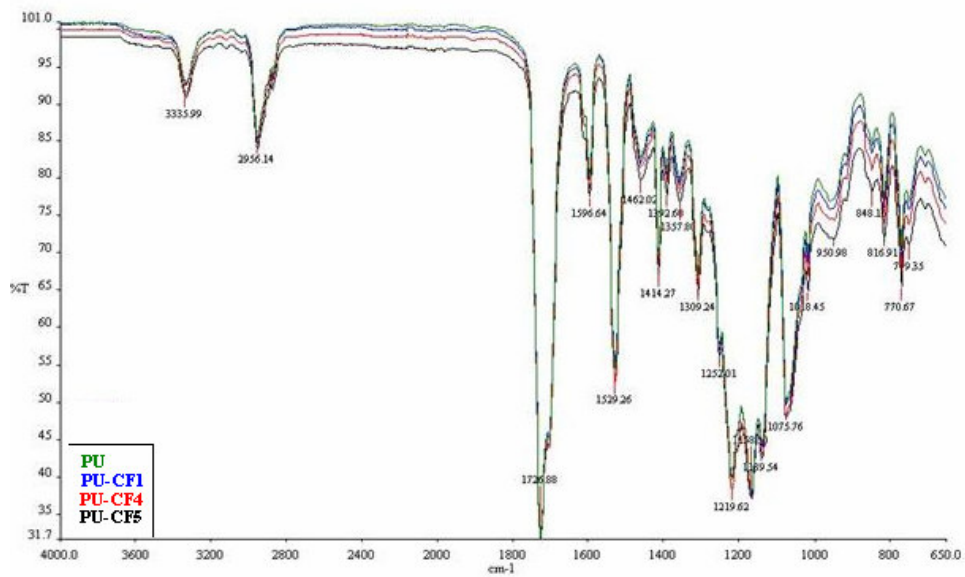
Fonksiyonel Grup	Frekans (cm ⁻¹)
N-H gerilmesi	3442.13
C-H gerilmesi	2924.63
C=O gerilmesi (Keton)	1701.01
C=N gerilmesi	1653.23
C=C gerilmesi	1540.69
C-N gerilmesi	1021.84

Şekil 4.4'de PU ve PU-CF kompozitlerinin FT-IR spektrumları birlikte gösterilmektedir. PU-CF kompozitlerinin ve PU'nun spektrumları karşılaştırıldığında, piklerde herhangi bir kayma veya yeni bir pik oluşumu gözlenmemektedir. Bu sonuca göre, kompozitlerde kullanılan takviye elemanı (CF) matrisin (PU) yapısında herhangi bir değişmeye neden olmamaktadır.



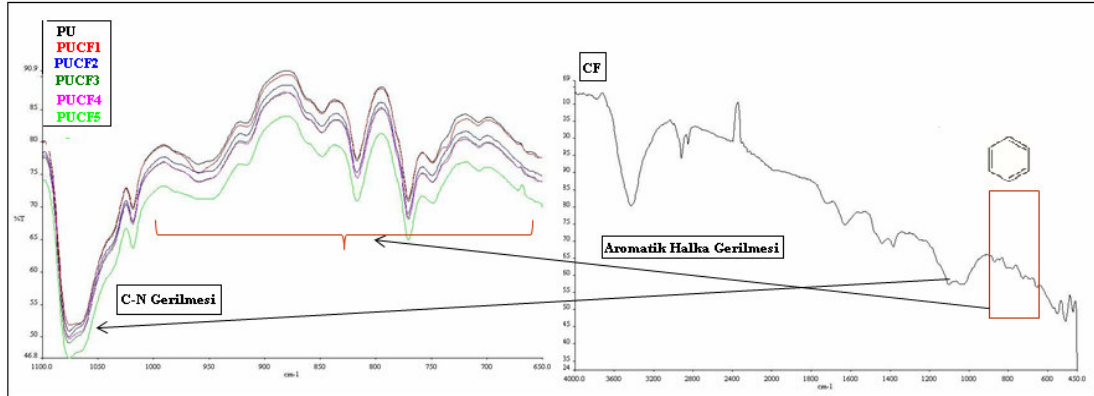
Şekil 4.4: PU-CF Kompozitlerinin FT-IR Spektrumları

Şekil 4.5'te üç farklı konsantrasyona sahip PU-CF kompozitlerinin FT-IR spektrumları çakışık olarak gösterilmektedir. Şekil 4.5 incelendiğinde, CF'in PU'nun yapısında yeni bir pik oluşumuna veya piklerde kaymaya neden olacak bir değişime sebep olmadığı görülmektedir. Fakat, kompozitlerde CF konsantrasyonu arttıkça 3335.9 cm^{-1} 'de -NH , 1725 cm^{-1} civarında C=O , 1075.76 cm^{-1} 'de C-N , ve $1000\text{-}650 \text{ cm}^{-1}$ civarında aromatik halka gerilmelerinden kaynaklanan piklerin yükseklikleri değişmektedir.



Şekil 4.5: PU-CF Kompozitlerinin Çakışık FT-IR Spektrumları

Şekil 4.6’da, PU-CF kompozitlerinin 1100-600 cm^{-1} arası FT-IR spektrumları daha ayrıntılı bir şekilde verilmektedir. Şeki 4.6’dan görüldüğü gibi, kompozitlerde aromatik halka yapısında yer alan ve 1075 cm^{-1} civarında karakteristik pik veren C-N ile 1000-650 cm^{-1} civarında aromatik halka gerilmelerinden kaynaklanan piklerin yükseklikleri CF konsantrasyonu arttıkça artmaktadır. Bunun nedeni, kompozitlerde CF miktarı arttıkça CF’in yapısında bulunan C-N ve aromatik halka miktarının konsantrasyona bağlı olarak artmasıdır.

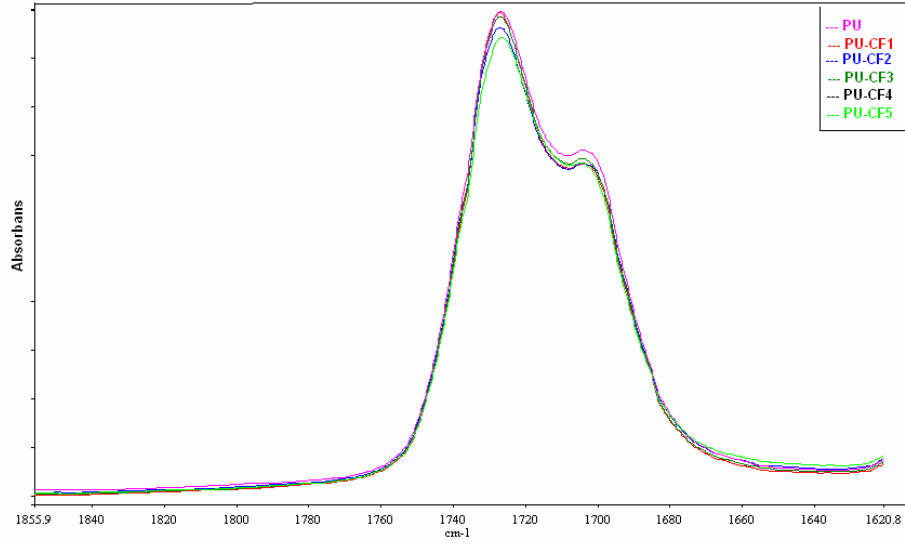


Şekil 4.6: PU-CF Kompozitlerinin (1100-600 cm^{-1}) Arası FT-IR Spektrumları

Literatürde yer alan bilgilere göre, PU’nun FT-IR spektrumunda -NH ve C=O gerilmelerinden dolayı ortaya çıkan piklerin yükseklikleri veya piklerin altında kalan alanlar yapıda bulunan molekül içi hidrojen bağları hakkında bilgi verir. PU’nun yapısında bulunan serbest -NH piki 3420 cm^{-1} , ürean bağında bulunan hidrojen bağlı -NH grubu ise 3320 cm^{-1} civarında pik verir. PU yapısında yer alan serbest ürean karbonili 1717-1734 cm^{-1} , hidrojen bağlı karbonil grubu ise 1700 cm^{-1} civarında pik verir. Bu sebepten dolayı, PU-CF kompozitlerin FT-IR spektrumlarında -NH ve C=O gerilmelerinden kaynaklanan piklerin bulunduğu bölgeler dikkatle incelenmelidir. Bu bölgedeki pik yüksekliklerinin oranları kullanılarak polimer kompozitlerde molekül içi hidrojen bağları ve matris-fiber arası etkileşim hakkında bilgi edinilebilir [28,29].

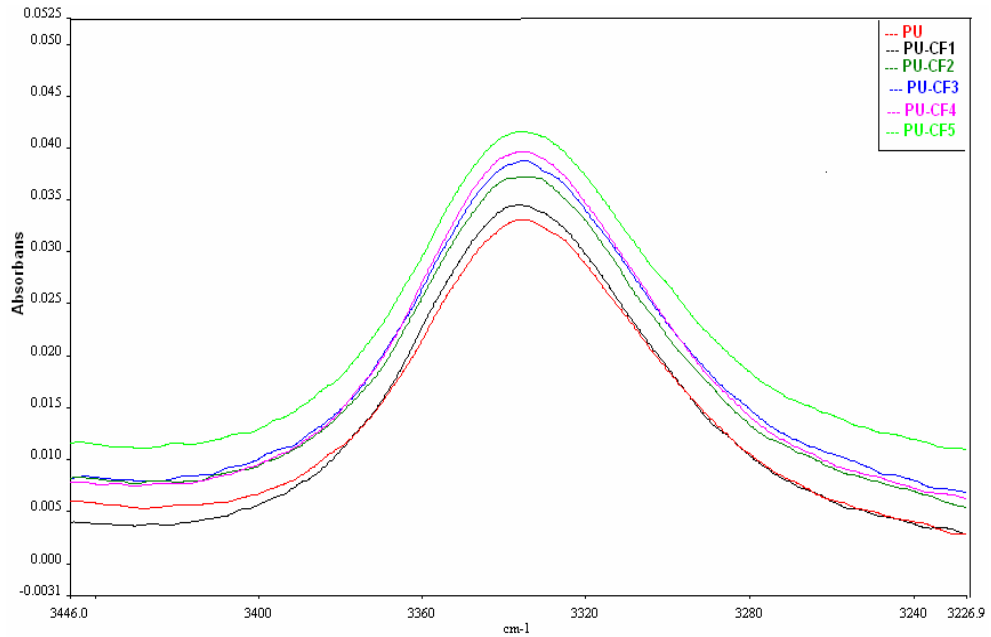
Şekil 4.5 incelendiğinde, PU-CF kompozitlerinde CF konsantrasyonu arttıkça, -NH ve C=O’ya ait pik yüksekliklerinin değiştiği görülmektedir. Bu nedenle, aşağıda Şekil 4.7’de farklı konsantrasyonlara sahip PU-CF kompozitlerinin yapısında yer alan karbonil grubunun piki gösterilmektedir. Şekil 4.7’ye göre kompozitlerin karbonil grubu iki omuz şeklinde pik vermektedir., PU-CF kompozitlerine ait serbest

karbonil literatürle uyumlu bir şekilde $1724,25\text{ cm}^{-1}$ civarında; hidrojen bağlı karbonil ise $1701,27\text{ cm}^{-1}$ civarında pik vermektedir [27]. Şekil 4.7'ye göre, karbonil grubuna ait bu iki pikin yükseklikleri çok fazla olmamakla birlikte CF konsantrasyonu ile artmaktadır.



Şekil 4.7: PU-CF Kompozitlerinin Karbonil Grubunun FT-IR Spektrumu

Şekil 4.8'de ise, PU-CF kompozitlerine ait hidrojen bağlı $-NH$ grubunun FT-IR spektrumu gösterilmektedir. Şekil.4.8'e göre, PU-CF kompozitlerin yapısındaki hidrojen bağlı $-NH$ pikinin yüksekliği CF konsantrasyonu ile artmaktadır.



Şekil 4.8: PU-CF Kompozitlerinin Hidrojen Bağlı $-NH$ Grubunun FT-IR Spektrumu

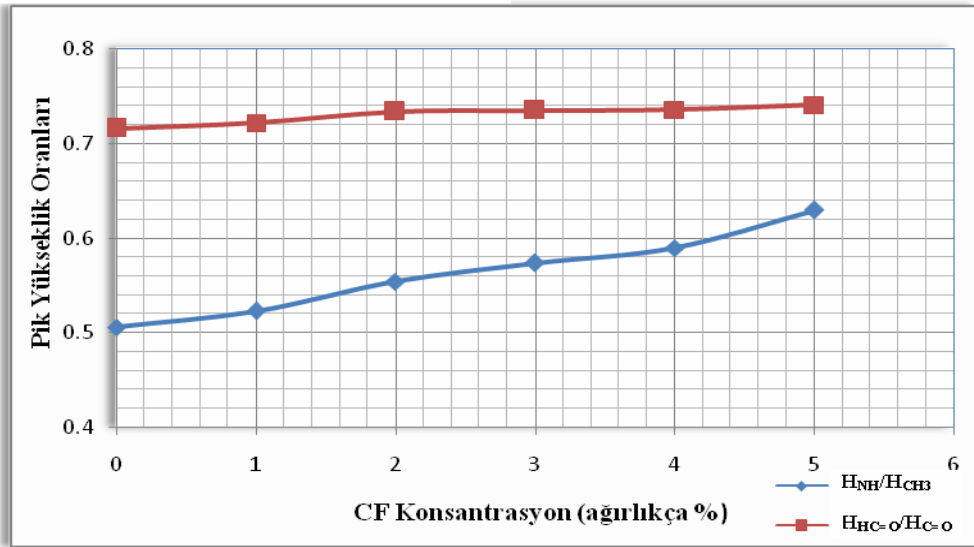
Tablo 4.4'te farklı konsantrasyonlara sahip PU-CF kompozitleri için pik yükseklik oranları (H_{NH}/H_{CH_3} ve $H_{HC=O}/H_{C=O}$) verilmektedir. Kompozitlerin karbonil grubuna ait pik yüksekliklerinin oranı ($H_{HC=O}/H_{C=O}$), Şekil 4.7'de verilen FT-IR spektrumundaki pik yükseklikleri kullanılarak hesaplandı. Hidrojen bağlı -NH'nin pik yüksekliği oranı (H_{NH}/H_{CH_3}) ise, Şekil 4.8'deki spektrum ve iç standart olarak -CH₂ grubunun pik yüksekliği kullanılarak belirlendi.

Tablo 4.4: PU-CF Kompozitlerinin FT-IR Spektrumlarındaki Pik Yükseklik Oranları

KOD	H_{NH}/H_{CH_3}	$H_{HC=O}/H_{C=O}$
PU	0.506	0.716
PU-CF1	0.523	0.717
PU-CF2	0.554	0.734
PU-CF3	0.574	0.735
PU-CF4	0,590	0.736
PU-CF5	0.634	0.741

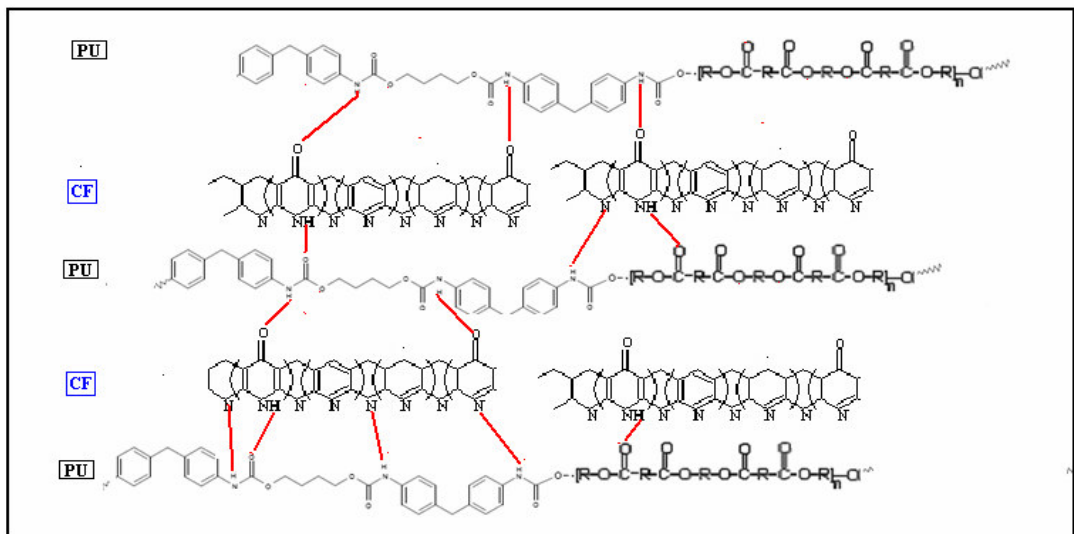
H_{NH} : Hidrojen Bağlı -NH'nin Pik Yüksekliği H_{CH_3} : Metil Grubuna Ait Pik Yüksekliği (İç Standart)
 $H_{HC=O}$: Hidrojen Bağlı C=O'nun Pik Yüksekliği $H_{C=O}$: Serbest C=O'nun Pik Yüksekliği

Şekil 4.9'da PU-CF kompozitlerinde CF konsantrasyonu ile pik yükseklik oranlarında (H_{NH}/H_{CH_3} , $H_{HC=O}/H_{C=O}$) meydana gelen değişim grafik halinde verilmektedir.



Şekil 4.9: PU-CF Kompozitlerinde Matris-Fiber Arası Kurulan Hidrojen Bağ İndeksi

Kompozitlerde CF konsantrasyonu arttıkça, PU ile CF arasındaki arayüzey miktarı artmaktadır. Tablo 4.4'teki veriler ve Şekil 4.9'daki grafik incelendiğinde, PU-CF kompozitlerinde $H_{HC=O}/H_{C=O}$ ve H_{NH}/H_{CH3} oranının CF konsantrasyonu arttıkça arttığı gözlenmektedir. PU-CF kompozitlerinde pik yükseklik oranlarının konsantrasyona bağlı olarak artması, CF miktarı arttıkça PU ile CF arasında kurulan molekül içi hidrojen bağlarının arttığını ve matris-fiber arası etkileşimin iyi olduğunu göstermektedir. Şekil 4.10'da PU-CF kompozitlerinde fonksiyonel gruplar arasında kurulan hidrojen bağları gösterilmektedir.

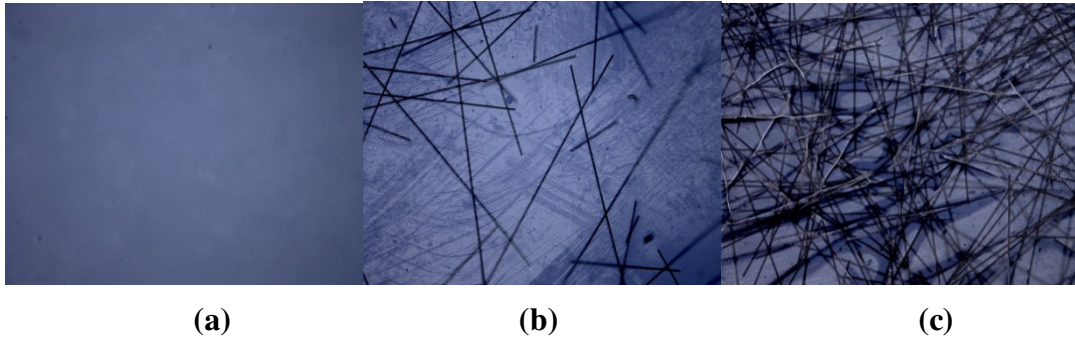


Şekil 4.10: PU-CF Kompozitlerinde Matris-Fiber Arası Kurulan Hidrojen Bağları

4.2.2 Optik Mikroskop

PU-CF kompozitlerinde takviye elemanının (CF) polimer matris (PU) içinde dağılımı, optik mikroskop kullanılarak incelendi.

Şekil 4.11’de farklı konsantrasyonlara sahip PU-CF kompozitlerinin optik mikroskop görüntüleri verilmektedir. CF’ler PU matrisi içersinde rastgele ve homojen bir şekilde dağılmaktadır. CF dağılımının hazırlanan kompozitlerde homojen olması, yapılan tüm analiz sonuçlarında kompozitlerin özelliklerinin CF konsantrasyonu ile orantılı bir şekilde değişmesini sağlamaktadır. Fiberlerin matris içinde homojen dağılması, PU-CF kompozitlerinin mekanik açıdan daha iyi bir performans göstermesine katkıda bulunmaktadır.



