MARMARA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

KOMPOZİT MATRİS MALZEMESİ OLARAK POLİ(AMİD-İMİD) REÇİNE ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

FİLİZ AYDOĞAN

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Programı

DANIŞMAN
Doç. Dr. Mustafa ÇAKIR

İSTANBUL, 2024

MARMARA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

KOMPOZİT MATRİS MALZEMESİ OLARAK POLİ(AMİD-İMİD) REÇİNE ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

FİLİZ AYDOĞAN

(533321011)

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Programı

DANIŞMAN
Doç. Dr. Mustafa ÇAKIR

İSTANBUL, 2024

TEŞEKKÜR

Bu tez çalışmasında ve diğer bütün çalışmalarımla danışmanlığımı üstlenen, bilgi ve tecrübeleriyle bana yön veren ve mesleğime olan bakış açımı değiştiren değerli hocam Doç. Dr. Mustafa ÇAKIR'a hem emekleri hem de bu yorucu ve zorlu süreçteki desteği için sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Laboratuvar ve tez çalışmalarım boyunca her türlü yardım ve katkılarıyla beni yönlendiren ve desteğini esirgemeyen, Dr. Öğr. Üyesi Emre AKIN hocama sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Lisans ve yüksek lisans eğitimim boyunca emek vermiş, tüm bilgi ve tecrübelerini bana aktarmış olan değerli hocalarıma da ayrıca teşekkürlerimi sunarım.

Tüm hayatım boyunca maddi ve manevi desteklerini benden esirgemeyen, sevgi ve ilgiyle yanımda olan aileme ve bu süreçte bana destek olan tüm arkadaşlarıma sonsuz teşekkür ederim. Kıymetli eşim, değerli yol arkadaşım Yük. Makine Mühendisi Yiğit Orkun AYDOĞAN'a tüm süreç boyunca yanımda olduğu, yükümü hafiflettiği ve desteklerini esirgemediği için teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

ÖZET ..... **iv**

ABSTRACT ..... **v**

SEMBOLLER ..... **vi**

KISALTMALAR ..... **vii**

ŞEKİL LİSTESİ ..... **viii**

TABLO LİSTESİ ..... **ix**

1. GİRİŞ ***1***

1.1. Literatür Araştırması **2**

1.2. Poliamidler **6**

1.3. Poliimidler **7**

1.4. Poli(amid-imid)ler **7**

1.4.1 Poli(amid-imid)lerin Özellikleri 7

1.4.2 Poli(amid-imid)lerin Sentez Yöntemleri 8

1.4.2.1. Asit Klorür ile poli(amid-imid)lerin sentezi 8

1.4.2.2. Diizosiyanat kullanılarak poli(amid-imid)lerin sentezi 9

1.4.3 Poli(amid-imid)lerin Uygulama Alanları 10

1.5. Kompozit Malzemeler **11**

1.5.1 Matris Malzemesine Göre Kompozitlerin Sınıflandırılması 12

1.5.1.1 Metal Matrisli Kompozit Malzemeler 13

1.5.1.2 Seramik Matrisli Kompozit Malzemeler 13

1.5.1.3 Polimer Matrisli Kompozit Malzemeler 13

1.5.1.3.1 Polimer Matrisli Kompozit Üretim Yöntemleri 14

1.5.1.3.1.1 Eriyik Harmanlama Yöntemi 14

1.5.1.3.1.2 Elle Yatırma Yöntemi 14

1.5.1.3.1.3 Reçine Transfer Kalıplama Yöntemi 15

1.5.1.3.1.4 Vakum Torbalama Yöntemi 16

1.6. Takviye Elemanlarına Göre Kompozit Malzemelerin Sınıflandırılması **17**

1.6.1 Parçacık Takviyeli Kompozit Malzemeler 18

1.6.1.1 Lif Takviyeli Kompozit Malzemeler 19

1.6.1.2 Tabakalı Kompozit Malzemeler 20

2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR ***22***

2.1. Deneyde Kullanılan Malzemeler **22**

2.1.1 Trimellitik Anhidrit (TMA) 22

2.1.2 Piromellitik Dianhidrit (PMDA) 22

2.1.3 4,4′-Metilen difenil diizosiyanat (MDI) 23

2.1.4 Dimetilasetamid (DMAc) 23

2.1.5 Dimetilforamid (DMF) 23

2.1.6 o-Kresol 24
2.1.7 Metanol 24
2.1.8 Ksilen 25

2.2. Malzeme Üretimi 25
2.2.1. Değişen Oranlarda Trimellitik anhitrit (TMA) ve Piromelitik Dianhidrit (PMDA) Kullanılarak Sentezlenen Poli(amid-imid) Reçinelerinin Üretimi 25
2.2.2. Poli(amid-imid) Reçine Matrisli Kompozit Plakaların Üretimi 28