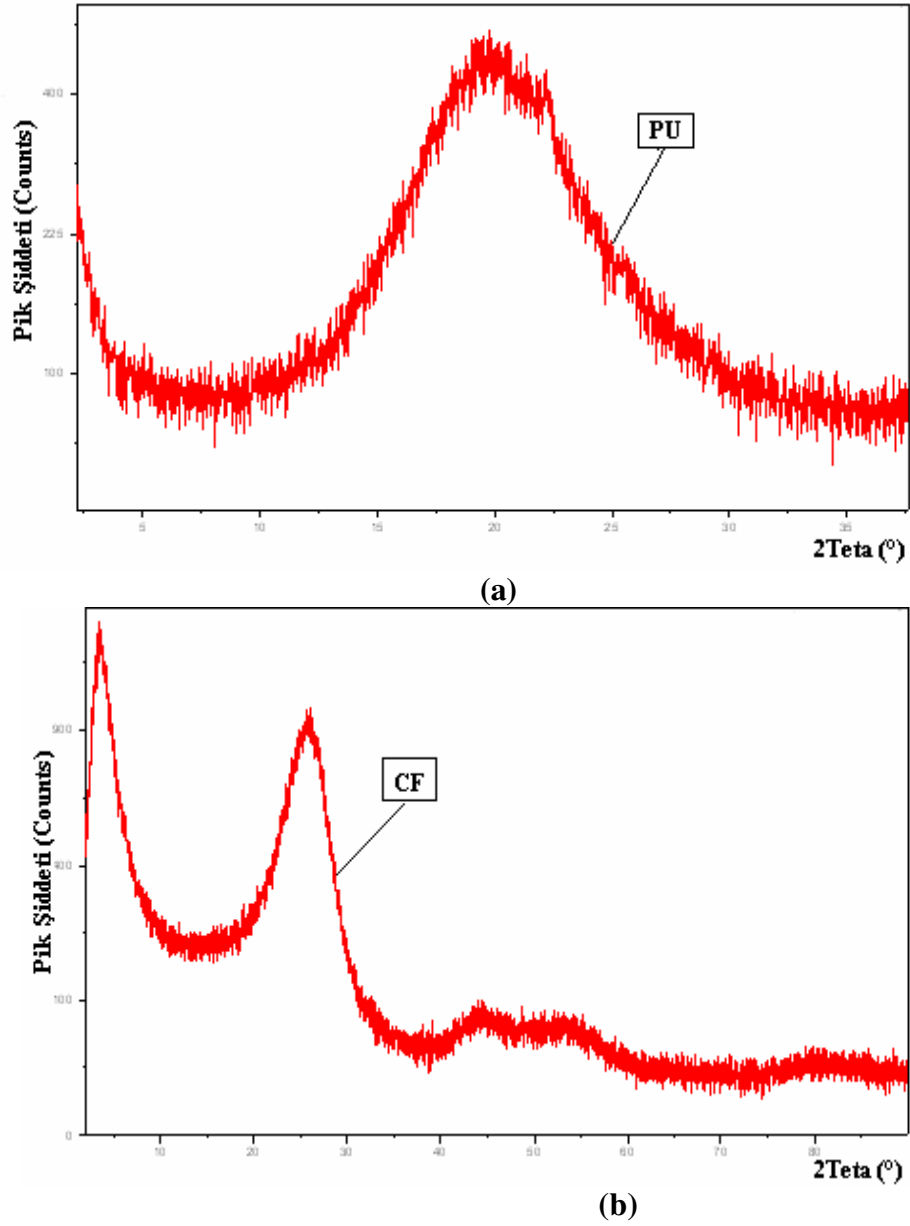
Şekil 4.11: (a) PU, (b) PU-CF1, (c) PU-CF5’in Optik Mikroskop Görüntüleri

1.3.1 4.2.3 XRD Analizi

Malzemelerin amorf, kristal veya yarı kristal yapısı XRD analizi ile belirlenir. Polimerler gibi amorf yapıdaki malzemeler, XRD’de düşük şiddetli geniş pikler; metaller gibi kristal yapıdaki malzemeler, yüksek şiddetli keskin pikler verir [1,30]. Hazırlanan PU-CF kompozit filmlerin morfolojisi, XRD görüntüleri yardımı ile tespit edildi.

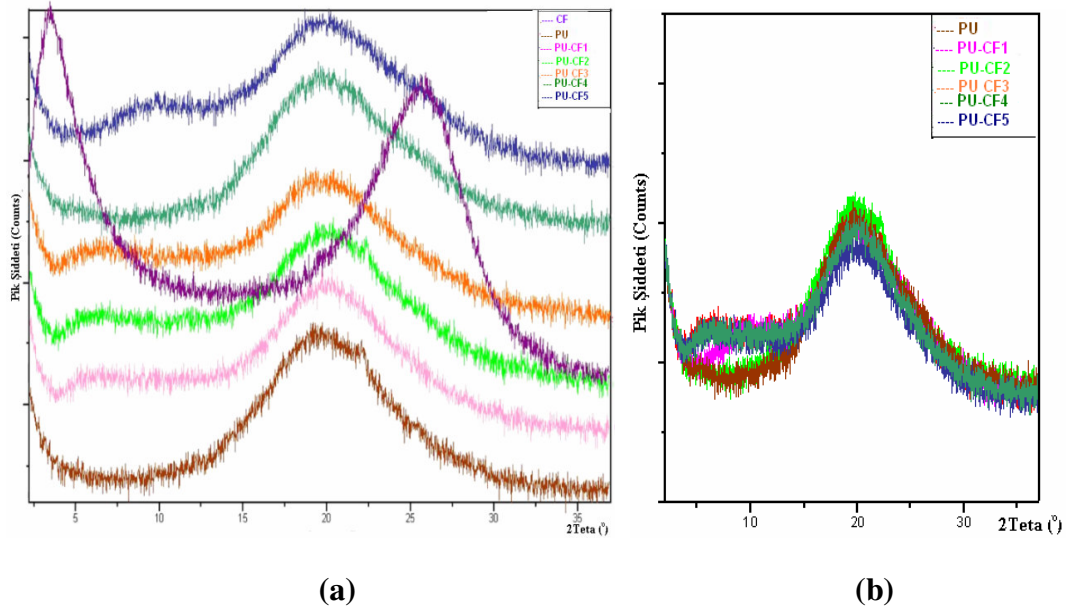
Şekil 4.12’de, PU’nun ve CF’in XRD görüntüleri gösterilmektedir. Farklı konsantrasyonlarda hazırlanan PU-CF kompozitlerinin XRD görüntüleri Ekler bölümünde verilmektedir. Şekil 4.12 (a)’da yer alan XRD görüntüsünden, PU’nun $2\theta \rightarrow 20^\circ$ civarında geniş bir pik verdiği ve bu verinin literatür ile uyumlu olduğu görülmektedir [27,28,31,32]. Şekil 4.12 (a)’ya göre, kompozitlerde kullanılan polimer matris (PU) amorf yapıdadır. Şekil 4.12 (b) ‘de yer alan XRD görüntüsüne

göre, takviye elemanı olarak kullanılan CF literatürle uyumlu bir şekilde 5° ile 25° civarında iki pik vermektedir ve yarı kristal yapıdadır [4].



Şekil 4.12: (a) PU'nun (b) CF'in XRD Görüntüleri

Beş farklı konsantrasyonda hazırlanan PU-CF kompozit filmlerin, PU'nun ve CF'in karşılaştırmalı XRD görüntüleri ve XRD analizinden elde edilen sonuçlar Şekil 4.13'te gösterilmektedir. Şekil 4.13'e göre, kompozitlerde takviye elemanı olarak kullanılan CF matris olarak kullanılan PU'nun morfolojisini fazla etkilememektedir.



Şekil 4.13: PU-CF Kompozitlerinin (a) Ayırık (b) Çakışık XRD Görüntüleri

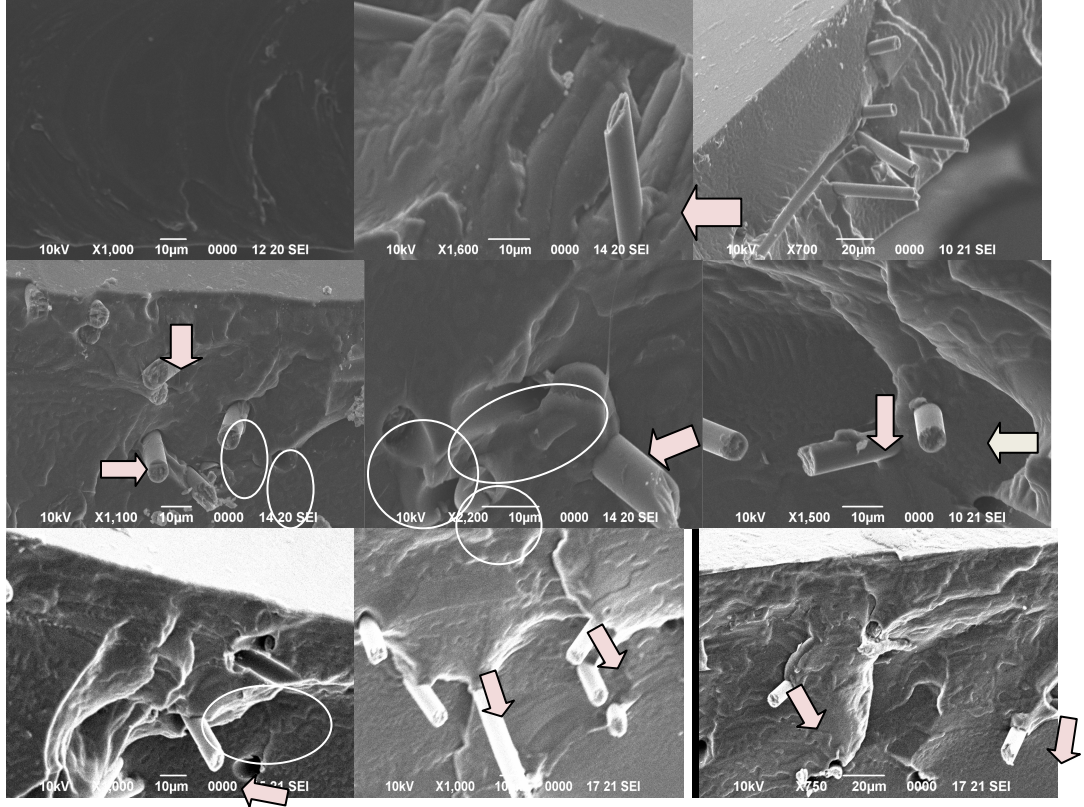
Sonuç olarak, XRD analizinden elde edilen verilere göre hazırlanan PU-CF filmler amorf yapıdadır.

4.2.4 Taramalı Elektron Mikroskobu

Hazırlanan PU-CF kompozitlerin morfolojisi ve mikro yapısı, taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak incelendi. PU-CF kompozit filmleri, azot ortamında kırıldıktan sonra kırılma yüzeylerinin SEM görüntüleri alındı. Şekil 4.14'te PU-CF kompozit filmlerinin SEM mikrografları verilmektedir.

Şekil 4.14'te polimer-matris arasındaki etkileşim oklar ile gösterilmektedir. PU matrisinin CF'leri tamamen kapladığı (ıslattığı) ve CF'lerin polimer matris içersine gömüldüğü görülmektedir. SEM göntülerinden elde bu veriler, CF ile PU arasındaki arayüzey bağlarının (adezyon) kuvvetli olduğunu kanıtlamaktadır.

Şekil 4.14'te verilen SEM mikrograflarında, PU-CF kompozitlerin kırılma yüzeylerinde meydana gelen boşluk oluşumu daireler içine alınarak gösterilmektedir. PU-CF kompozit filmlerin azot ortamında soğutulduktan sonra kırılması sırasında karbon fiberlerin matristen ayrıldığı ve buna bağlı olarak matriste boşlukların oluştuğu gözlenmiştir.

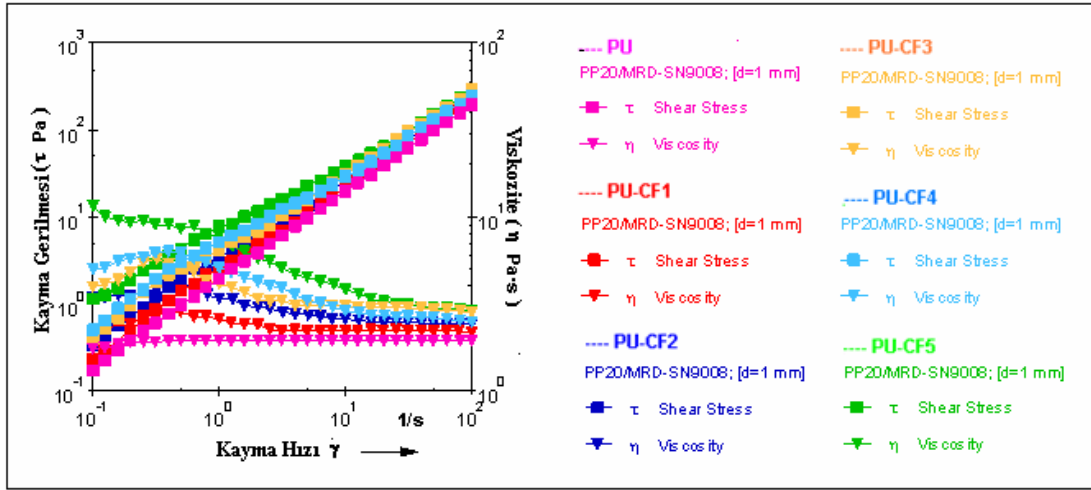


Şekil 4.14: PU-CF Kompozitlerinin SEM Mikrografları

SEM analizi sonucunda, kompozitlerde PU-CF arası etkileşimin iyi olduğu tespit edildi. Görüldüğü gibi, kompozitlerin FT-IR analizi sonucunda elde edilen bu bilgi SEM analizi ile de desteklenmektedir. PU-CF kompozitlerinin sahip olduğu bu morfoloji sayesinde, kompozitlerin özellikleri (çekme mukavemeti, depolama modülü (E''), iletkenlik, temas açısı vb.) CF konsantrasyonu düzenli bir şekilde değişmektedir. PU-CF kompozitlerinin özellikle mekanik özelliklerini gösteren çekme mukavemeti ve depolama modülü gibi değerlerin CF konsantrasyonu ile artması, matris-fiber etkileşiminin iyi olmasından kaynaklanmaktadır.

4.2.5 Viskozite

Hazırlanan PU-CF akışkanlarının reolojik özellikleri, vakumda karıştırma aşamasından sonra ölçülüp; kompozit karışımı daha sonra film haline getirildi. Farklı konsantrasyonlardaki PU-CF numunelerinin akış özellikleri, Anton Paar reometresi kullanılarak 10^{-1} ve 10^2 sn^{-1} arasındaki kayma hızlarının kayma gerilmesi ve viskoziteye karşı grafiğe geçirilmesi ile belirlendi. Şekil 4.15'te, farklı CF konsantrasyonuna sahip PU-CF kompozitlerinin akış ve viskozite eğrileri gösterilmektedir.



Şekil 4.15: CF Konsantrasyonunun PU-CF Kompozitlerinin Reolojik Özelliklerine Etkisi

Kompozitlerde matris olarak kullanılan PU yalancı plastikler gibi davranmaktadır. Yalancı plastikler; kayma incelmesi (shear thinning) davranışı gösteren; artan kayma hızıyla viskozitelerinde azalma görülen malzemelerdir.

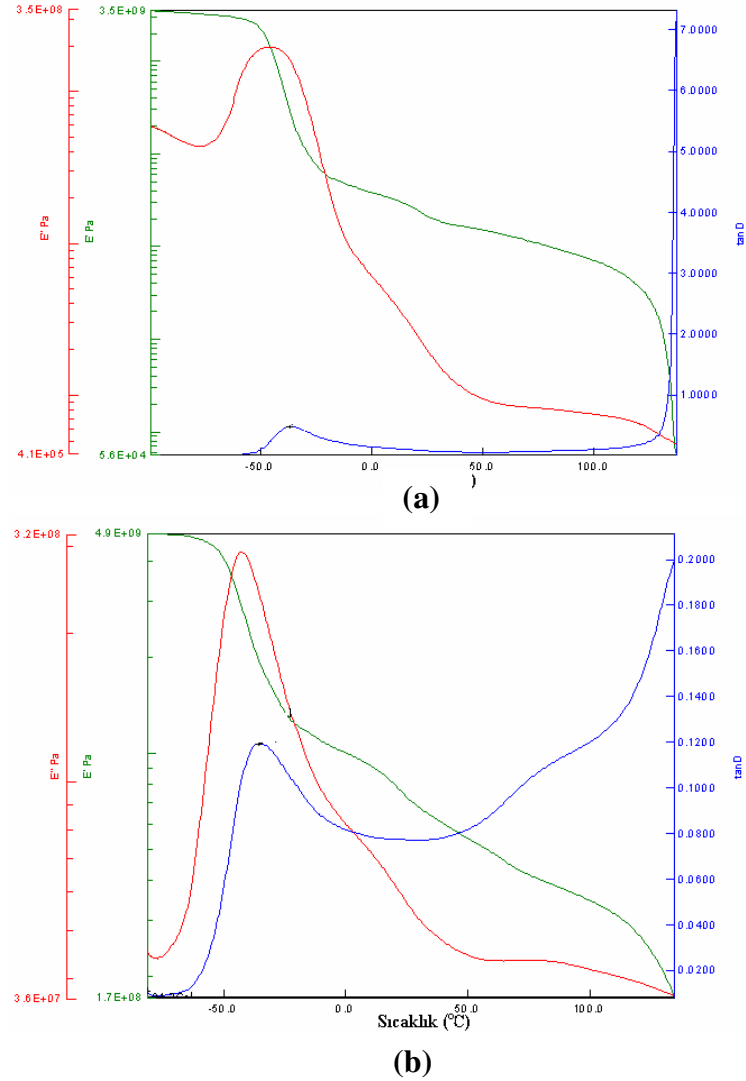
CF konsantrasyonu arttıkça PU-CF akışkanlarının viskoziteleri ve kayma gerilmeleri artmaktadır. Düşük kayma hızlarında PU-CF akışkanlarının viskozitelerinde ve kayma gerilmelerinde meydana gelen artış, yüksek kayma hızlarına göre daha fazladır. Yüksek kayma hızlarına ulaşıldığında ise, CF konsantrasyonu ile viskozite ve kayma gerilmesinde meydana gelen değişim çok azdır. Bu verilere göre, CF konsantrasyondaki farklılık düşük kayma hızlarında daha etkili olmaktadır.

Hazırlanan polimer kompozitlerin reolojik özelliklerinin düşük kayma hızlarında CF konsantrasyonu ile düzenli bir şekilde artması, CF-PU etkileşiminin iyi olduğunun ve CF'lerin PU matrisi içerisinde homojen bir şekilde dağıldığının bir göstergesidir. PU-CF akışkanlarının viskoziteleri, kayma hızı arttıkça azalırken; kayma gerilmeleri kayma hızı arttıkça artmaktadır. Buna göre, PU-CF kompozitlerin akışkan tipi matris olarak kullanılan PU ile aynı olup; CF kompozitlerde akışkan tipinin farklılaşmasına neden olmamaktadır. PU-CF kompozitlerinin yüksek kayma hızlarında viskozitelerinde CF oranı ile meydana gelen artışın PU'ya göre çok fazla olmaması, malzemenin üretimi ve işlenmesi açısından bir avantajdır.

4.2.6 Dinamik Mekanik Analiz (DMA)

DMA ile viskoelastik malzemenin, deformasyona bağılı olarak enerji depolama ve kaybetme yeteneği belirlenir. DMA ile malzeme, sabit kuvvet kontrolünde, salınımlı deformasyona maruz bırakılır ve oluşan gerilmeler ölçülür [34-36]. Takviye elemanı (CF) konsantrasyonunun; kompozitlerin dinamik özelliklerine olan etkisi, kompozitlerin DMA ölçümlerinin yapılması ile tespit edildi.

Şekil 4.16'da PU ve PU-CF5 numunelerinin 1 Hz frekanstaki $\tan(\delta)$ 'nın, depolama modülünün (E') ve kayıp modülünün (E'') sıcaklıkla değişim grafikleri gösterilmektedir. Hazırlanan farklı konsantrasyonlardaki kompozitlerin DMA grafikleri Eklerde verilmektedir. Şekil 4.16'daki grafiklere göre, numunelerde $E' > E''$ olduğu gözlenmektedir. Buna göre, PU-CF kompozitler elastik özelliğe sahiptir.

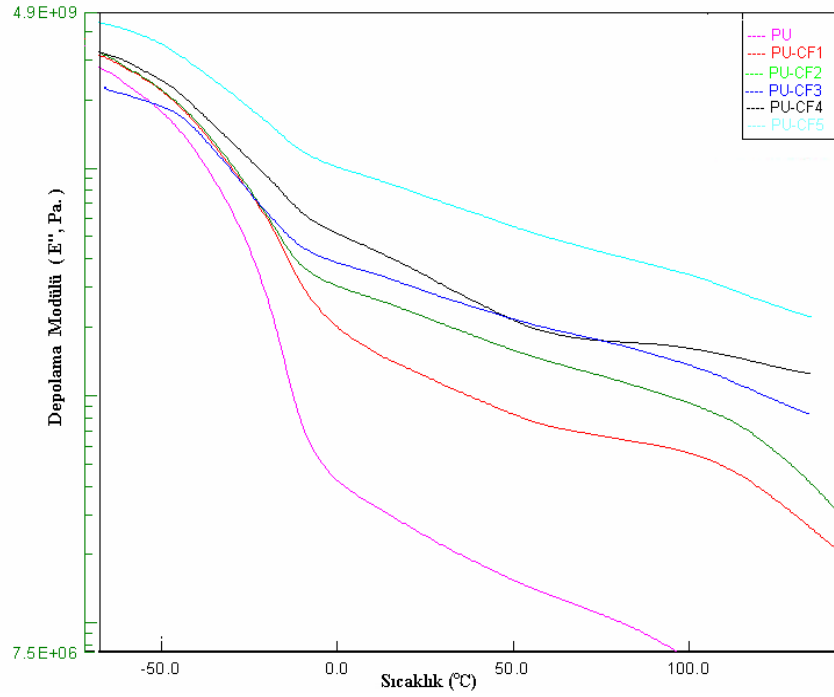


Şekil 4.16: CF-PU Kompozitlerinin DMA taramaları (a) PU (b) PU-CF5

Depolama modülü (E'), malzemede depolanan deformasyon enerjisinin ölçüsüdür ve malzemenin elastik karakteri ile rijitliği hakkında bilgi verir [34-36]. Literatürde yer alan çalışmalarda, polimer kompozitlerde depolama modülünün CF konsantrasyonu ile arttığı belirtilmiştir. Bunun nedeni ise, fiber-polimer etkileşiminin iyi olması ile açıklanmıştır. Literatüre göre; polimer kompozitlerde CF konsantrasyonu arttıkça fiberler, polimer matrisin molekül zincirlerinde hareketliliğin ve deformasyonun azalmasına; mekanik dayanım ile rijitliğin artmasına neden olmaktadır. [4,26].

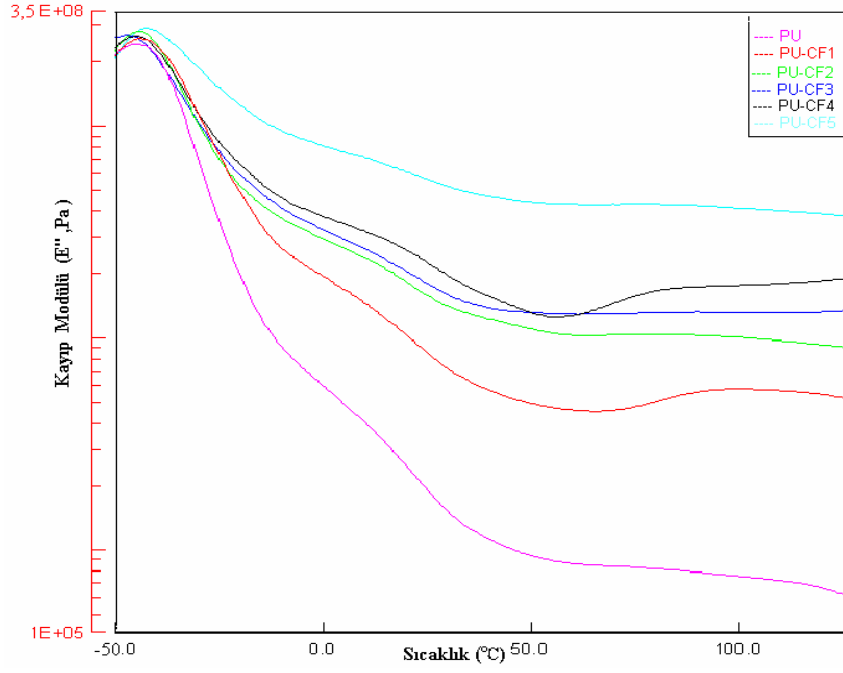
Şekil 4.17'de hazırlanan CF-PU kompozitlerinin depolama modüllerinin sıcaklıkla değişim grafiği gösterilmektedir. Depolama modülünün CF konsantrasyonu ile doğru orantılı olarak değiştiği ve kompozitlerin mekanik özelliğinin arttığı tespit edilmektedir. Bu sonuç, CF konsantrasyonunun literatür ile uyumlu bir şekilde hazırlanan CF-PU kompozitlerin mekanik özelliğini geliştirdiğini göstermektedir. PU-CF kompozitlerinin depolama modüllerinin CF konsantrasyonu ile düzenli bir şekilde artması, SEM görüntüleri ile de tespit edildiği gibi fiber-matris arası etkileşimin iyi olduğunu göstermektedir.

Depolama modülünün sıcaklıkla ters orantılı olarak değişmektedir. Depolama modülünde sıcaklık artışı ile meydana gelen bu azalma, kompozitlerin mekanik dayanımının ve rijitliğinin sıcaklık ile azaldığını göstermektedir. Diğer araştırmacıların da çalışmalarında belirttiği gibi, depolama modülündeki bu değişimin nedeni sıcaklık arttıkça polimer matriste yumuşama, gevşeme ve erime prosesinin başlamasıdır [26]. Sıcaklık T_g civarında iken molekül zincirlerinin hareketliliği ve meydana gelen termal genişleme artmakta ve kayıp modülü ile $\tan\delta$ pikleri görülmeye başlamaktadır. T_g civarında meydana gelen bu olaylar, molekül içi kuvvetlerin azalmasına ve fiberlerin matristen ayrılmasına sebep olmaktadır. Şekil 4.18'e göre PU-CF kompozitlerin depolama modülü sıcaklık arttıkça azalmaktadır. Fakat, saf PU'nun depolama modülü CF-PU kompozitlerin depolama modülüne göre sıcaklık arttıkça daha fazla azalmaktadır. Bunun sebebi, polimerlerin yüksek sıcaklıktaki rijitliğinin (stiffness) amorf bölge ile sınırlı olması ile açıklanmıştır [26].



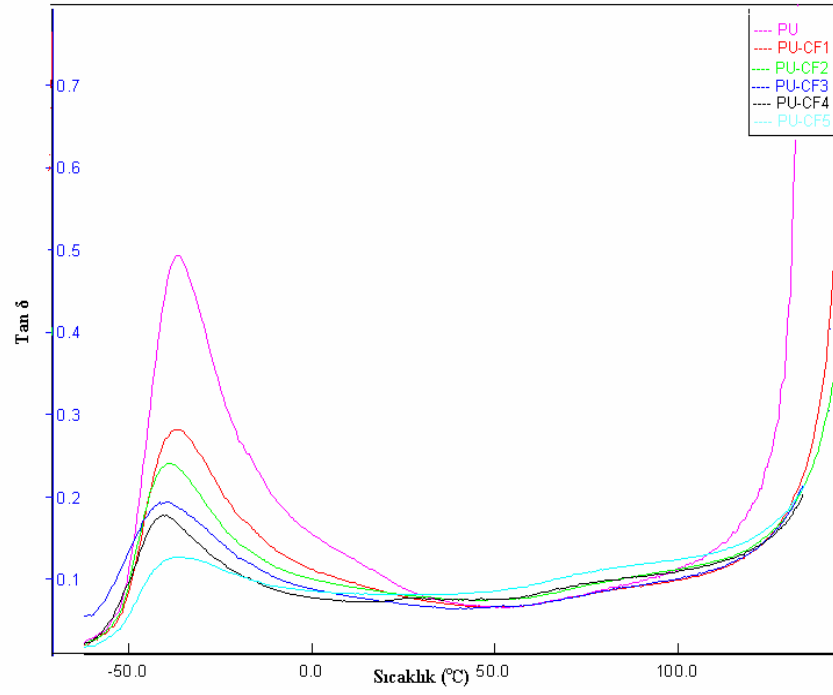
Şekil 4.17: PU-CF Kompozitlerin Depolama Modülünün (E') Sıcaklıkla Değişimi

Şekil 4.18’de farklı konsantrasyonlardaki CF-PU kompozitlerin kayıp modüllerinin (E'') sıcaklığa karşı grafiği verilmektedir. E'' , malzemenin ısı biçiminde kaybettiği deformasyon enerjisinin ölçüsüdür ve malzemenin viskoz karakteri hakkında bilgi verir. Kayıp modülü, malzemenin mekanik enerjiyi dağıtma kabiliyetinin bir göstergesidir; kompozit malzemelerin esnekliği ve bileşenlerin birbiri ile etkileşimi hakkında bilgi verir. Kayıp modülü piklerinin genişliğinin artmasıyla malzemenin daha iyi mekanik özelliklere sahip olduğu sonucu çıkarılabilmektedir [34-36]. Şekil 4.18’deki grafik incelendiğinde CF-PU kompozitlerinin kayıp modüllerinin, CF konsantrasyonu ile arttığı ve sıcaklıkla azaldığı gözlenmektedir. Şekil 4.18’e göre kompozitlerin kayıp modülü pikleri, CF konsantrasyonu arttıkça daha yüksek sıcaklığa doğru genişlemekte ve pikler düzleşmektedir. Kompozitlerin depolama modülü piklerinin yüksekliğinin ve genişliğinin CF konsantrasyonu ile artması; CF-PU etkileşiminin iyi olduğunu ve kompozitlerin mekanik özelliklerinin arttığını göstermektedir.



Şekil 4.18: PU-CF Kompozitlerin Kayıp Modülünün (E'') Sıcaklıkla Değişimi

Şekil 4.19'da kompozitlerin $\tan\delta$ piklerinin sıcaklığa karşı değişim grafiği gösterilmektedir. Kayıp modülün depolama modülüne oranlanmasıyla $\tan\delta$ ifadesi elde edilir. $\tan\delta$ pikinin maksimum değerinin göstermiş olduğu sıcaklık değeri, malzemenin T_g değerini verir. Polimerlerin molekül zincirlerinin hareketliliğinin düşmesi, $\tan\delta$ pikinin genişlemesine ve yükselişinin azalmasına neden olurken; piklerin T_g 'yi gösteren maksimum noktası daha yüksek sıcaklıklara doğru kayar [34-36]. Literatüre göre, kompoziterde fiber-polimer arası etkileşim kuvvetli ise CF konsantrasyonu arttıkça polimerlerin molekül zincirlerinin hareketliliği düşer [26]. Tablo 4.5 incelendiğinde CF-PU kompozitlerinin T_g 'lerinin CF konsantrasyonu ile daha yüksek sıcaklıklara kaydığı net olarak gözlenmemektedir. Bunun sebebi, hazırlanan kompozitlerin konsantrasyonları arasındaki farkın çok az olmasıdır. Fakat, kompozitler arasındaki konsantrasyon farkının yüksek olduğu PU-CF5 ve PU numunelerinin, $\tan\delta$ pikleri incelenecek olursa T_g 'nin yüksek sıcaklıklara kaydığı görülebilmektedir. Şekil 4.19'dan ve Tablo 4.5'ten yararlanılarak kompozitlerin $\tan\delta$ piklerinin yükseklikleri karşılaştırıldığında, PU pikinin diğer kompozit piklerine göre yüksekliğinin daha fazla olduğu belirlenmiştir. Bu sonuç, saf polimerde molekül zincirlerinin hareketliliğinin yüksek olduğunu göstermektedir. Şekil 4.19'da ve Tablo 4.5'ten CF konsantrasyonu arttıkça molekül zincirlerinin hareketliliği azaldığı; bu yüzden de pik yüksekliklerin düştüğü ve piklerin genişlediği görülmektedir.



Şekil 4.19: Tan δ 'nın Sıcaklıkla Değişimi

Tablo 4.5: PU-CF Kompozitlerinin DMA Datalarından Hesaplanan T_g Değerleri

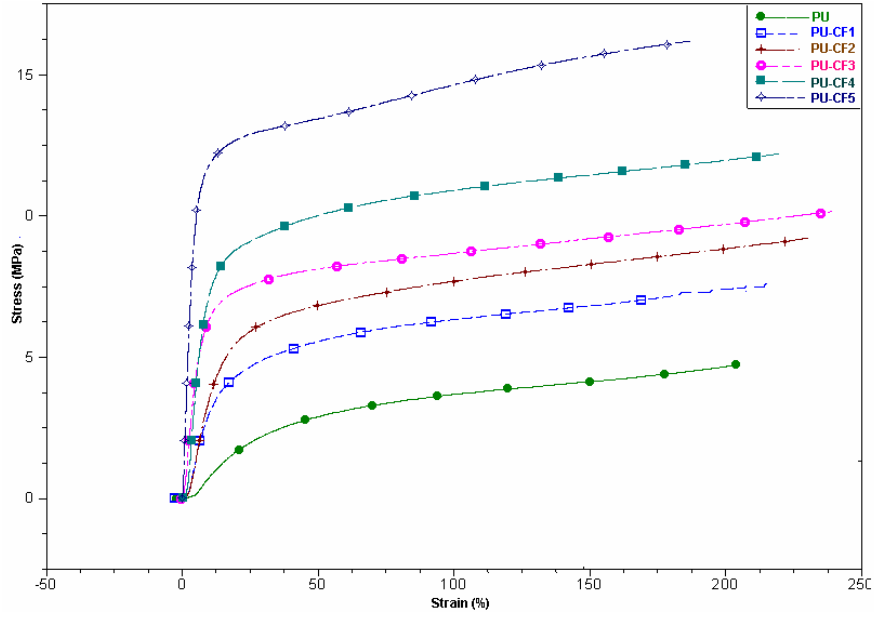
Kod	Tan δ^a	T_g^b ($^{\circ}\text{C}$)
PU	0.49	-37.0
PU-CF1	0.28	-37.0
PU-CF2	0.23	-38.5
PU-CF3	0.20	-36.8
PU-CF4	0.16	-38.8
PU-CF5	0.11	-35.6

^a Tan δ pikinin yüksekliğidir.

^b Tan δ pikinin maksimumuna denk gelen sıcaklık T_g 'yi belirtir.

4.2.7 Çekme Testi

PU-CF kompozitlerinin mekanik özellikleri, çekme testleri yapılarak incelendi. Şekil 4.20’de farklı konsantrasyonlara sahip PU-CF kompozitlerinin çekme testi sonucunda elde edilen gerilim-gerinim eğrileri verilmektedir. Çekme testleri sonucunda elde edilen elastik modülü, kopma anındaki çekme mukavemeti ve uzama değerleri ise Tablo 4.6’da gösterilmektedir.



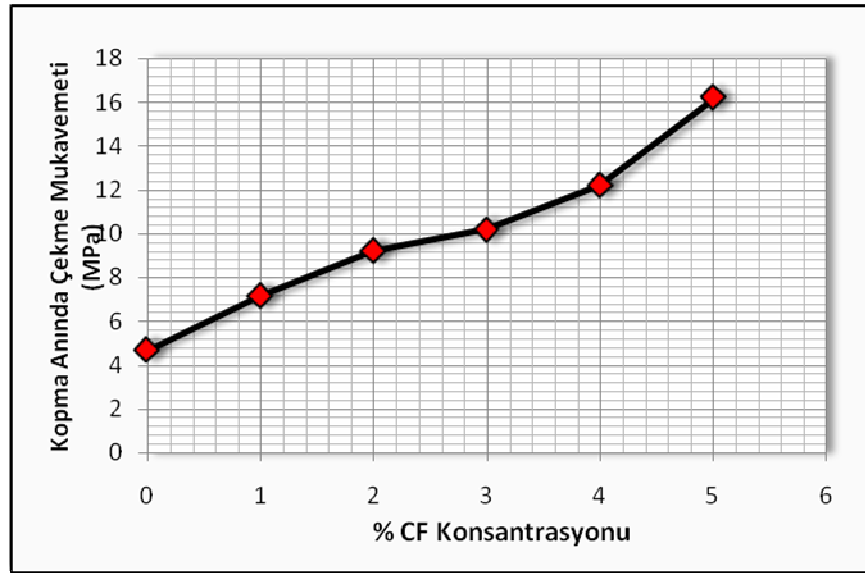
Şekil 4.20: PU-CF Kompozitlerinin Geilim-Gerinim Eğrileri

Tablo 4.6: PU-CF Kompozitlerinin Mekanik Özellikleri

Kod	Elastik Modül (MPa)	Çekme Mukavemeti (MPa)	Kopma Anında Uzama (%)	Çekme Mukavemetinde Artış (%)
PU	7.9	4.71	203.51	-
PU-CF1	22.96	7.16	219.84	52.00
PU-CF2	32.75	9.21	230.28	95.54
PU-CF3	53.96	10.17	240.56	115.92
PU-CF4	72.17	12.19	219.23	158.81
PU-CF5	164	16.18	186.89	243.52

Literatürde yer alan bigilere göre, fiberler ile güçlendirilmiş polimer kompozitlerin mekanik özellikleri sadece takviye elemanının çekme mukavemetine ve elastik modülüne bağlı değildir. Bunun yanında, takviye elemanının (CF) yüzey polaritesi, çapı, uzunluğu ve matris içersinde dağılımı polimer kompozitlerin mekanik özelliklerini etkileyen faktörler arasında yer alır. Daha önce yapılan çalışmalara göre, polimer matrisi güçlendirmekte kullanılan CF'lerin ince (düşük yarıçaplı) olması gerekir. Çünkü, düşük yarıçap CF'lerin hacmini azaltır. Bu sayede, CF'lerin polar grupları matris içersinde daha iyi dağılır ve olası CF-matris etkileşimi artar [19].

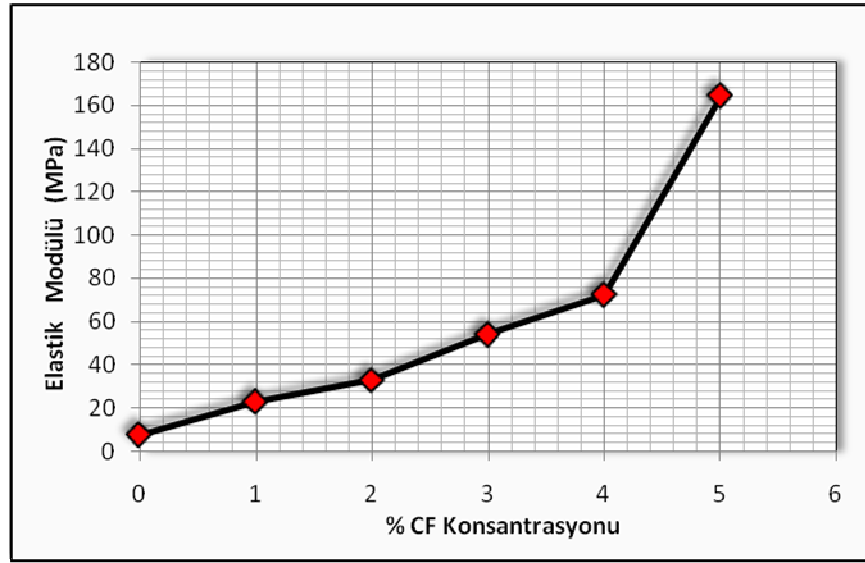
Tablo 4.6'daki veriler kullanılarak hazırlanan Şekil 4.21'deki grafikte, PU-CF kompozitlerinin kopma anındaki çekme mukavemetlerinin CF konsantrasyonu ile değişimi gösterilmektedir. Şekil 4.20 ve Şekil 4.21'e göre PU-CF kompozitlerinin çekme mukavemeti literatür ile uyumlu bir şekilde CF konsantrasyonu ile artmaktadır [19,20,24,25]. Tablo 4.6'dan görüldüğü gibi %5 CF konsantrasyonuna sahip PU-CF5 kompozitinin çekme mukavemeti PU'ya göre yaklaşık olarak %244 artmıştır. Kompozitlerin çekme mukavemetinin CF konsantrasyonu ile artması, CF'lerin polimer matriste homojen dağıldığını ve matris-fiber etkileşiminin iyi olduğunu göstermektedir.