2.3. Karakterizasyon İşlemleri 33
2.3.1 Değişen Oranlarda Trimellitik anhitrit (TMA) ve Piromelitik Dianhidrit (PMDA) Kullanılarak Sentezlenen Poli(amid-imid) Reçinelerin Karakterizasyon İşlemleri 33
2.3.1.1 Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FT-IR) Analizi 33
2.3.2 Poli(amid imid) Reçine Matrisli Üretilen Kompozit Plakaların Karakterizasyon İşlemleri 34
2.3.2.1. Üç Nokta Eğme Testi 34
2.3.2.2. Tabakalar Arası Kesme Mukavemeti (ILSS) Testi 35
2.3.2.3. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi 36
2.3.2.4. Termogravimetrik Analiz (TGA) 37
2.3.2.5. Dinamik Mekanik Analiz (DMA) 38

3. DENEYSEL BULGULAR VE TARTIŞMA 40

3.1. Değişen Oranlarda Trimellitik anhitrit (TMA) ve Piromelitik Dianhidrit (PMDA) Kullanılarak Sentezlenen Poli(amid-imid) Reçinelerin Karakterizasyon Sonuçları 40
3.1.1 Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FT-IR) Analizi Sonuçları 40

3.2. Değişen Oranlarda Trimellitik anhitrit (TMA) ve Piromelitik Dianhidrit (PMDA) Kullanılarak Sentezlenen Poli(amid-imid) Reçine ile Üretilen Kompozit Plakaların Karakterizasyon Sonuçları 41
3.2.1. Üç Nokta Eğme Testi Sonuçları 41
3.2.2. Katmanlararası Kesme Mukavemeti (ILSS) Testi Sonuçları 42
3.2.3. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi Sonuçları 43
3.2.4. Termogravimetrik Analiz (TGA) Sonuçları 46
3.2.5. Dinamik Mekanik Analiz (DMA) Sonuçları 47

4. SONUÇLAR VE ÖNERİLER 51

5. KAYNAKLAR 53

6. ÖZGEÇMİŞ 56

ÖZET

KOMPOZİT MATRİS MALZEMESİ OLARAK POLİ(AMİD-İMİD) REÇİNE ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Mühendislik malzemelerinde kullanıldığı yere göre değişiklik gösteren mukavemet, düşük yoğunluk, çevresel koşullara uygunluğu ve tokluk gibi temel özelliklerinin yanında zamana bağlı yorulma, darbe mukavemeti, çatlama, eğilme ve kimyasal direnç gibi özelliklerde de uygunluk aranmaktadır. Arzu edilen tüm özellikleri tek bir malzemede toplamak oldukça zor rastlanan bir durum olduğundan, sundukları avantajlar ve çeşitlilikler sebebi ile günümüz dünyasında pek çok mühendislik uygulamalarında kompozit malzeme üretimi tercih edilmektedir.

Bu çalışma, poli(amid-imid) reçine esaslı kompozit matris malzemesinin üretimi ve karakterizasyonunu ele almaktadır. Poli(amid-imid) reçinenin sentezi, trimelitik anhidrit (TMA), piromellitik dianhidrit (PMDA), metanol ve uygun çözücülerin gerekli koşullarda reaksiyonuyla gerçekleştirilmiştir. Sentez aşamaları, sırasıyla çözücü seçimi, reaksiyon sıcaklığı ve süresi gibi parametrelerin dikkatli kontrolü ile optimize edilmiştir. Tüm parametreler belirlenip %0, %10, %20, %30, %40, %50, %60, %80 ve %100 PMDA kullanarak elde edilen reçinenin kimyasal yapısı, FT-IR spektroskopisi kullanılarak doğrulanmıştır. Reçine tabanlı kompozit malzeme, karbon elyaf takviyesi ile güçlendirilmiştir. Malzeme hazırlık süreci, reçine ve takviye malzemelerinin homojen bir şekilde dağılımını sağlamak için vakum infüzyon yöntemi ile standartlaştırılmıştır.