Şekil 4.21: PU-CF Çekme Mukavemetlerinin CF Konsantrasyonu ile Değişimi

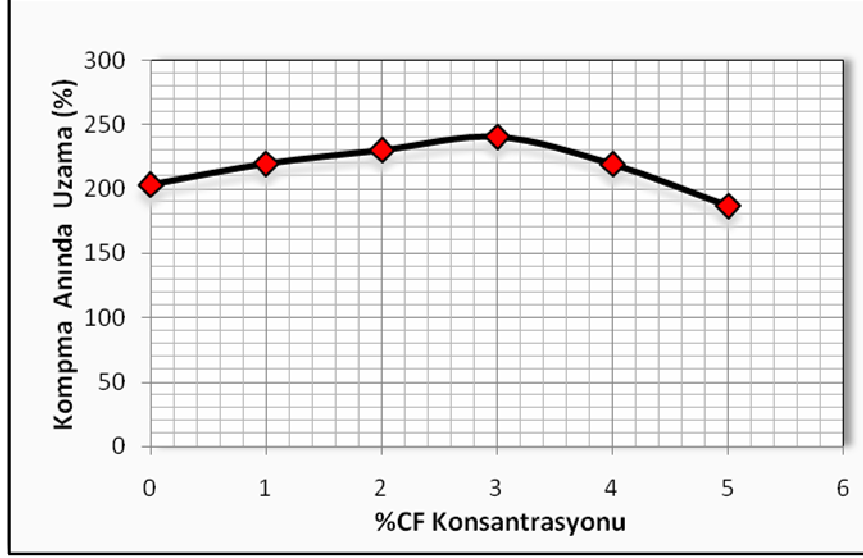
Tablo 4.6'daki veiler kullanılarak hazırlanan Şekil 4.22'deki grafikte, PU-CF kompozitlerinin elastik modülerinin CF konsantrasyonu ile değişimi gösterilmektedir. Şekil 4.20 ve Şekil 4.22'e göre PU-CF kompozitlerinin elastik

modülü, CF konsantrasyonu ile artmaktadır. Bu sonuç, CF konsantrasyonu arttıkça bağ kuvvetinin arttığını göstermektedir. FT-IR analizi ile tespit edildiği gibi, kompozitlerde CF konsantrasyonu arttıkça PU-CF arası arayüzeyler ve buna bağlı olarak PU-CF arası molekül içi hidrojen bağları artmaktadır. Molekül içi hidrojen bağlarının CF konsantrasyonu ile artması, elastik modülün CF konsantrasyonu ile artmasına neden olmaktadır. Elastik modülün CF konsantrasyonu ile artması sonucunda, PU-CF kompozitlerinin sünekliği PU'ya göre azalmaktadır.



Şekil 4.22: PU-CF Kompozitlerinin Elastik Modüllerinin CF Konsantrasyonu ile Değişimi

Literatürde yer alan çalışmalara göre; CF ile güçlendirilmiş polimer matrislerin kopma anında uzama değerleri, CF konsantrasyonu arttıkça düşer. Çünkü, polimer kompozitlerde CF konsantrasyonu arttıkça polimer matrisin rijitliği (stiffness) artar. Bunun sonucunda ise, kompozitler çekme testinde daha az uzamaya maruz kalarak kopar [19]. Tablo 4.6'daki verilerle hazırlanan Şekil 4.23'teki grafikte, PU-CF kompozitlerin kopma anında uzama değerlerinin (%) CF konsantrasyonu ile değişimi gösterilmektedir. Şekil 4.23'e göre, PU-CF kompozitlerin kopma anında uzama değerlerinin (%) literatür ile uyumlu bir şekilde CF konsantrasyonu ile azaldığı tespit edilmektedir. Buna göre, PU-CF kompozitlerinde CF konsantrasyonu arttıkça polimer matrisin rijitliği artmaktadır.

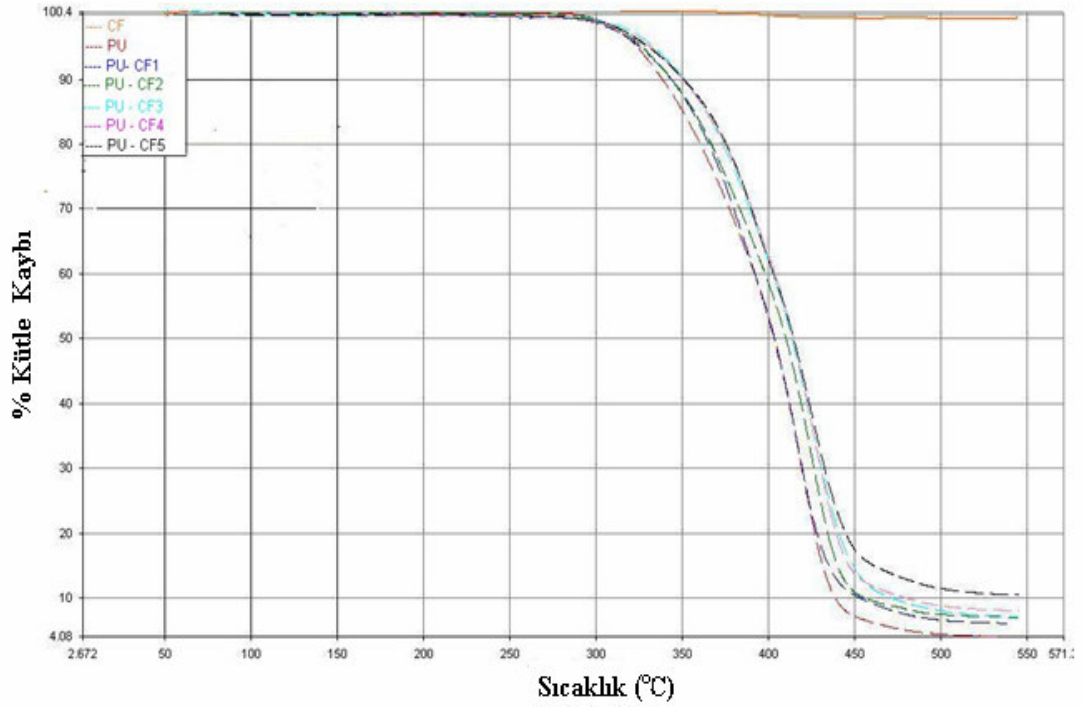


Şekil 4.23: PU-CF Kompozitlerinin Kopma Anında Uzama Değerlerinin (%) CF Konsantrasyonu ile Değişimi

4.2.8 Termal Gravimetrik Analiz

Termal Gravimetrik Analiz (TGA) cihazı ile numunede sıcaklık artışı ile meydana gelen kütle kaybı ölçülür [30]. CF konsantrasyonunun PU-CF kompozitlerinin ısıl kararlılığına olan etkisi, TGA cihazı ile yapılan ölçümlerle tespit edildi.

Şekil 4.24'te, CF-PU kompozitlerinin TGA taraması sonucunda elde edilen termogramlar verilmektedir. Tablo 4.7'de ise, kompozitlerin TGA eğrilerinden elde edilen bozunma sıcaklıkları ve kütle kayıpları gösterilmektedir. Hazırlanan tüm konsantrasyonlardaki CF-PU kompozitlerinin termogramları Ekler kısmında verilmektedir.



Şekil 4.24: PU-CF Kompozitlerinin TGA Eğrileri

Tablo 4.7: PU-CF Kompozitlerinin TGA Sonuçları

KOD	Bozunma Sıcaklığı (°C)			550 °C' deki % KütLe Kaybı
	%10 KütLe Kaybı	%50 KütLe Kaybı	%90 KütLe Kaybı	
PU	338	405	437	95.90
PU-CF1	345	405	455	94.48
PU-CF2	345	410	459	93.22
PU-CF3	352	415	476	92.87
PU-CF4	352	415	486	91.95
PU-CF5	352	415	544	89.52
CF	—	—	—	0.57

Literatürdeki bilgilere göre, özellikle karbon içeriği yüksek olan CF'lerin ısı direnci yüksektir [4]. CF bu özelliğinden dolayı, polimer kompozitlerde takviye elemanı olarak kullanıldığında polimer matriste meydana gelen kütLe kaybını azaltmaktadır [4,24,26]. Şekil 4.24'teki ve Tablo 4.7'deki veriler incelendiğine, 550 °C 'de CF'te

meydana gelen kütle kaybının sadece % 0.57 olduğu görülmektedir. Elde edilen bu sonuç, CF'in ısı direncinin literatürde belirtildiği gibi çok yüksek olduğunu göstermektedir [4].

Şekil 4.24 ve Tablo 4.7'e göre, kompozitlerin ısı kararlılıklarındaki fark yüksek sıcaklıklara doğru artmaktadır. Tablo 4.7'de PU ve PU-CF5 arasındaki bozunma sıcaklığı farkı %10'luk kütle kaybı için 14°C iken, %90'luk kütle kaybı için bu fark 107 °C 'ye yükselmektedir. Ayrıca, Tablo 4.7'de, PU için 550 °C'de meydana gelen kütle kaybının yaklaşık %96, PU-CF5 için ise yaklaşık %90 olduğu belirtilmektedir. Bu verilere göre, kompozitlerde CF konsantrasyonu arttıkça polimer matrisin yüksek sıcaklıklara dayanabilme yeteneği artmaktadır. Kompozitlerin yüksek sıcaklıkta kütle kayıplarının CF konsantrasyonu ile düzenli bir şekilde azalması, kompozitlerde CF dağılımının homojen ve CF-PU etkileşiminin iyi olduğunun bir göstergesidir.

Kompozitlerin ısı davranışı hakkında bilgi veren Şekil 4.24'teki termogramlara göre, saf PU ve CF-PU kompozitlerin ısı bozunması tek basamakta gerçekleşmektedir.

4.2.9 Su ile Temas Açısı

Polimer kompozit film yüzeylerinin hidrofiliteleri, ganyometre cihazı ile yapılan ölçümlerle belirlendi. Her bir numune için ölçümler 10 kez tekrarlandı. Tablo 4.8'de, PU-CF kompozit filmlerinin ölçümler sonucunda elde edilen ortalama temas açısı değerleri gösterilmektedir.

Temas açısı, katı yüzey ile temastaki sıvı yüzeyin oluşturduğu açıdır. Temas açısının büyüklüğü, sıvının kendi molekülleri arasındaki çekim kuvvetleri (kohezyon kuvvetleri) ile sıvı-katı arası çekim kuvvetlerinin (adezyon kuvvetleri) göreceli büyüklüğüne bağlıdır. Temas açısı büyük ise, kohezyon kuvvetleri adezyon kuvvetlerinden daha fazladır. Temas açısının (θ) 90°' den büyük olması yüzeyin hidrofobik olduğunu ve sıvının malzeme yüzeyini ıslatmadığını; 90°' den küçük olması ise yüzeyin hidrofilik olduğunu ve sıvının malzeme yüzeyini ıslattığını gösterir [37].

Tablo 4.8: PU-CF Filmlerin Temas Açısı Değerleri

Kod	Temas Açısı (°)	Artış (%)
PU	68±3	-
PU-CF1	69±3	1.47
PU-CF2	70±3	2.94
PU-CF3	71±3	4.41
PU-CF4	72±3	5.88
PU-CF5	73±3	7.33

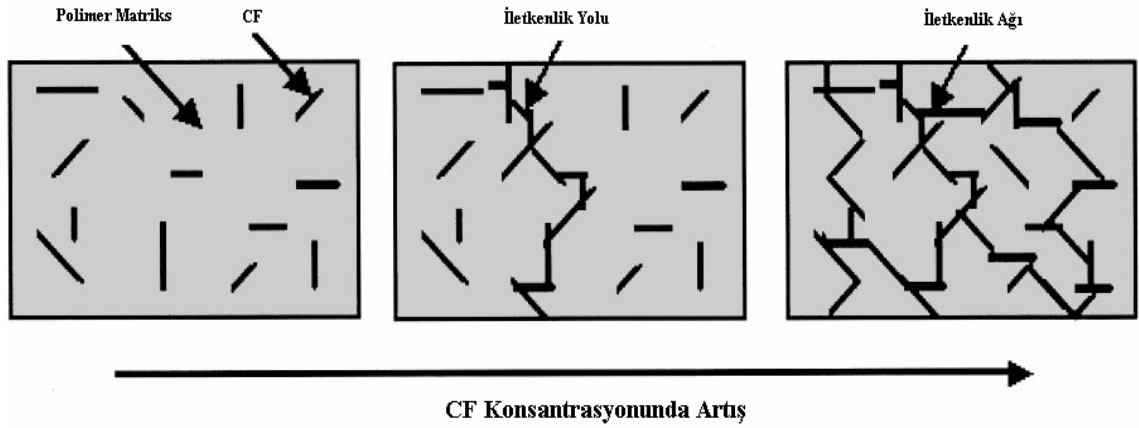
Matris olarak kullanılan PU hidrofilik karaktere sahip bir polimerdir. Hazırlanan PU-CF kompozitlerinde CF/PU oranı arttıkça temas açısı artmakta; kompozitlerin hidrofilik özellikleri azalmaktadır.

4.2.10. İletkenlik Ölçümü

PU-CF kompozit filmlerin iletkenlikleri, 4nokta-prop yöntemi kullanılarak oda sıcaklığında ölçüldü.

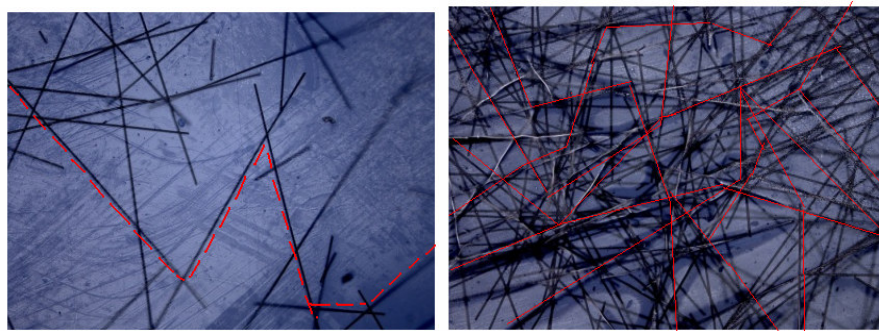
Literatürde yapılan çalışmalar göre; polimerlerin iletkenlikleri, takviye elemanı olarak CF'in kullanıldığı kompozitler hazırlanarak arttırılabilir. Bu tip kompozitlerde, elektriksel olarak iletken fazın elemanları (CF) birbiri ile temasta bulunarak iletkenlik yolunun kurulmasına sağlar. Polimer kompozitlerde CF konsantrasyonu arttıkça, iletkenlik artar. Düşük takviye elemanı konsantrasyonlarında, iletkenlik değerinde meydana gelen değişim çok azdır. Çünkü, iletken fazın elemanları arasındaki mesafe fazladır; bu yüzden kompozitlerde iletkenlik yolu tam olarak kurulamaz. Fakat, polimer kompozitlerde iletken fazı oluşturan takviye elemanının konsantrasyonu arttıkça fiberler matris içinde birbirine daha yakın olacak şekilde dağılırlar ve iletkenlik yavaş yavaş artmaya başlar. Belli bir CF konsantrasyonunda, iletkenlikte meydana gelen artış çok fazladır. Bu kritik CF konsantrasyonuna eşik noktası (percolation threshold) denir. Percolation threshold noktasına ulaşıldığında, CF'ler matris içinde birbiri ile temas edebilecek veya birbirleri arasında bir tunel boyunca elektron sıçramasına izin verebilecek mesafede dağılırlar. Percolation threshold noktasında, CF'ler kendi aralarında sürekli ve düzensiz iletkenlik bulutları oluşturabilecek konsantrasyona sahiptir. Bu sayede, CF'ler arasında iletkenlik ağı

kurulur ve iletkenlik deęerinde bir sıçrama gözlenir. Percalation threshold noktası, yalıtkan malzemeden iletken malzemeye geçişin gerçekleştięi konsantrasyonudur. Bu konsantrasyondan sonra, CF konsantrasyonu artmaya devam etse de kompozitlerin iletkenliklerindeki deęişim aynı mertebede artmaz. Çünkü, eşik noktası konsantrasyonunda iletkenlik için gerekli olan iletkenlik yolu kurulmuştur. Şekil 4.25'te kompozitlerde CF konsantrasyonunda meydana gelen artış ile iletkenlik aęının kurulması şematik olarak gösterilmektedir [22,38-40].



Şekil 4.25: Polimer Kompozitlerde İletkenlik Aęının Kurulması [22]

Şekil 4.26'da PU-CF kompozitlerinin optik mikroskop görüntüleri üzerinde, kurulması olası iletkenlik yolları gösterilmektedir. Buna göre, kompozitlerde CF konsantrasyonunun artması ile iletken faz olan CF'ler arasında bir iletkenlik aęı kurulmaktadır.



a) PU-CF1

b) PU-CF5

Şekil 4.26: PU-CF Kompozitlerinde İletkenlik Aęının Kurulması

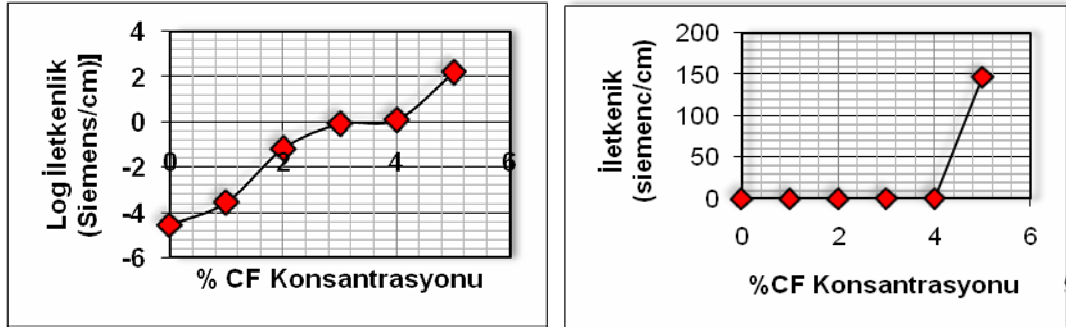
Tablo 4.9'da PU-CF kompozitlerinin iletkenlik ölçümleri sonucunda, 3.1 nolu formül kullanılarak hesaplanan ortalama iletkenlik deęerleri verilmektedir.

Tablo 4.9: PU-CF Kompozit Filmlerin İletkenlik Değerleri

Şekil 4.27’de, Tablo 4.9’daki veriler kullanılarak hazırlanan ve PU-CF kompozit filmlerin iletkenlik değerlerinin CF konsantrasyonu ile değişimini gösteren grafikler

Kod	İletkenlik (Siemens/cm)	Log İletkenlik (Siemens/cm)	% Artış
PU	0.000028	-4.552841969	–
PU-CF1	0.000280	-3.552841969	9×10^2
PU-CF2	0.065000	-1.187086643	2.3×10^5
PU-CF3	0.800000	-0.096910013	2.8×10^6
PU-CF4	1.186000	0.074084689	4.2×10^6
PU-CF5	146.0000	2.164352856	5.2×10^8

verilmektedir.

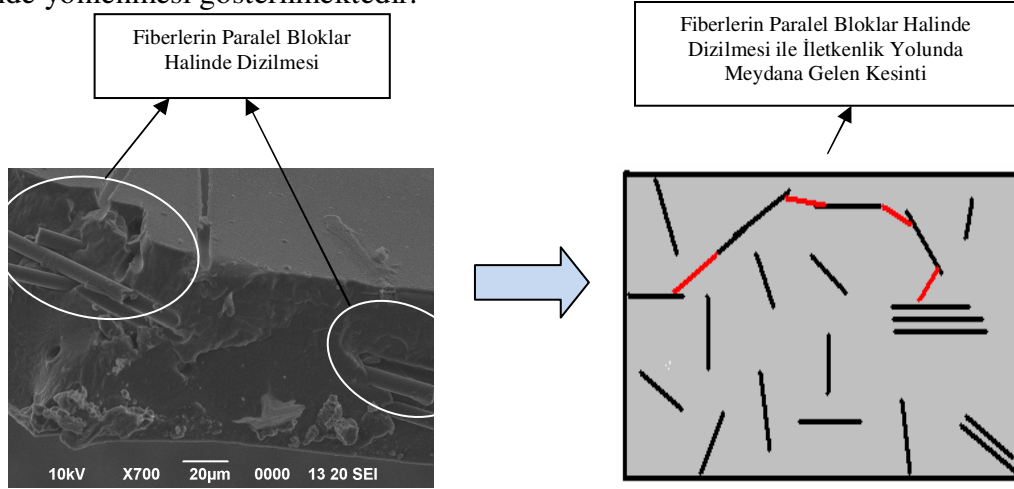


Şekil 4.27: PU-CF Kompozitlerin İletkenliklerinin CF Konsantrasyonu ile Değişimi

CF konsantrasyonu arttıkça kompozitlerin iletkenlik değerleri genel olarak artmaktadır. Elde edilen bu sonuç, kompozitlerde CF dağılımının genel olarak homojen ve polimer-matris etkileşiminin iyi olduğunu göstermektedir. Fakat, Tablo 4.9 incelendiğinde, kompozitlerin iletkenlik değerlerinde meydana gelen artışın kademeli fakat orantılı bir şekilde devam etmediği görülmektedir. Kompozitlerin iletkenlik değerleri CF konsantrasyonu ile bazı numunelerde 10^2 bazılarında 10^3 mertebesinde artmaktadır. Fakat, %3 PU-CF ve %4 PU-CF numunelerinin iletkenlik değerlerinde, bu mertebelerde bir artış gözlenememektedir. Kompozitlerin iletkenlik değerlerinin orantılı bir şekilde artmamasına, mikroyapıda meydana meydana gelen ve SEM analizi ile tespit

edilen hatalar neden olmaktadır. Kompozitlerin sahip olduğu bu mikroyapı, iletkenliği negatif yönde etkilemektedir.

Şekil 4.28’de PU-CF kompozitlerin kırılma yüzeylerinden alınan SEM görüntüleri ve numunelerde oluşan hatalar gösterilmektedir. PU-CF kompozitlerinde CF’lerin paralel bloklar halinde dizilmesi iletkenlik ağının kurulmasını engellemektedir. Şekil 4.28’de PU-CF kompozitlerinin SEM mikrografkarında, CF’lerin paralel bloklar halinde yönelmesi gösterilmektedir.



Şekil 4.28: PU-CF Kompozitlerinde Fiberlerin Paralel Bloklar Halinde Yönleneşmesi

PU-CF kompozitlerinin mikroyapısında meydana gelen bu ufak olumsuzluklara rağmen, PU’nun CF ile güçlendirilmesi sonucunda düşük CF konsantrasyonlarda (%5 CF-PU) iletkenlik değeri saf PU’ya göre 10^8 mertebesinde artış olmaktadır. Düşük takviye elemanı konsantrasyonlarında bu kadar yüksek iletkenliğin elde edilmesi maliyet açısından büyük bir avantaj sağlamaktadır.

4.2.11 Şişme Özelliklerinin Belirlenmesi

CF konsantrasyonunun PU-CF kompozitlerinin şişme davranışına olan etkisi, kompozitlerin kuru ağırlıkları ile yirminci günün sonunda ölçülen yaş ağırlıkları temel alınarak belirlendi. Beşinci günün sonunda filmlerde şişme olmamış, 20.günün sonunda en fazla %0.74 şişme belirlenmiştir. Buna göre, hazırlanan kompozitlerde CF konsantrasyonunun artmasının polimer kompozitlerin şişme özelliğini etkilemediği sonucuna varılmıştır.

5. VARGILAR VE DEĞERLENDİRME

Bu çalışmada, matris elemanı olarak poliester poliol, difenilmetan diizosiyanat ve 1,4-bütandiolden sentezlenen termoplastik poliüretan (PU) ve takviye elemanı olarak 3-5 mm uzunluğundaki poliakrilonitril (PAN) bazlı karbon fiberler (CF) kullanılarak döküm-evaporasyon yöntemi ile poliüretan-karbon fiber (PU-CF) kompozit filmler hazırlandı. Beş farklı konsantrasyonda hazırlanan poliüretan-karbon fiber kompozitlerin nihai kalınlıkları 100-150 µm arasında değişmektedir.

Hazırlanan polimer kompozitlerde, CF'lerin matris içerisinde homojen olarak dağıldığı optik mikroskop görüntüleri yardımı ile belirlendi. Kompozit filmlerin FT-IR spektrumları karşılaştırıldığında, CF'lerin matrisin (PU'nun) kimyasal yapısında herhangi bir değişikliğe neden olmadığı saptandı. Ayrıca, PU-CF filmlerin amorf yapıda olduğu ve şişme özelliği göstermediği tespit edildi.

Viskozite ölçümleri sonucunda, CF'lerin matrisin akış özelliklerini değiştirmedeği görüldü. Elde edilen verilere göre, hazırlanan polimer kompozitlerin kayma gerilmeleri artan kayma hızıyla artarken, viskoziteleri artan kayma hızı ile azalmaktadır. PU-CF kompozitlerinin viskoziteleri düşük kayma hızlarında CF/PU oranı artıka artmaktadır. PU-CF kompozitlerinin viskozitelerinde yüksek kayma hızlarında CF oranı ile meydana gelen artışın PU'ya göre çok fazla olmaması, malzemenin üretimi ve işlenmesi açısından bir avantaj sağladığı düşünülmektedir.

Termal gravimetrik analiz sonuçlarına göre, PU/CF oranındaki artış kompozitlerin ilk bozunma sıcaklıklarının yükselmesine neden olmaktadır. CF ısıl direnci yüksek olan bir malzeme olduğu için kompozitlerde CF konsantrasyonu PU-CF kompozitlerinde ısı ile meydana gelen kütle kaybı azalmaktadır.

Dinamik mekanik analiz sonuçlarına göre, kompozitlerde CF'ler matrisin moleköl zincirlerinde hareketliliğin ve deformasyonun azalmasına; mekanik dayanım ile rijitliğin artmasına neden olmaktadır. Kompozitlerin depolama modülü ve kayıp

modülü CF konsantrasyonu ile artmakta, sıcaklık ile azalmaktadır. Bu sonuç, PU'nun mekanik özelliklerinin CF takviyesi ile geliştirildiğini göstermektedir.

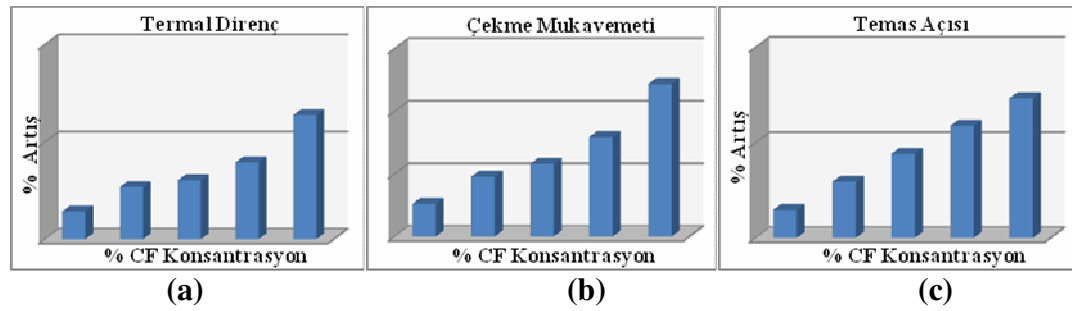
Bu çalışmada, PU'nun CF ile güçlendirilmesi sayesinde düşük CF konsantrasyonlarında mekanik mukavemette yaklaşık %244'lük bir artış sağlanmıştır. Gerilim-gerinim eğrilerine göre, PU-CF kompozitlerin çekme mukavemeti ve Young modülü CF konsantrasyonu ile artmaktadır. Kompozitlerin kopma anında % uzama miktarı CF konsantrasyonu ile biraz azalmaktadır.

Kompozitlerde CF dağılımı homojen ve polimer-matris etkileşimi iyi olduğu için CF konsantrasyonu arttıkça kompozitlerin iletkenlik değerleri artmaktadır. PU-CF kompozitlerin hidrofilik karakteri ise CF konsantrasyonu arttıkça azalmaktadır.

Tablo 5.1 ve Şekil 5.1'de PU'nun CF ile güçlendirilmesi sonucunda kompozitlerin PU'ya göre iletkenliklerinde, termal ve mekanik özelliklerinde meydana gelen % artışlar gösterilmektedir. Tüm analiz sonuçlarına ve SEM mikrograflarına göre PU-CF kompozitlerinde matris-fiber etkileşiminin iyi ve CF dağılımının homojen olduğu yorumu yapılmaktadır. Kompozitlerde homojen dağılım ve matris-fiber arasında iyi bir etkileşim sağlandığı için kompozitlerin elektriksel iletkenlikleri, mekanik ve termal özellikleri CF konsantrasyonu ile doğru orantılı ve düşük konsantrasyonlarında bile yüksek oranlarda değişmektedir.

Tablo 5.1: PU-CF Kompozit Filmlerinin (a) Termal Direnci, (b) Çekme Mukavemeti, (c) Temas Açısı Değerlerinin CF konsantrasyonu İle (%) Değişimi

KOD	Artışlar (%)			
	Termal Direnç	Çekme Mukavemeti	İletkenlik	Temas Açısı
PU	-	-	-	-
PU-CF1	1.42	52.00	9×10^2	1.47
PU-CF2	2.68	95.54	2.3×10^5	2.94
PU-CF3	3.03	115.92	2.8×10^6	4.41
PU-CF4	3.95	158.81	4.2×10^6	5.88
PU-CF5	6.38	243.52	5.2×10^8	7.33



Şekil 5.1: PU-CF Kompozit Filmlerinin (a) Termal Direnci, (b) Çekme Mukavemeti (c) Temas Açısı Değerlerinin CF konsantrasyonu İle (%) Değişimi

Bu çalışmanın sonucuna göre, poliüretanın düşük konsantrasyonlarda (%1-5) dahi CF ile güçlendirilmesi sonucunda hazırlanan polimer kompozitlerin otomatik sanayinden biyomedikal malzemelere kadar çok geniş bir yelpazede uygulama alanı bulabileceği öngörülmektedir. Hazırlanan PU-CF kompozitlerin mekanik mukavemetlerinin daha fazla artırılabilmesi için farklı fiber boyları ile yapılan deneyler devam etmektedir. Elde edilecek sonuçlara göre, kompozit filmlere uygulama alanı önerilecektir.

KAYNAKLAR

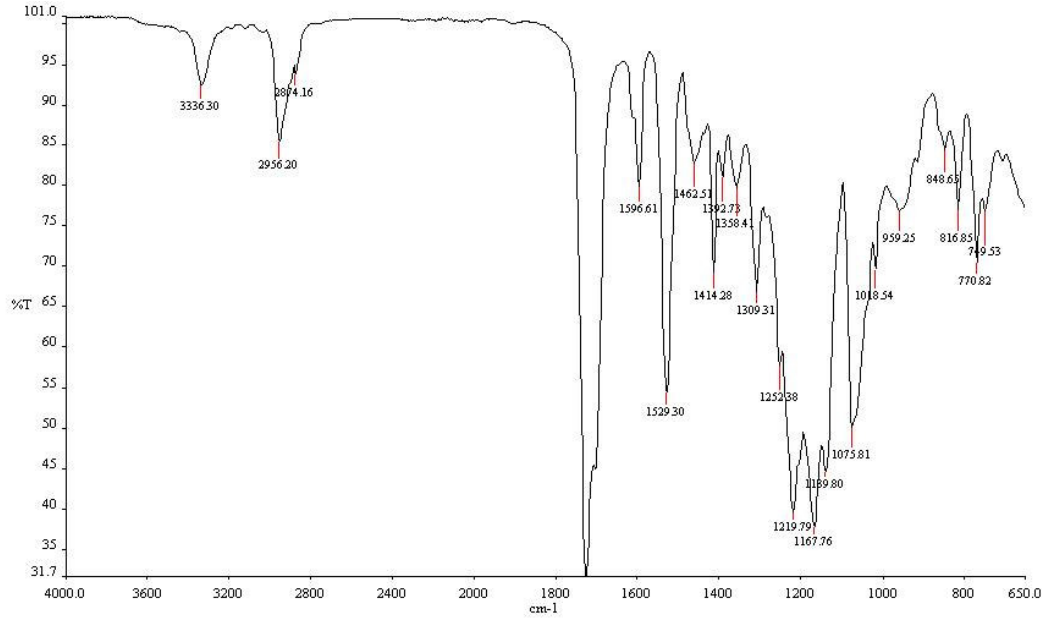
- [1] **Callister, W.D.**, 2001. Fundamentals of Materials and Science Engineering, John Willey & Sons, Inc., New York.
- [2] **Mitchell, B.S**, 2004. An Introduction To Materials Engineering and Science, pp. 100-107, John Willey & Sons, Inc., New Jersey.
- [3] **Wessel, J.K.**, 2004. Handbook of Advanced Materials, Enabling New Designs, pp. 5-10, John Willey & Sons, Inc., New Jersey.
- [4] **Morgan, P.**, 2005. Carbon Fiber and Their Composites, CRC Press, Boca Raton
- [5] <http://composite.about.com/od/aboutcompositesplastics/>, Nisan 2008.
- [6] **Lamba, N.M.K., Woodhouse, K.A. and Cooper, S.L.**, 1998. Polyurethanes in Biomedical Applications, CRC, New York.
- [7] **Piotr, K.**, 2006. Synthesis methods, chemical structures and phase structures of linear polyurethanes. Properties and application of linear polyurethanes in polyurethanes elastomers, copolymers and ionomers, pp. 919-928, *Progress in Materials Science*, **52**, 915-1015.
- [8] <http://en.wikipedia.org/wiki/Polyurethane>, Şubat 2008
- [9] **Qoeiroz, D.P., Botelho de Rego, A.M. and Norberta de Pinho, M.**, 2006. Bi-soft segment polyurethane membrane: Surface studies by X-Ray photoelectron spectroscopy, *Journal of Membrane Science*, **281**, 239-444.
- [10] **Yilgör, E., Yurtsever, E. and Yilgör, I.**, 2002. Hydrogen bonding and polyurethane morphology. II. Spectroscopic, thermal and crystallization behavior of polyether blends with 1,3-dimethylurea and a model urethane compound, *Polymer*, **43**, 6561-6568.
- [11] **Saçak, M.**, 2004. Polimer Kimyası, İkinci Baskı, pp. 229-233, Fersa Matbacılık, Ankara.
- [12] **Song, M., Xia, H.S., Yao, K.J. and Hourstan, D.J.**, 2005. A study on phase morphology and surface properties of polyurethane/organoclay nanocomposite, *European Polymer Journal*, **41**, 259-266.
- [13] <http://www.sdplastics.com/polyuret.html>, Aralık 2007.

- [14] **Saufi, S.M., and Ismail, A.F.,** 2002. Development and characterization of polyacrylonitrile (PAN) based carbon hallow fiber membrane, *Songklanakarin Journal of Science and Technology*, **24**, 843-854.
- [15] <http://www.chem.wisc.edu/~newtrad/CurrRef/BDGTopic/BDGGraph.html>, 2008.
- [16] <http://www.chm.bris.ac.uk/webprojects2002/mjames/chemistry.html>, Şubat 2008
- [17] **Buckley, J.D. and Edie, D.D.,** 1993. Carbon-Carbon Materials and Composites, Noyes Publications, New Jersey
- [18] http://en.wikipedia.org/wiki/Carbon_fiber, Haziran 2007.
- [19] **Adsuar, S.M.S., Solano, L.A., Amoros, C.D. and Rueda, I.L.,** 2003. Influence of the nature and the content of carbon fiber on properties of thermoplastic polyurethane-carbon fiber composites, *Journal of Applied Polymer Science*, **90**, 2676-2683.
- [20] **Yang, Z., Zhao, B., Qin, S., Hu, Z., Jin, Z. and Wang, J.,** 2004. Study on the mechanical properties of hybrid reinforced rigid polyurethane composite foam, *Journal of Applied Polymer Science*, **92**, 1493-1500
- [21] **Borda, J., Keki, S., Rathy, I., Bodnar, I. and Zsuga, M.,** 2006. Novel polyurethane elastomer continuous carbon fiber composites: Preparation and Characterization, *Journal of Applied Polymer Science*, **103**, 287-292.
- [22] **Dang, Z., Shen, Y., Fan, L., Cai, N., Nan, C., and Zhao, S.,** 2003. Dielectric properties of carbon fiber filed low-density polyethylene, *Journal of Applied Physics*, **93**, 5543-5545.
- [23] **Lu, X. and Xu, G.,** 1997. Thermally conductive polymer composites for electronic packaging, *Journal of Applied Polymer Science*, **65**, 2733-2738.
- [24] **Hassan, M.M., Ali, A.E., Mahoud, G.A. and Hegazy, E.A.,** 2005. Synergistic effect of short reinforced fiber and gamma rays on the thermal and echanical properties of waste poly(propylene) composites, *Journal of Applied Polymer Science*, **96**, 1741-1747.

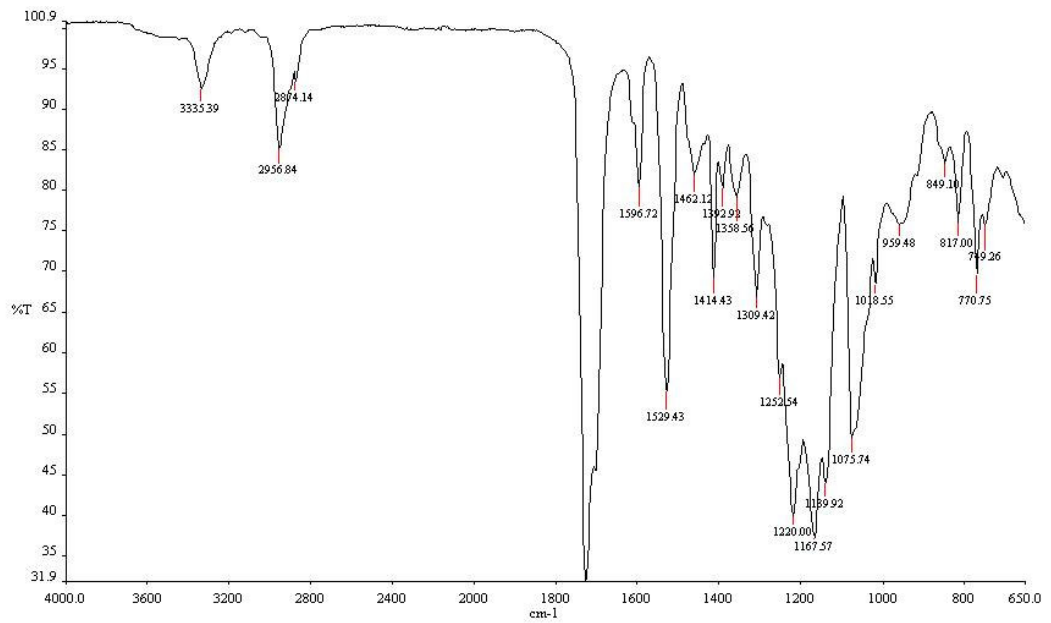
- [25] **Correa, R.A, Nunes, R.C.R. and Filho, F.W.Z.,** 1998. Short fiber reinforced thermoplastic polyurethane elastomer composites, *Polymer Composites*, **19**, 152-155.
- [26] **Iqbal, A., Frorman, L., Saleem, A. and Ishaq, M.,** 2007. The effect of concentration on the electrical, thermal, and mechanical properties of carbon particle and carbon fiber-reinforced poly(styrene-co-acrylonitrile) composites, *Journal of Polymer Composites*, **28**, 186-197.
- [27] www.huntsman.com/pu/Media/A_New_family_of_Soft_Elastic_Thermoplastic_Polyurethane_Ureas.pdf , Nisan 2008
- [28] **Pattanayak, A. and Jana, S.C.,** 2005. Thermoplastic polyurethane nanocomposites of reactive silicate clays: effects of soft segments on properties, *Polymer*, **46**, 5183-5193.
- [29] **Huang, S., Chao, M., Ruaan, R. and Lai, J.,** 2000. Microphase separated structure and protein adsorption of polyurethanes with butadiene soft segment, *European Polymer Journal*, **36**, 285-294.
- [30] **Campbell, D. and White, J.R.,** 1989. Polymer Characterization Physical Techniques, pp. 317-320, Campbell and Hall, New York.
- [31] **Rogulska, M., Kultys, A. and Podkoscielny, W.,** 2007. Studies on thermoplastic polyurethanes based on new diphenylethane-derivative diols. II. Synthesis and characterization of segmented polyurethanes from HDI and MDI, *European Polymer Journal*, **43**, 1402-1414.
- [32] **Su, J., Zhang Q.M., Kim, C.H., Ting, R.Y. and Capps, R.,** 1997. Effects transitional phenomena on the electric field induced strain-electrostrictive response of a segmented polyurethane elastomer, *Journal of Applied Polymer Science*, **65**, 1363-1370.
- [33] **Sawyer, C. and Grubb, D.T.,** 1983. Polymer Microscopy, pp. 212-227, Chapman and Hall, New York.
- [34] **Menard K.P.,** 1999. Dynamic Mechanical Analysis, A Practical Introduction, CRC, USA
- [35] **Lu, H., Obeng, Y. and Richardson, K.A.,** 2003. Applicability of dynamic mechanical analysis for CMP polyurethane pad studies, *Materials Characterization*, **49**, 177-186.
- [36] **Crawfor, D.M. and Escarsega, J.A.,** 2000. Dynamic mechanical analysis of novel polyurethane coating for military applications, *Thermochimica Acta*, **357-358**, 61-168.
- [37] **Hoecker, F. and Kocsis, K.J.,** 1996. Surface energetics of carbon fibers and its effects on the mechanical performance of CF/EP composites, *Journal of Applied Polymer Science*, **59**, 139-153.
- [38] **Dang, Z., Zhang, Y. and Tjong, S.C.,** 2004. Dependence of dielectric behavior on the physical property of fillers in the polymer-matrix composites, *Synthetic Metals*, **146**, 79-84.
- [39] **Hwang, J., Muth, J. and Ghosh, T.,** 2007. Electrical and Mechanical properties of carbon-black-filled, electrospun nanocomposites fiber webs, *Journal of Applied Polymer Science*, **104**, 2410-2417.