Elde edilen matris malzemeleri, termal kararlılık analizi için Termogravimetrik Analiz (TGA) ve Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) analizlerine tabi tutulmuştur. Bu testler ile malzemenin ısıl işlem sırasında maruz kalabileceği koşullardaki davranışları değerlendirilmiştir. Kompozitin mekanik özellikleri, eğilme ve ILSS deneyleri ile belirlenmiştir. Elde edilen veriler, malzemenin dayanıklılığını, elastikiyet modülünü ve kırılma tokluğunu göstermektedir. Yüzey morfolojisi taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelenmiştir. Bu analizler, kompozit malzemenin mikroyapısının homojenliği ve takviye malzemelerinin dağılımı hakkında önemli bilgiler sağlamıştır.

Sonuç olarak, bu çalışma, poli(amid-imid) reçine temelli kompozit matris malzemesinin üretimi ve karakterizasyonunu kapsamlı bir şekilde ele almaktadır. Elde edilen veriler, malzemenin potansiyel endüstriyel uygulamalarını ve gelecekteki araştırmaları desteklemektedir.

ABSTRACT

PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF POLY(AMIDE-IMIDE) RESIN-BASED COMPOSITE MATRIX MATERIAL

In engineering materials, properties such as strength, low density, environmental compatibility, and toughness vary depending on their usage. In addition to these fundamental properties, characteristics such as time-dependent fatigue, impact strength, cracking, bending, and chemical resistance are also sought. Since it is quite challenging to combine all desired properties into a single material, composite material production is preferred in many engineering applications in today's world due to the advantages and diversities they offer.

This study addresses the production and characterization of a composite matrix material based on poly(amide-imide) resin. The synthesis of polyamide-imide resin was achieved through the reaction of trimellitic anhydride (TMA), pyromellitic dianhydride (PMDA), methanol, and appropriate solvents under the required conditions. The synthesis stages were optimized through careful control of parameters such as solvent selection, reaction temperature, and duration. The chemical structure of the resin obtained using 0%, 10%, 20%, 30%, 40%, 50%, 60%, 80%, and 100% PMDA was confirmed using FT-IR spectroscopy. The resin-based composite material was reinforced with carbon fiber. The material preparation process was standardized using vacuum infusion method to ensure homogeneous distribution of resin and reinforcement materials.

The obtained composite material underwent TGA (Thermogravimetric Analysis) and DSC (Differential Scanning Calorimetry) tests for thermal stability and behavior analysis. These tests evaluated the behavior of the material under conditions it may encounter during thermal processing. Mechanical properties were determined through bending and ILSS (Interlaminar Shear Strength) tests. The obtained data demonstrate the durability, modulus of elasticity, and fracture toughness of the material. Surface morphology was examined using scanning electron microscope (SEM). These analyses provided important insights into the homogeneity of the composite material's microstructure and the distribution of reinforcement materials.

In conclusion, this study comprehensively addresses the production and characterization of poly(amide-imide) resin-based composite matrix material. The obtained data support the potential industrial applications of the material and future research endeavor.

SEMBOLLER

ºC: Santigrat derece

T_g : Camsı geçiş sıcaklığı

mm: Milimetre

N: Mol sayısı

m: Kütle

Ma: Mol ağırlığı

KISALTMALAR

CTE : Termal Genleşme Katsayısı

CCC : Karbon / Karbon Kompozitler

CMC : Seramik Matris Kompozitler

MMC : Metal Matris Kompozitler

PMC : Polimer Matris Kompozitler

MDI : Metilen Difenil Diizosiyanat

PMDA: Piromellitik Anhidrit

TMA : Trimellitik Anhidrit

TMAc : Trimellitik Asit Klorür

DMF : N,N-dimetilformamid

DMAc : N,N-dimetilasetamid

NMP : N-metilpirolidon

PAI : Poli(amid-imid)