- [40] **King, J.A., Keith, J.M., Smith, R.C. and Morrison, F.A.**, 2007. Electrical conductivity and rheology of carbon fiber liquid crystal polymer composites, *Polymer Composites*, **28**, 168-74.

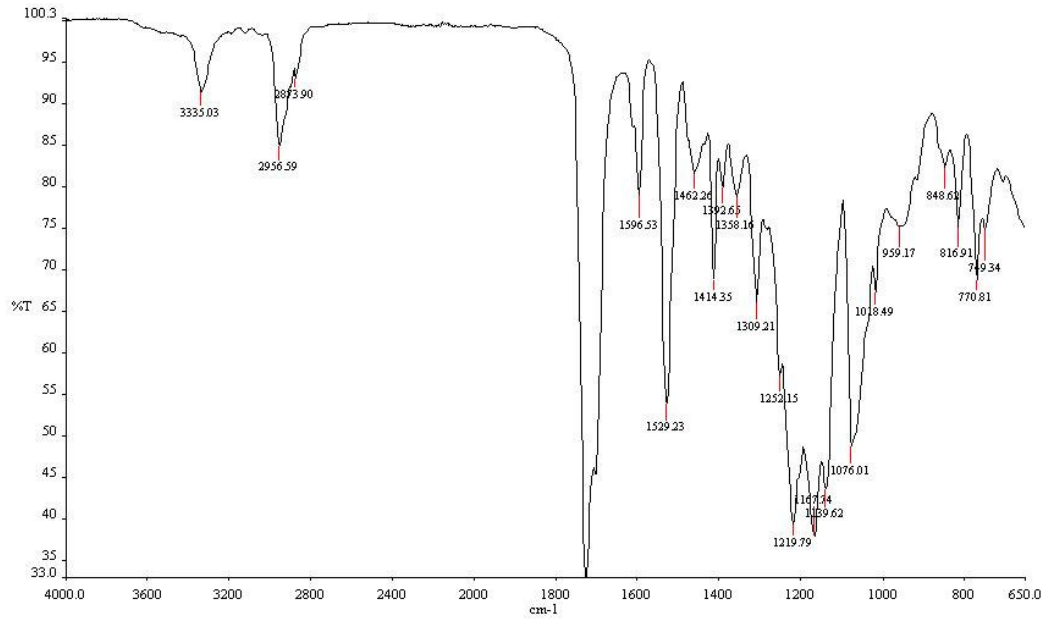
EKLER



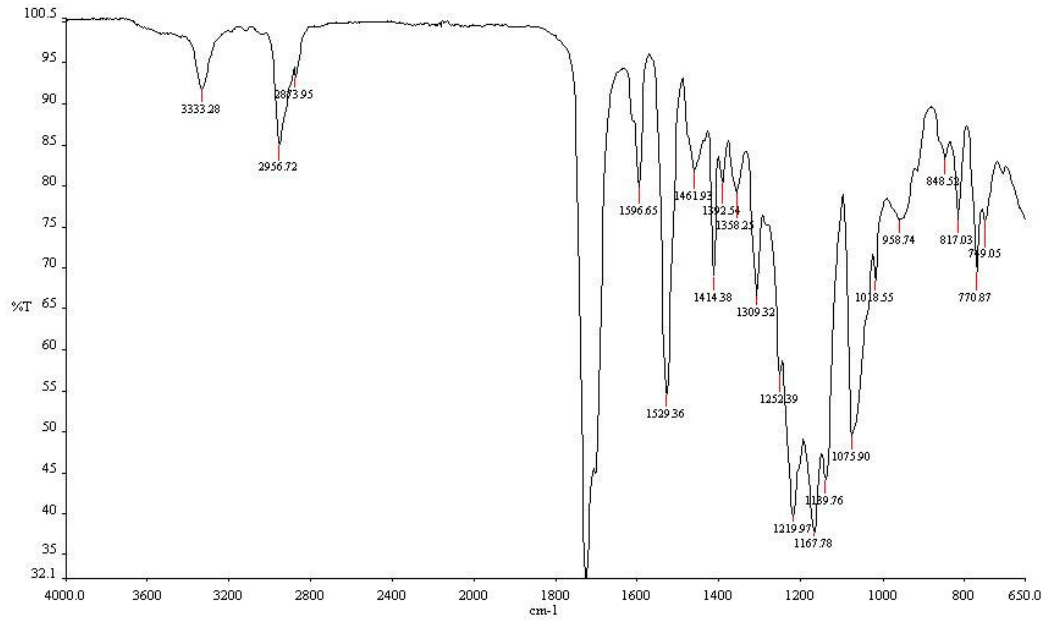
Şekil A.1: PU'nun FT-IR Spektrumu



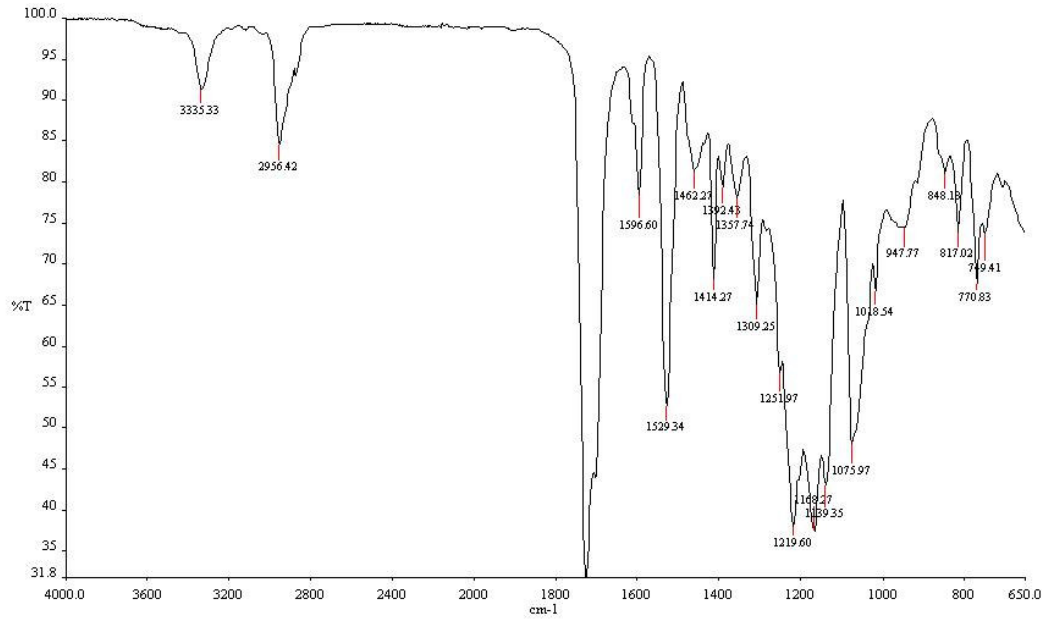
Şekil A.2: PU-CF1'in FT-IR Spektrumu



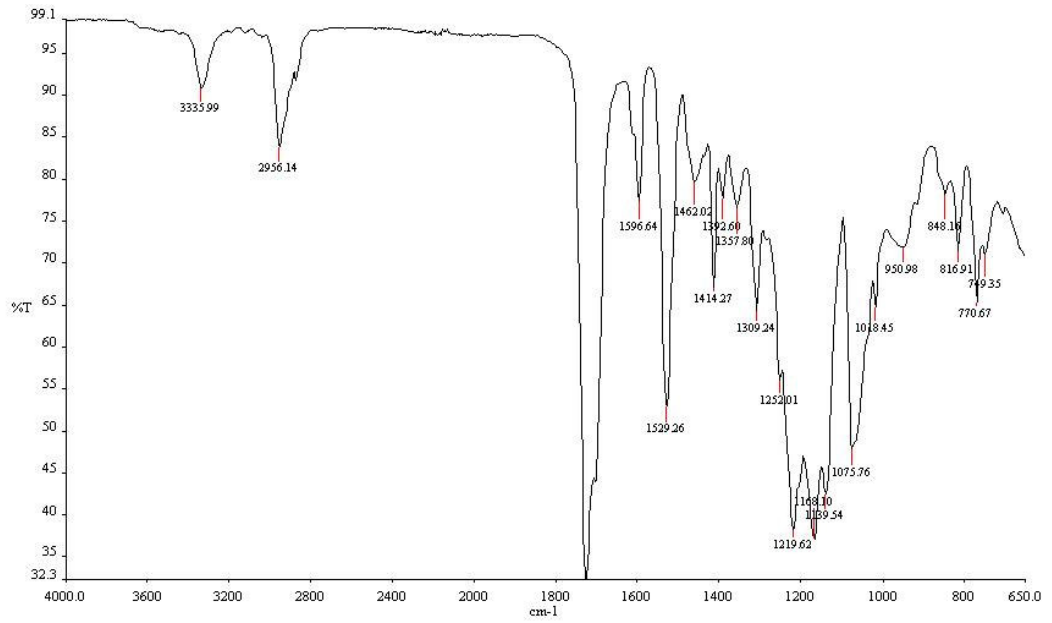
Şekil A.3: PU-CF2'nin FT-IR Spektrumu



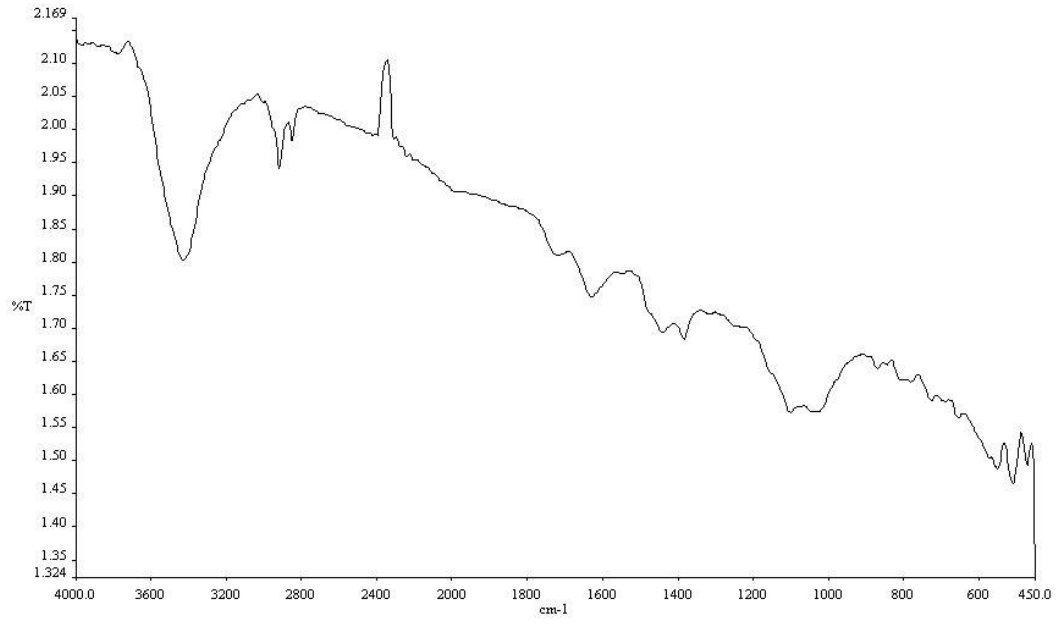
Şekil A.4: PU-CF3'ün FT-IR Spektrumu



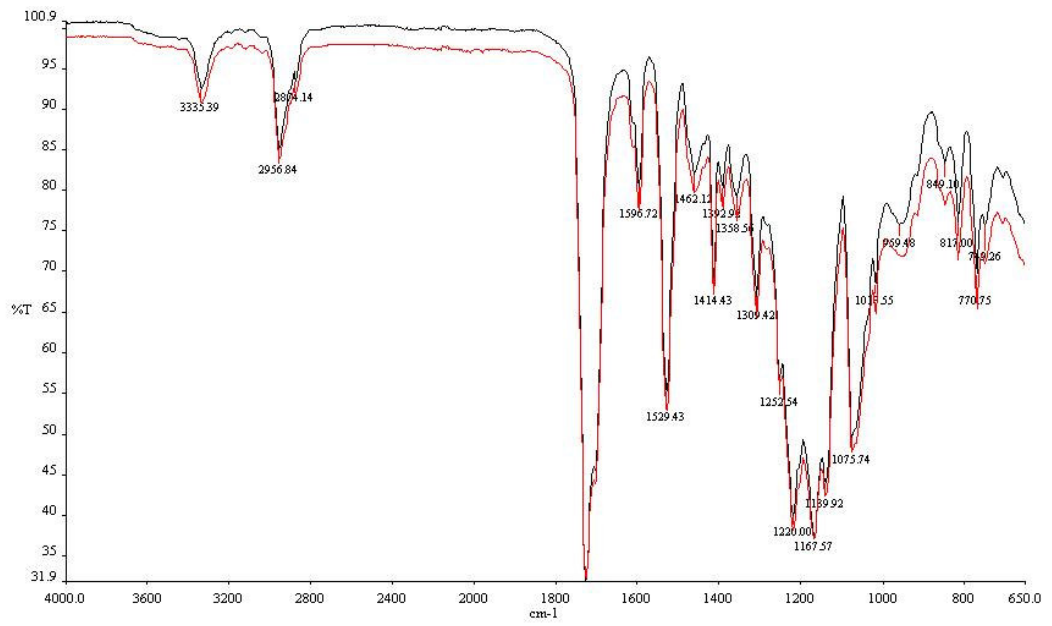
Şekil A.5: PU-CF₄'ün FT-IR Spektrumu



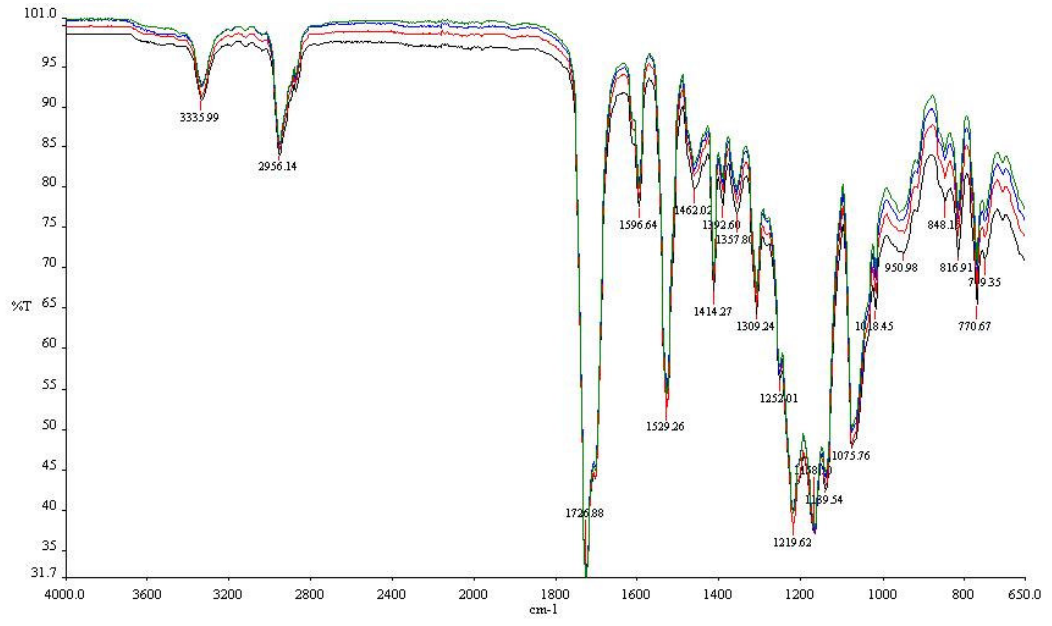
Şekil A.6: PU-CF₅'in FT-IR Spektrumu



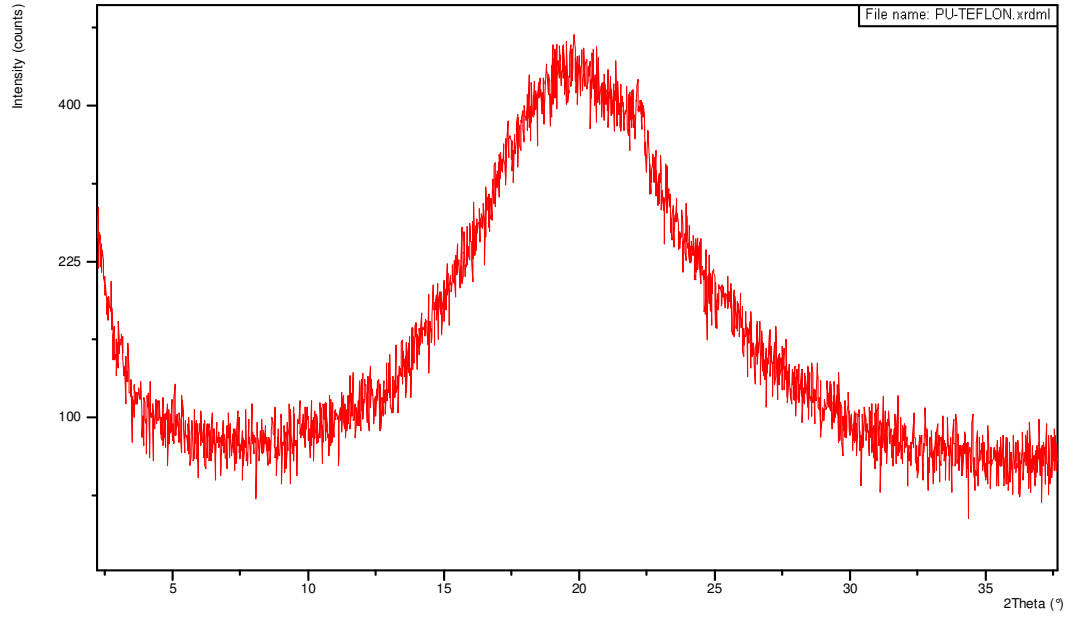
Şekil A.7: CF'in FT-IR Spektrumu



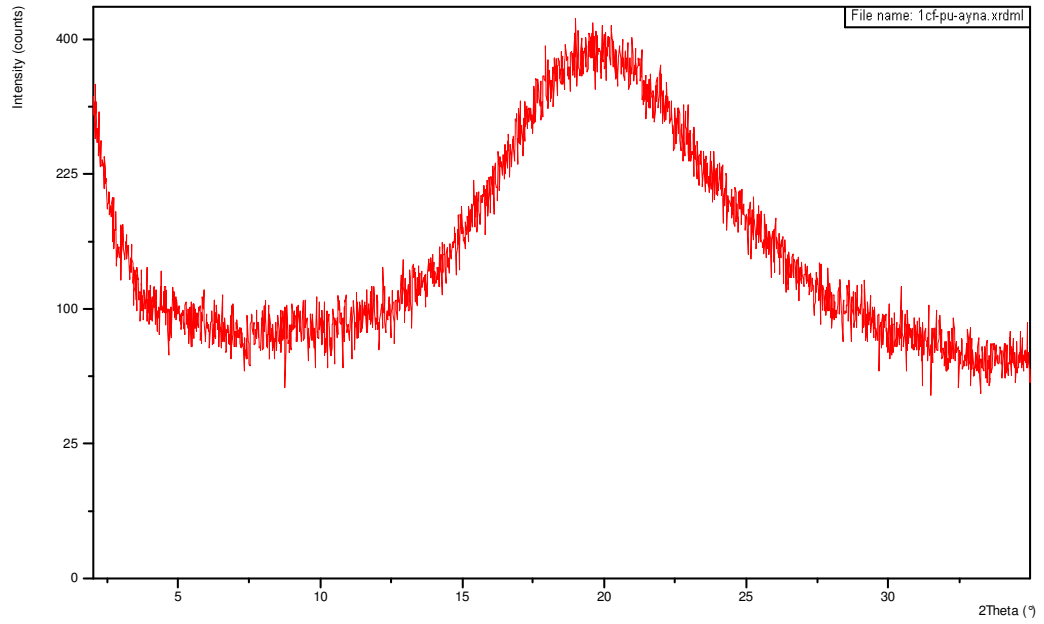
Şekil A.8: PU-CF1 ve PU-CF5'in FT-IR Spektrumu



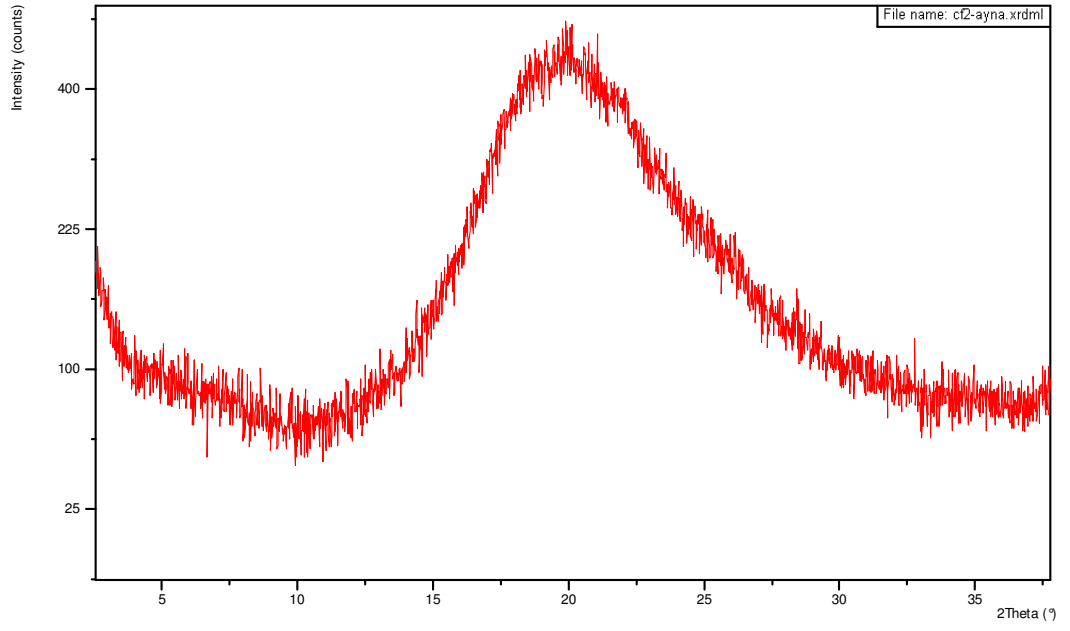
Şekil A.9: PU, PU-CF1, PU_CF4 ve PU-CF5'in FT-IR Spektrumu



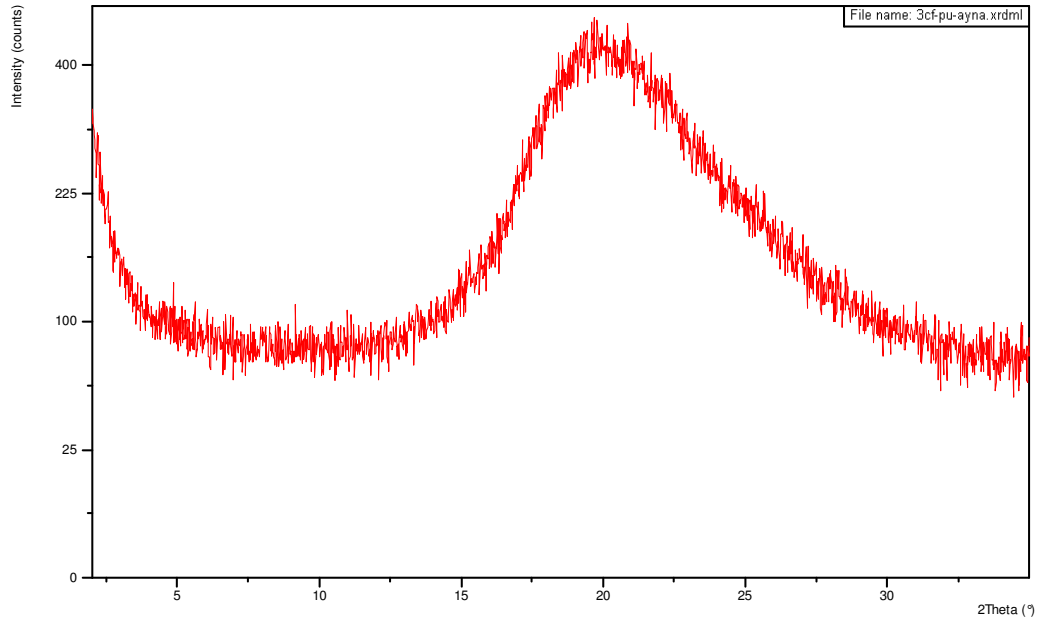
Şekil B.1: PU'nun XRD Grafiği



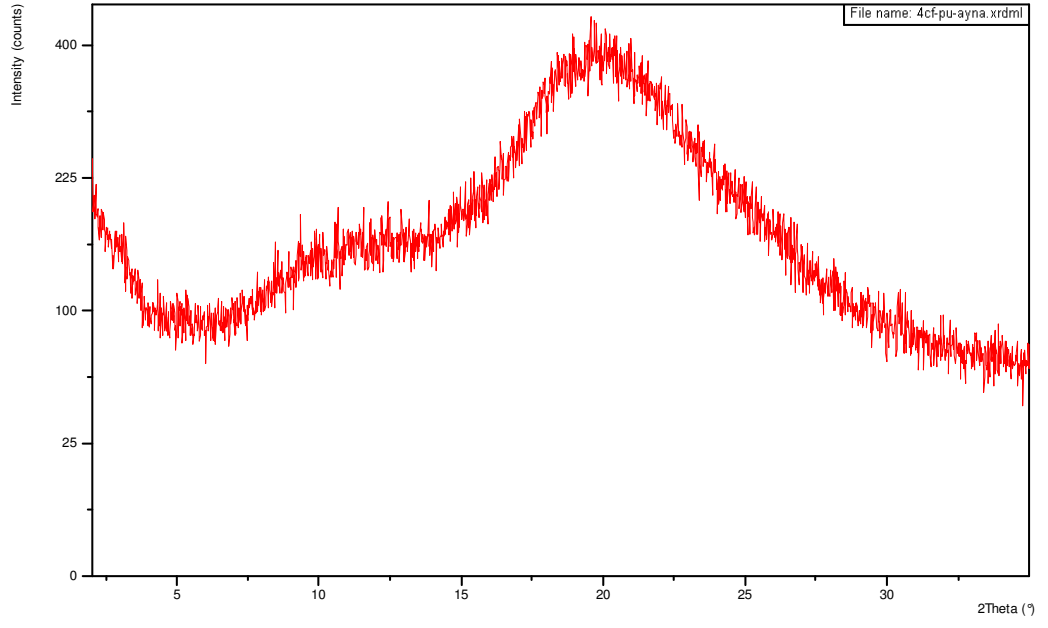
Şekil B.2: PU-CF1'in XRD Grafiği



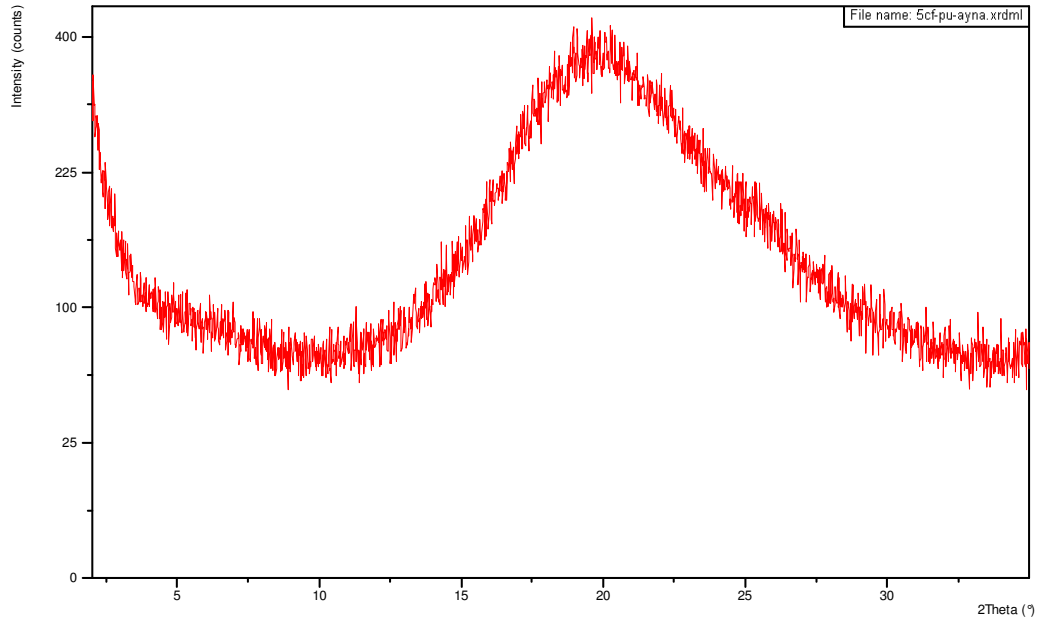
Şekil B.3: PU-CF2'nin XRD Grafiği



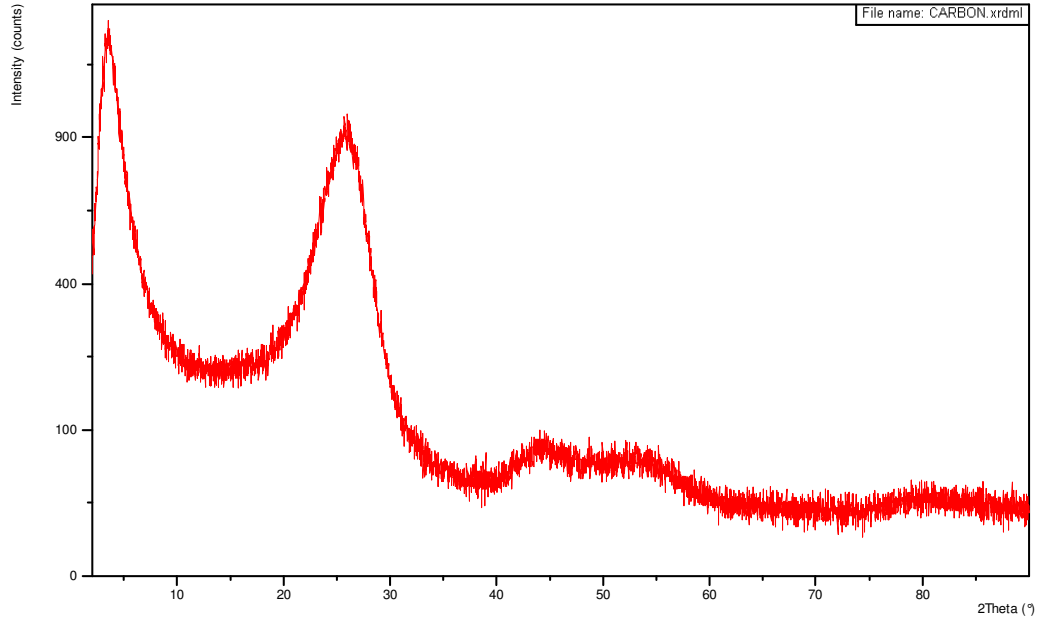
Şekil B.4: PU-CF3'ün XRD Grafiği



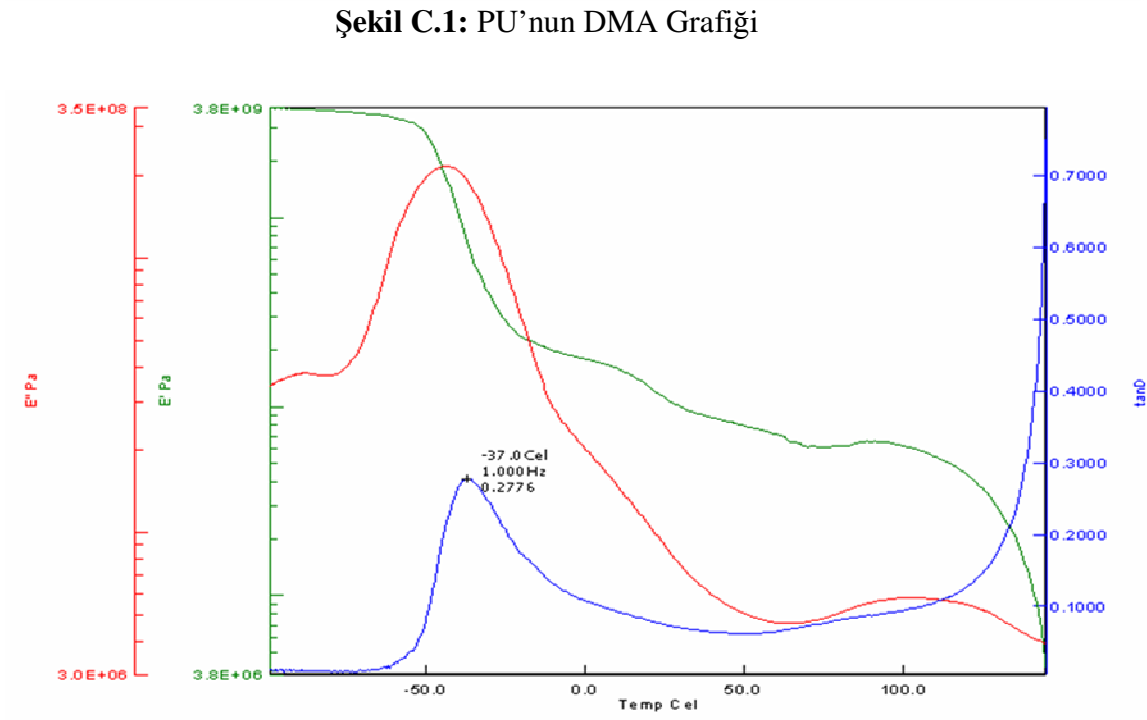
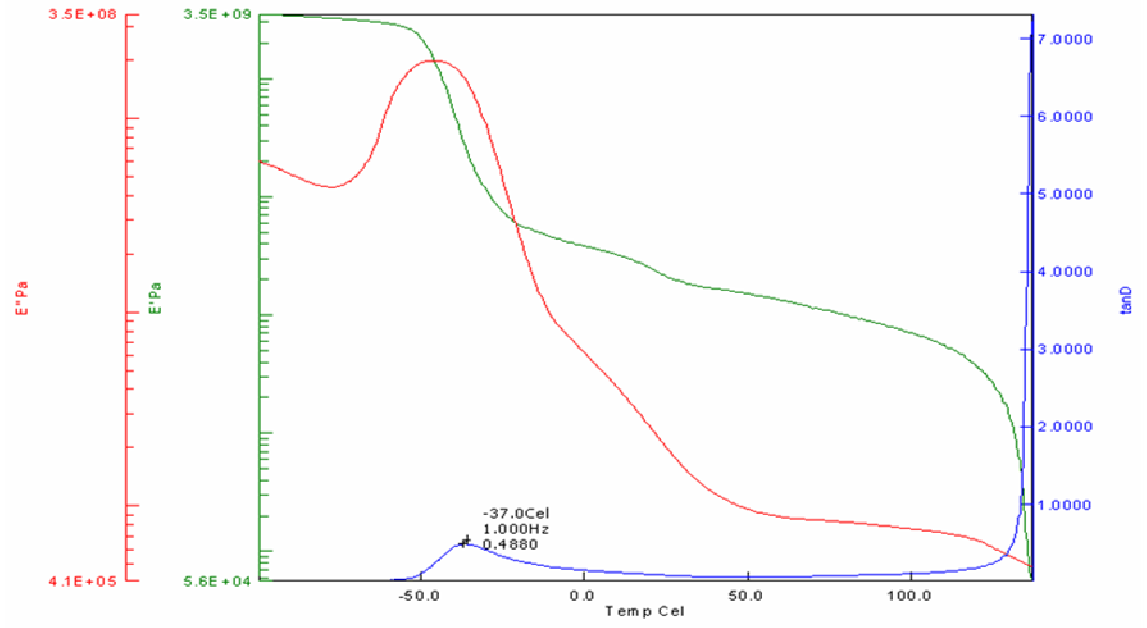
Şekil B.5: PU-CF4'ün XRD Grafiği