SEM : Taramalı Elektron Mikroskobu

ŞEKİL LİSTESİ

Şekil 1.1. Poliamid Yapısı 6
Şekil 1.2. Poli(amid-imid) Yapısı 7
Şekil 1.3. Poli(amid-imid)lerin Asit Klorür Yöntemiyle Sentezi 8
Şekil 1.4. Diizosiyanat yöntemi ile PAI sentezi 9
Şekil 1.5. Amid Oluşumu 10
Şekil 1.6. Kompozit Malzemenin Yapısı 12
Şekil 1.7. Matris Malzemesine Göre Kompozitler 12
Şekil 1.8. Elle Yatırma Yöntemi 15
Şekil 1.9. Reçine transfer kalıplama yöntemi ile kompozit üretimi. a) ön şekillendirilmiş dokumanın kalıba alımı b) kalıba reçine gönderilmesi c) sertleştirme d) kalıptan ürünün alınması 16
Şekil 1.10. Vakum torbalama yöntemi ile kompozit üretimi 17
Şekil 1.11. Takviye Elemanlarına Göre Kompozit Malzemelerin Sınıflandırılması 18
Şekil 1.12. Parçacık Takviyeli Kompozit 19
Şekil 1.13. Lif Takviyeli Kompozit 20
Şekil 1.14. Tek Yönlü ve Çapraz Katlanmış Yönsüz Katmanlı Kompozit Yapıları 21
Şekil 2.1 TMA Yapısı 22
Şekil 2.2 PMDA Yapısı 22
Şekil 2.3 MDI Yapısı 23
Şekil 2.4 DMAc Yapısı 23
Şekil 2.5 DMF Yapısı 24
Şekil 2.6 o-Kresol Yapısı 24
Şekil 2.7 Metanol Yapısı 24
Şekil 2.8 Ksilen Yapısı 25
Şekil 2.9. Deney çalışması ve Dean-Stark Aparatının Kurulumu 27
Şekil 2.10. Reçine Üretimi Reaksiyon Şeması 28
Şekil 2.11. Reçine emdirilmiş karbon elyaf üzerine naylon serilerek üzerinden rulo ile geçilmesi 29
Şekil 2.12. Vakum fırınına yerleştirilen reçine emdirilmiş karbon elyaflar 30
Şekil 2.13. Vakum fırınından çıkarılan karbon elyafların üzerine uygulanan yükler 30
Şekil 2.14. Vakum torbalama yöntemi ile hazırlanan plakalar 31
Şekil 2.15. Isıtmalı presten çıkartılan kompozit plaka 32
Şekil 2.16. Üretilen kompozit plaka örnekleri 33
Şekil 2.17. 3 Nokta Eğme Cihazı 35
Şekil 2.18. ILSS Test Düzeneği ve Test Numune Örnekleri 36
Şekil 2.19. Taramalı Elektron Mikroskobu 37
Şekil 2.20. Termogravimetrik Analiz (TGA) Cihazı 38
Şekil 2.21. Dinamik Mekanik Analiz (DMA) Cihazı 39
Şekil 3.1. FT-IR Analiz Sonuçları 40
Şekil 3.2. Ortalama Eğme Gerilim-Gerinim Eğrileri 41
Şekil 3.3. 100TMA-1, 90TMA-1, 80TMA-1, 50TMA-1 ve 0TMA-1 Numunelerinin SEM Görüntüleri 44
Şekil 3.4. 100TMA-1, 90TMA-1, 80TMA-1, 50TMA-1 ve 0TMA-1 Numunelerinin 3 Nokta Eğme Testinden Sonraki SEM Görüntüleri 45
Şekil 3.5. TGA Analiz Sonuçları 46
Şekil 3.6. Kompozit Plakaların Depolama Modülleri 48
Şekil 3.7. Kompozit Plakaların Tan D Eğrileri 49

TABLO LİSTESİ

Tablo 2.1. Deneyde kullanılan malzemeler, kodları ve oranları 26
Tablo 3.1. 3 Nokta Eğme Testi Gerilme ve Uzama Değerleri 42
Tablo 3.2. ILSS değerleri ve maksimum kuvvetler 43
Tablo 3.3. Kompozit Plakaların TGA Sonuçları 47
Tablo 3.4. DMA Sonuçları 49

1. GİRİŞ

Günümüzde, canlıların artan ihtiyaçları, değişen dünya ve gelişen teknoloji, mühendislik uygulamaları için sürekli yeni çalışmaların ortaya çıkmasına neden olmaktadır. Malzeme mühendisliğinde, farklı özelliklere sahip bir malzeme elde etmek için birden fazla bileşenin bir araya getirilmesi fikri, bu ihtiyaçların karşılanmasında önemli bir adımdır. Bu nedenle, günümüz mühendislik çalışmalarının önemli bir kısmı kompozit malzemeler üzerine odaklanmaktadır.

Kompozitler; iki veya daha fazla malzemenin, istenilen özelliklerini bir araya getirmek ve olduğundan daha üstün özelliklere sahip olmasını sağlamak için birbirlerine entegre edilmesiyle elde edilen malzemelerdir. Kompozitler ve karışımları birbirinden ayıran temel fark; kompozitlerin iki ana bileşenin (matrisin ve takviye fazın) birbiri içerisinde çözünmemesidir [1].

Genel malzeme gruplarından olan metaller, seramikler ve polimerler, tek başlarına istenilen özelliklere sahip olmayabilirler. Bu nedenle, belirli özellikleri vurgulayan malzemeler seçilerek bir araya getirilir ve her biri kompozitin bir fazını oluşturur. Bu fazların her birinin kompozitteki görevleri birbirlerinden farklıdır.