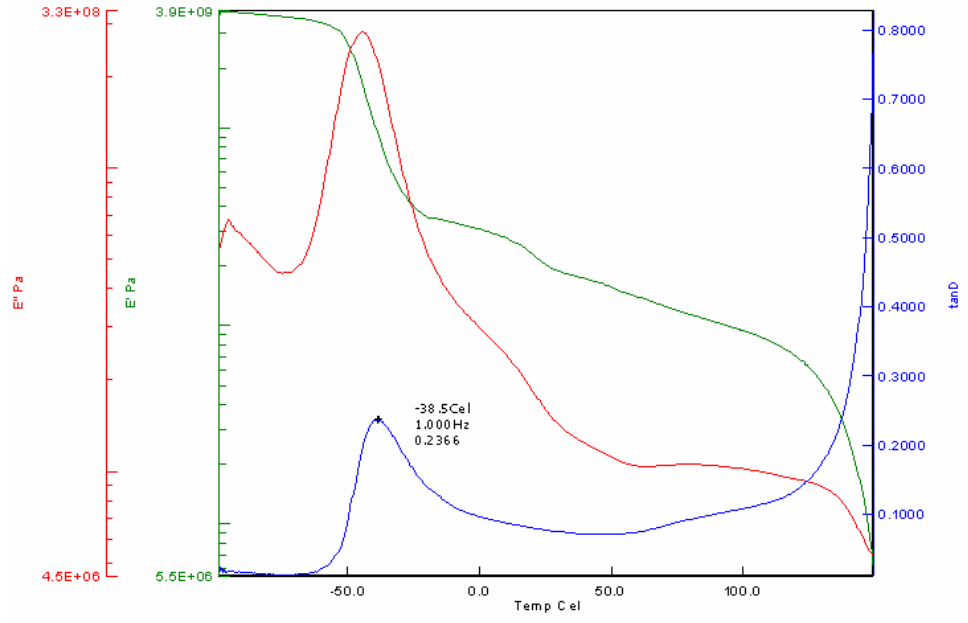


Şekil B.6: PU-CF5'in XRD Grafiği

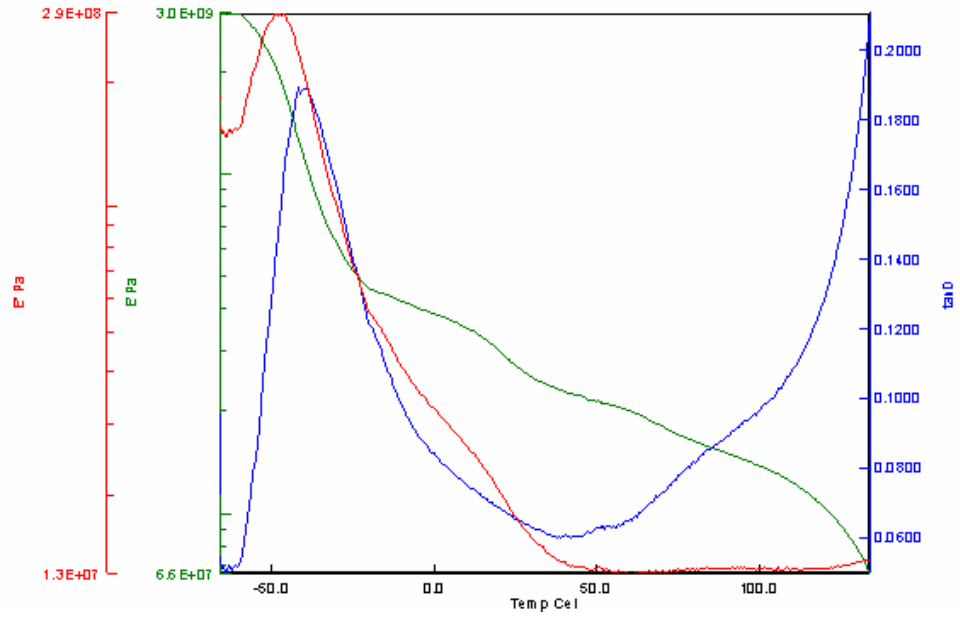


Şekil B.7: CF_3 in XRD Grafiği

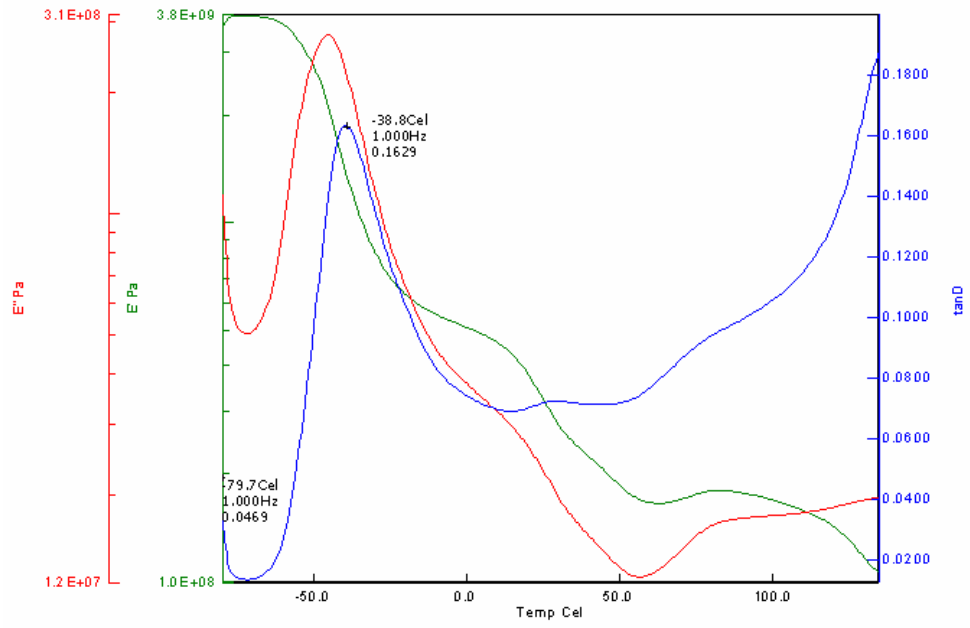




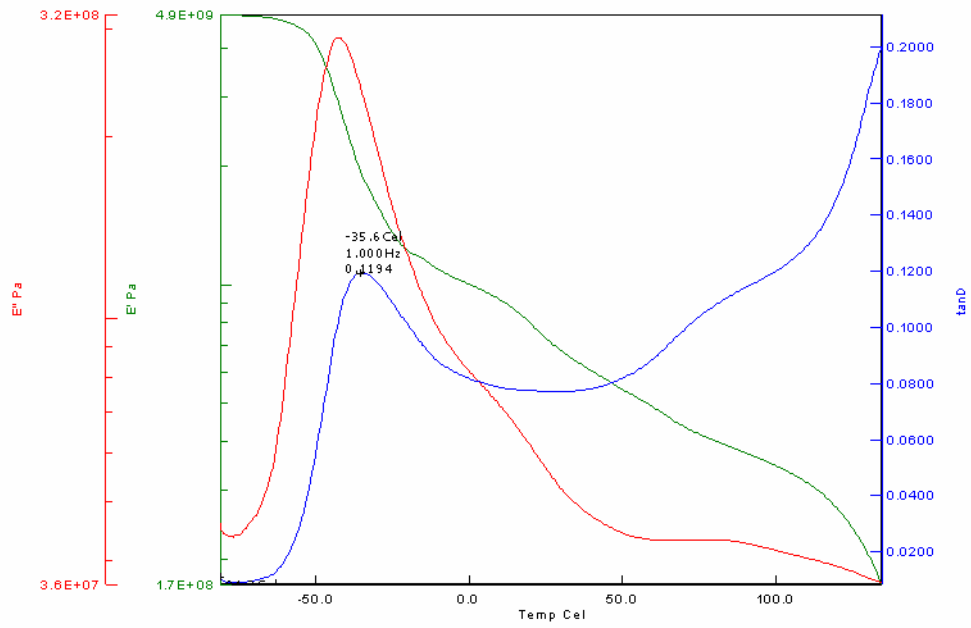
Şekil C.3: PU-CF2'nin DMA Grafiği



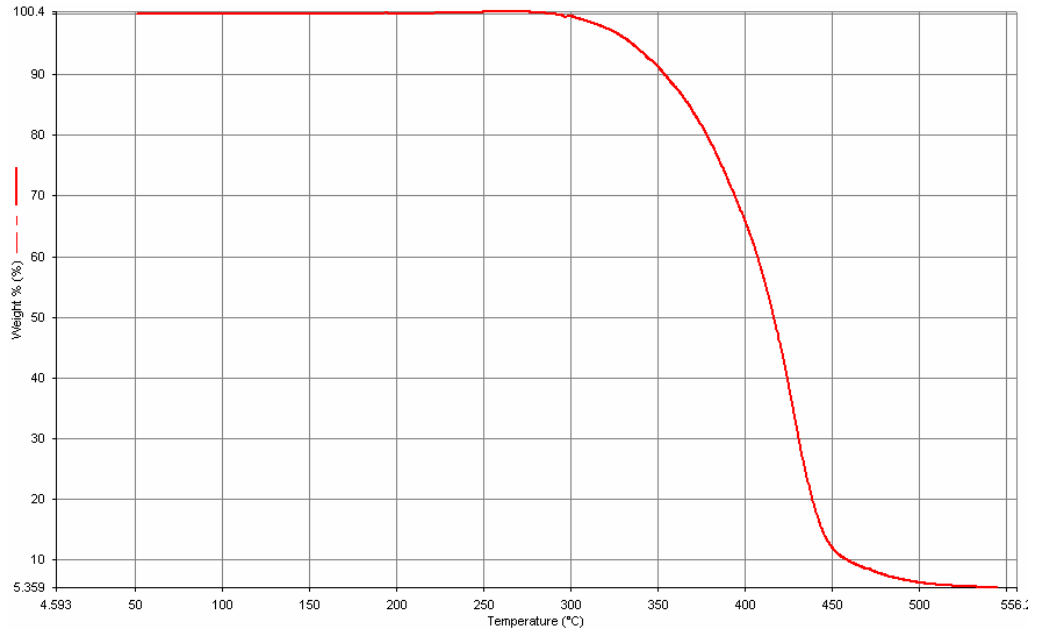
Şekil C.4: PU-CF3'nin DMA Grafiği



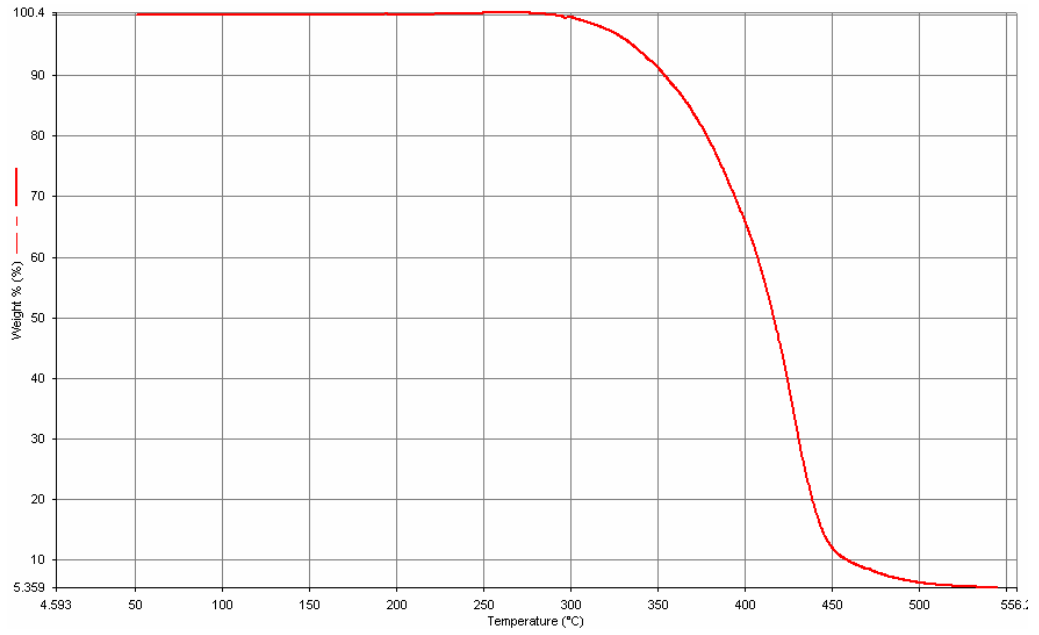
Şekil C.5: PU-CF4'ün DMA Grafiği



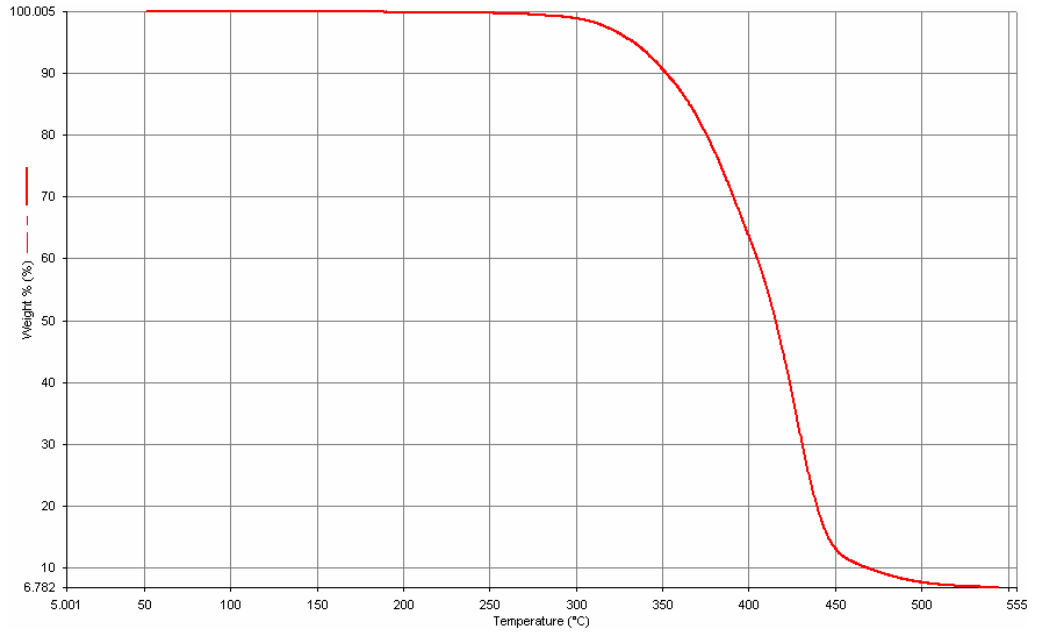
Şekil C.6: PU-CF'in DMA Grafiği



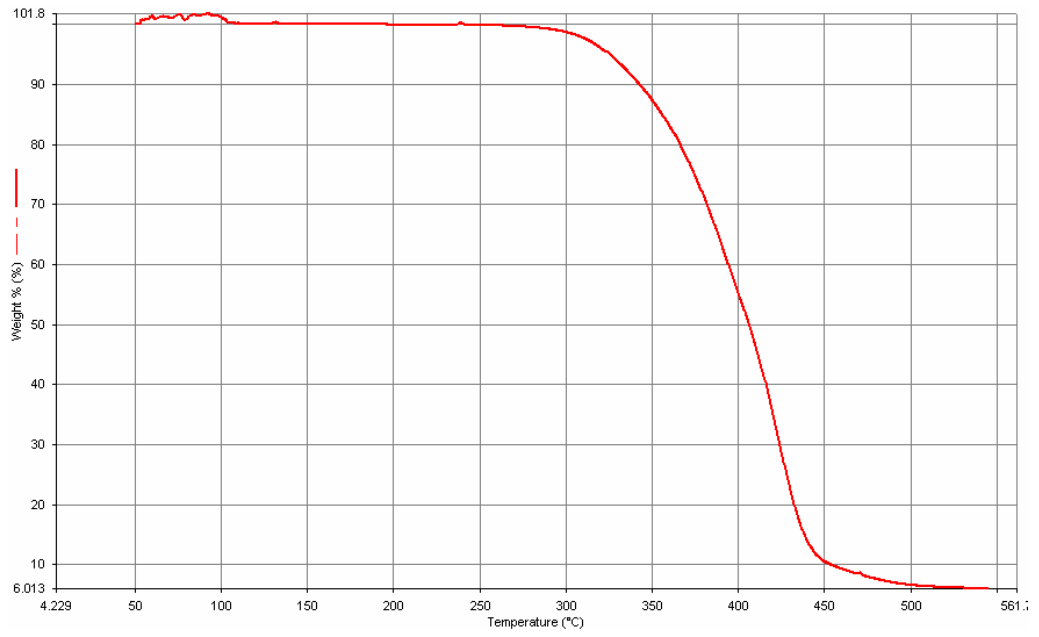
Şekil D.1: PU'nun TGA Termogramı



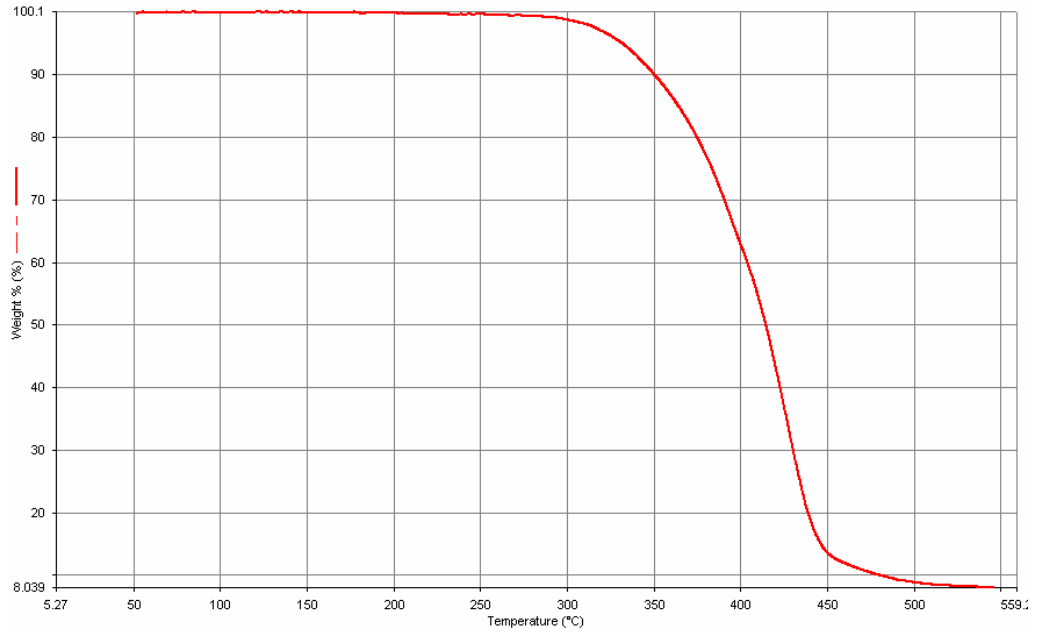
Şekil D.2: PU-CF1'in TGA Termogramı



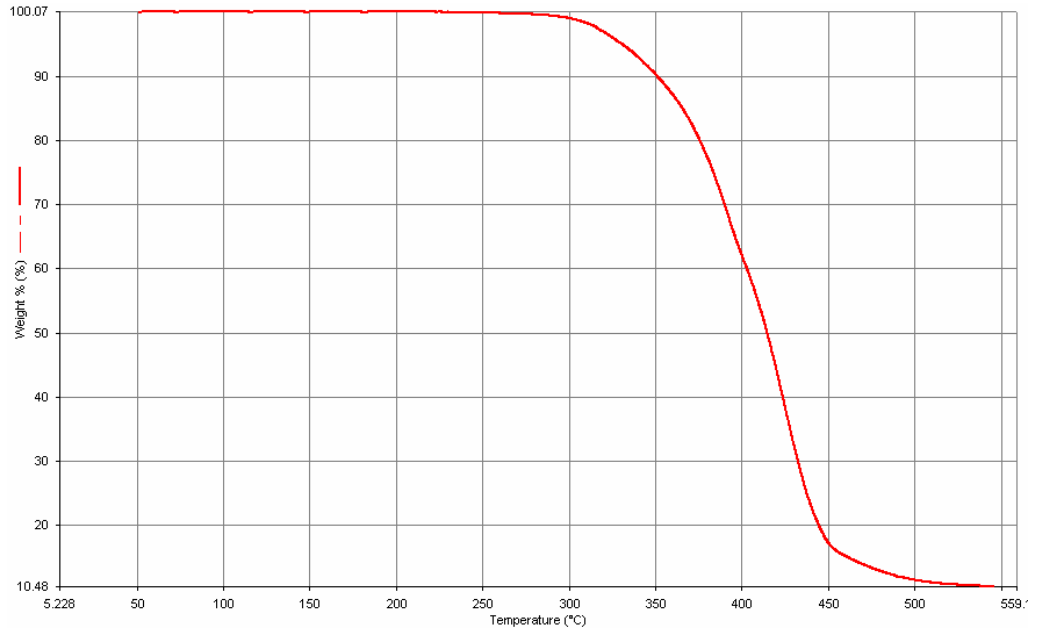
Şekil D.3: PU-CF2'nin TGA Termogramı



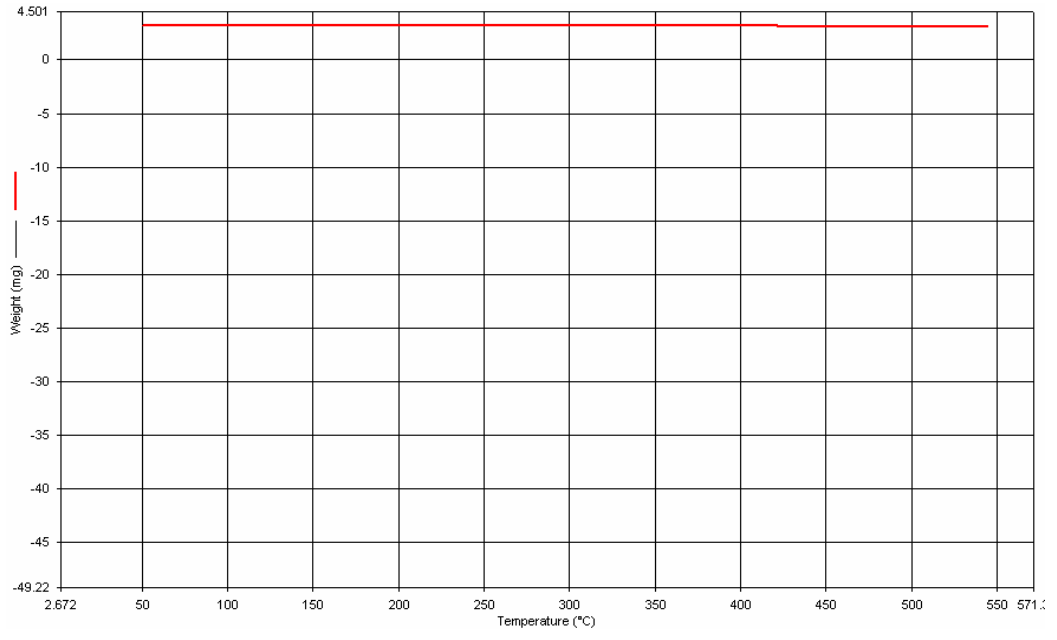
Şekil D.4: PU-CF3'nin TGA Termogramı



Şekil D.5: PU-CF4'ün TGA Termogramı



Şekil D.6: PU-CF5'in TGA Termogramı



Şekil D.7: CF'nin TGA Termogramı

2. ÖZGEÇMİŞ

Hale Akgün, 1980 yılında Tekirdağ'da doğmuştur. Tekirdağ Anadolu Lisesi'nden mezun olduktan sonra 1999 yılında İstanbul Teknik Üniversitesi (İ.T.Ü) Kimya Bölümü'nde akademik eğitime başlamıştır. 2003 yılında çift anadal programına kabul edilerek İ.T.Ü Kimya Mühendisliği bölümünde de lisans eğitime başlamıştır. Kimya lisans eğitimini Bölüm Birincisi olarak 2004; Kimya Mühendisliği lisans eğitimini ise 2006 yılında İ.T.Ü'de tamamlamıştır. Lisans eğitimini takiben 2006 yılında Malzeme Bilimi ve Mühendisliği bölümünde Tübitak Bursiyeri olarak yüksek lisans eğitime başlamıştır. 2008 yılında da İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü İleri Teknolojiler Malzeme Bilimi ve Mühendisliği programında yüksek lisansını tamamlamıştır.