Kompozit malzemeler, temel olarak üç faza sahiptir: matris fazı, dolgu/takviye fazı ve ara yüz fazı. Matris fazı, kompozitin sürekli fazını oluştururken, dolgu/takviye fazı matris malzemesi ile çevrilidir. Bu iki faz arasında yer alan ara yüz fazı, farklı yapı ve özelliklere sahiptir ve kompozitin performansını etkileyebilir [2]. Polimer matrisli kompozit malzemeler hafiflik, yüksek mukavemet ve rijitlik, aynı zamanda kimyasal direnç göstermesini gibi sebeplerle endüstride çokça tercih edilen malzemelerdir. Polimer matrisli kompozitler, özellikle havacılık, otomotiv, denizcilik ve yapı malzemeleri gibi birçok endüstriyel alanda geniş bir uygulama yelpazesine sahiptir.

Bu bağlamda, poli(amid-imid) (PAI) reçineleri, kompozit matris malzemeleri olarak dikkate değer potansiyele sahiptir. PAI reçineleri, yüksek sıcaklık dayanımı, mükemmel mekanik özellikler, kimyasal direnç ve düşük yoğunluk gibi bir dizi avantaj sunar. Bu özellikler, özellikle yüksek performans gerektiren havacılık, otomotiv ve uzay endüstrilerinde kullanılmalarını sağlar.

Bu tezde, PAI reçinelerinin sentezi ve hem PAI reçinelerinin hem de PAI reçinelerden üretilen kompozitlerin karakterizasyonu üzerinde odaklanılmıştır. Analiz teknikleri olarak Fourier dönüşümü kızılötesi spektroskopisi (FT-IR), üç nokta eğme testi, Katmanlararası Kayma Dayanımı (ILSS), termogravimetrik analiz (TGA), dinamik mekanik analiz (DMA)

ve taramalı elektron mikroskop (SEM) gibi çeşitli yöntemler kullanılmıştır.

1.1. Literatür Araştırması

Literatür incelendiğinde; poli(amid-imid) reçinelerden kompozit üretimine pek rastlanmamıştır. Çoğu araştırmada yeni bir poli(amid-imid) reçine üretilmiş ve özelliklerinin geliştirilmesi hedeflenmiştir. Üretilen poli(amid-imid) reçinelerin karakterizasyon sonuçları detaylı bir şekilde açıklanmıştır. Ancak araştırmaların çoğu, bu üretilen poli(amid-imid) reçinelerin bir plaka üzerine kaplanması ile devam etmiştir. Poli(amid-imid) reçinelerden kompozit üretimi üzerine pek bir araştırmaya rastlanmamıştır. Nafeesa Mushtaq ve ark.[3] 2020 yılında yaptığı çalışmada; farklı monomer dizilerine sahip iki yeni poli(amid-imid) (PAI) serisi, iki sentez yöntemiyle hazırlandı. Birinci alternatif poli(amid-imid) serisi PAIs-2(a-e), diimid-diasit 1a-1c (2,20-Bis(trifluoromethyl)-4,40-bis(trimelletimide)biphenyl—2,2’-(Oxybis(3-(trifluoromethyl)-4,1-phenylene))bis(trimelletimide))) monomerlerinin çeşitli aromatik diaminlerle polikondenzasyonundan sentezlendi. Trimelletik asit klorürün (TMAC) aromatik diaminlerle doğrudan polikondenzasyonu kullanılarak ikinci dizi poli(amid-imid)ler PAIs-3(a-c) hazırlandı. Monomer dizisinin polimerlerin şeffaflığı ve termal özellikleri üzerindeki etkisi araştırıldı.

Araştırmanın sonuçlarına göre; diimid-diasit (yöntem A) ve TMAC'nin (yöntem B) aromatik diaminlerle çoklu yoğunlaştırılmasından iki dizi poliamid-imid sentezlendi. Yöntem A’dan sentezlenen simetrik alternatif monomer dizisinden oluşan PAI-2(a-d), daha yüksek Tg (yaklaşık 40 ^{0}C'lik bir artış) değerleri gösterdi. Öte yandan, muhtemelen düzensiz (veya rastgele) bir zincir dizisinden oluşan TMAC bazlı PAI'ler (yöntem B ile sentezlenen), daha yüksek şeffaflık (-%86) ve daha düşük Tg değerleri sergiledi. PAI-2(a-b) ve PAI-3a'nın karşılaştırılmasından, şeffaf ve düşük termal genleşme katsayısına sahip (CTE) poli(amid-imid) filmler elde etmek için ticari olarak temin edilebilen TMAC'ın sert diaminlerle doğrudan polikondenzasyonunu kullanan yöntem B'nin, yöntem A'dan daha iyi bir yöntem olduğu fark edildi

Lan Bai ve ark. [4] yaptığı çalışmada; Üç çeşit amid içeren diaminlerden ve farklı aromatik dianhidritlerden türetilen yeni poli(amid-imid) (PAI) filmleri sentezlendi ve karakterize edildi. Bu PAI filmleri, ana zincirlerin sertliği ve güçlü hidrojen bağı etkileşimlerinin varlığı nedeniyle mükemmel mekanik ve termal özellikler sergiledi.

Araştırma sonuçlarına göre; Tüm PAI filmleri, PAI-1 hariç, ağırlıkça %2,5'in altındaki su emme kat sayısı (WA) değerleri ile mükemmel mekanik özellikler ve nispeten düşük su emme sergiledi. Amit içeriğinin azalmasıyla PAI'lerin çekme mukavemeti ve modülü azaldı. Sonuçlar, bu PAI filmlerinin CTE değerlerinin, hidrojen bağlama etkileşimlerinin yanı sıra zincirlerin sertliğinden veya yöneliminden ve paketlenmesinden büyük ölçüde etkilendiğini gösterdi. En yüksek amid içeriğine ve doğrusal olarak sert omurgalara sahip diamin *N, N′* - (1,4-fenilen) bis (4-aminobenzamid) (PABA) bazlı PAI filmleri, 30–300 ^{0}C sıcaklık aralığında −4,6 ila −0,8 ppm/°C arasında değişen ultra düşük düzlem içi CTE değerlerine sahipti. Hidrojen bağlanma etkileşimlerinin yüksek sıcaklıkta muhafaza edildiği kanıtlandı ve bu, termal genleşmenin düzenlenmesi ve kontrolü için çok önemlidir.

Sonuç olarak; geniş sıcaklık aralıklarında ultra düşük CTE'ye sahip yüksek performanslı PAI filmlerinin hazırlanması için teorik bir temel sağladı.

Der-Jang Liaw ve ark.[5] yaptığı çalışmada; 2,2’-dimetil-4,4’-bis(2-trifluorometil-4-aminofenoksibifenil) (DBTFAPB) adlı, eş düzlemli olmayan metil ikamesi içeren yeni bir diamin monomeri başarıyla sentezlendi ve çeşitli aromatik dikarboksilik asitler ve tetrakarboksilik dianhidritler ile doğrudan polikondenzasyon yoluyla çeşitli poliimid, poliamid ve poliamid imidlerin hazırlanmasında kullanıldı. Ayrıca, eş düzlemli olmayan metil ikamesi içeren yeni bir diğer dikarboksilik asit monomeri olan 2,20-dimetil-4,40-bis(2-trifluorometil-4-trimellitimidofenoksibifenil) (DBTFTPB) başarıyla sentezlendi. Bu sentez, diamini DBTFAPB ile trimellitik anhidritin buzlu asidik asitte kaynatılmasıyla gerçekleştirildi. Yine, çeşitli diaminlerle N-metil-2-pirolidon (NMP) ortamında doğrudan DBTFTPB'den bir seri yeni poli(amide–imid) sentezlendi. Tüm polimerler, N metil-2-pirolidon (NMP), N,N-dimetilasetamid (DMAc), N,N-dimetilformamid (DMF), dimetil sülfoksit (DMSO), piridin, tetrahidrofuran (THF), siklohekzanon ve γ-butyrolakton gibi çözücülerde oda sıcaklığında veya 70 °C'de ısınarak mükemmel çözünürlük sergiledi. Polimerlerin doğal viskozitelerinin 0.60 ila 1.34 dL gK^{1} arasında değiştiği bulundu. Polimerlerin jel geçirgenlik kromatografisi (GPC) analizi, sayısal ortalama ve ağırlık ortalama moleküler ağırlıklarının sırasıyla 7.3x104 ve 17.9x104'e kadar olduğunu gösterdi. Bu polimerlerin camsı geçiş sıcaklıklarının 230-65 °C arasında olduğu, %10 kütlesel kayıp sıcaklıklarının ise nitrojen atmosferinde 460 °C'nin üzerinde olduğu görüldü. Tüm polimerler, DMAc çözücülerinden esnek ve dayanıklı filmler haline getirilebildi. Bunlar, 82 ila 124 MPa arasında bir çekme dayanımına ve 1.9 ila 2.9 GPa arasında bir çekme modülüne sahipti. Bu polimerler, 2.87 ila 4.03 arasında değişen düşük dielektrik sabitlere, %0.29 ila

3.20 arasında değişen düşük nem emilimine ve 347 ila 414 nm arasında ultraviyole–görünür emilim kesim dalga yüksek şeffaflık sergiledi.

Sonuç olarak; Flor içeren polimerler, bu çalışmada test edilen tüm organik çözücüler içinde oda sıcaklığında neredeyse çözünebilirdi ve tamamen şeffaf ve renksizdi. Tüm flor içeren polimerlerin camsı geçiş sıcaklıkları (Tgs), DSC veya DMA ile ölçüldüğü üzere 230 °C'nin üzerindeydi. Bu polimer filmler mükemmel mekanik özelliklerin yanı sıra iyi termo oksidatif stabilite, düşük dielektrik sabitleri, düşük kırılma indeksleri ve düşük çift kırılma gösterdi. Triflorometil ikamesinin aynı zamanda nem emilimini azalttığı da gösterilmiştir. Bu özellikler, floro içeren polimerlerin optik iletişim uygulamaları için umut verici malzemeler olduğunu göstermektedir.

A. Rahimpour ve ark.[6] yaptığı çalışmada; ilk olarak diimid-diasidin p-fenilen diamin (PPDA) ile polikondenzasyon reaksiyonları yoluyla doğrudan Yamazaki yöntemi kullanılarak esnek gruplar içeren poli(amid-imid) (PAI) sentezlendi. PES/PAI karışım membranları, daldırma çökeltme tekniği ile indüklenen faz inversiyonu ile hazırlandı. Döküm çözeltisine gözenek oluşturucu olarak polivinilpirolidon (PVP, ağırlıkça %2 konsantrasyon) eklendi. PES/PAI karışım membranları, çözelti konsantrasyonu için temas açısı, AFM, SEM, TGA, mekanik ölçümler ve çapraz akışlı filtreleme ile karakterize edildi. Temas açısı ölçümleri, PES membranının hidrofilikliğinin, döküm çözeltisindeki PAI'nin arttırılmasıyla arttırıldığını göstermektedir. AFM ve SEM görüntüleri, sentezlenmiş PAI'nin döküm çözeltisine eklenmesinin veya PES ile harmanlanmasının, yüksek yüzey ve alt katman gözenekliliğine sahip bir membranla sonuçlandığını göstermektedir. PES'in PAI ile harmanlanmasıyla hazırlanan membranlardan saf su akışı ve süt suyu geçirgenliği arttırılmıştır. Ayrıca PES/PAI karışımı membranların protein reddi ve kirlenme önleyici özellikleri de geliştirildi. TGA, PES/PAI karışımı membranların termal stabilitesinin PES membrana kıyasla biraz azaldığını ortaya koymaktadır. Ayrıca PES ve PAI polimerlerinin harmanlanmasının daha yüksek mekanik dayanıklılığa sahip membranlarla sonuçlandığı bulunmuştur.

Chin-Ping Yang ve ark. [7] yaptığı çalışmada; iki aromatik diamin ve trimellitik anhidrit (TMA) kullanılarak alternatif bir kopolimer (amid-imid) sentezlendi. Eğer kullanılan diamin m-fenilendiamin (m-PDA) ise, sonuçta elde edilen poli(amid-imid) [P(A-alt-I)] açık renkli olduğu bulundu. Özellikle, m-PDA'nın P(A-alt-I) zincirinde iki amid grubu arasında bulunduğu durumda, P(A-alt-I) renksizdi. Triphenil fosfit (TPP) ve piridin kondansasyon ajanları olarak kullanılarak, m-PDA ve TMA'dan hazırlanan aromatik bir dikarboksilik asit

(IIb) ile çeşitli aromatik diaminlerin doğrudan polikondensasyonu yoluyla m-PDA içeren bir dizi P(A-alt-I) (seri III) sentezlendi. Seri IV'teki izomerik P(A-alt-I) serisi, çeşitli diaminler ve TMA, ayrıca m-PDA'dan hazırlanan diasit monomerlerinden sentezlendi. Seri IV'teki P(A-alt-I)'ların (sarı) rengi, Seri III'teki izomerik P(A-alt-I)'ların renginden daha açıktı. 24 adet P(A-alt-I) (seri III ve seri IV) doğal viskoziteleri 1.01 ila 1.88 dl g^{-1} arasında değişiyordu. Filmlerin çekme dayanımları, kopma uzamaları ve başlangıç modülleri sırasıyla 86 ila 112 MPa, %6 ila %42 ve 1.74 ila 2.81 GPa idi ve çoğu filmin bir miktar deformasyonu vardı. Seri IV polimerlerinin cam geçiş sıcaklıkları 228 ^{o}C ila 293 ^{o}C arasında değişiyordu, bu Seri III'ünki olan 223 ^{0}C ila 278 ^{o}C aralığının üzerindeydi. Bu iki serinin nitrojen ortamında %10 ağırlık kaybı sıcaklıkları 472 ^{o}C ila 561 ^{o}C arasında benzerdi.

Chin-Ping Yang ve ark.[8] yaptığı başka bir çalışmada ise; Diimid-diasit monomeri, N,N'-bis(3-karboksifenil)-4,4'-oksidiftalimit (I), polar solvent ve toluen içinde 1:2 molar oranda 4,4'-oksidiftalik anhidrit ve m-aminobenzoik asidin azeotropik yoğunlaştırılmasıyla hazırlandı. Doğal viskoziteleri 0.95 ila 1.70 dl/g arasında değişen bir dizi organo-çözünür ve renksiz poli(amid-imid) diimid-diasit I ve çeşitli aromatik diaminlerden, yoğunlaştırıcı ajanlar olarak trifenil fosfit ve piridin kullanılarak doğrudan polikondenzasyon yoluyla sentezlendi. UV-görünür spektrum ve Macbeth Color-eye kolorimetrenin sonuç parametrelerine göre, bu polimerlerin rengi diğer benzer polimerlerden çok daha açıktı. Tüm poli(amid-imid)'ler, NMP, DMAc, DMF ve DMSO gibi çeşitli organik solventlerde kolaylıkla çözünebilirdi ve hatta bazıları, m-cresol ve piridin gibi daha az polar solventlerde bile çözünebilirdi. Dökme filmler 82 ila 106 MPa arasında değişen gerilme mukavemetleri, %10 ila %15 arasında kopma uzaması ve 1,9 ila 2,3 GPa arasında başlangıç modülleri sergiledi. Poli(amid-imid)'lerin camsı geçiş sıcaklıkları 221-276 °C, nitrojende 551-570 °C ve havada 548-578 °C %10 ağırlık kaybı sıcaklıklarına sahip olup mükemmel termal stabiliteye işaret etmektedir .

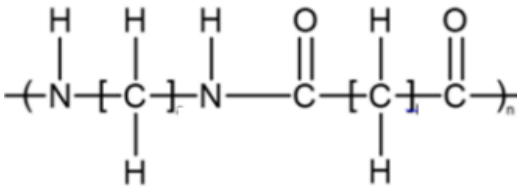
Shuaishuai Zhou ve ark.[9]. yaptığı çalışmada; Bor nitrürün (BN) kimyasal fonksiyonelleştirilmesi, BN'nin dağılımını ve ayrıca kompozitlerinin özelliklerini geliştirmek için polimer matris içindeki arayüzey uyumluluğunu geliştirmek için gereklidir. Bununla birlikte, avantajları tam olarak vurgulamak için BN fonksiyonelleştirme derecesinin kapsamlı bir şekilde değerlendirilmesi gerekir. Bu çalışmada, paralel düzenleme yapısına sahip bir poli(amid-imid) filmi ve BN nano tabakalarının kendi kendine montaj tekniği ile tasarlanmış fonksiyonelleştirmesi inşa edilmiştir. Fonksiyonelleştirilmiş BN nano tabakalarının (f-BNNS'ler) optimum fonksiyonelleştirme ve kusur kontrolünün

tasarımı, bu esnek PAI / f-BNNS kompozit filminin yüksek düzeyde düzlem içi termal iletkenlik, üstün elektriksel yalıtım ve geliştirilmiş mekanik özellikler sergilemesini sağlar. PAI/f-BNNSs film'in termal iletkenliği, sadece %9 ağırlıkça dolgu malzemesi içeren düşük bir dolgu içeriğinde, PAI/BN film'in 5.06 W m^{-1} K^{-1}'den PAI/f-BNNSs film'in (PP1W3) 13.5 W m^{-1} K^{-1}'e etkileyici bir şekilde arttı, bu da %167'lik bir iyileşmeyi temsil ediyor. Daha da önemlisi, fonksiyonelleştirme derecesi, f-BNNS'lerin kusur miktarları ve kompozit filmlerin performansı açısından sistematik araştırma yapıldı; bu, PAI/f-BNNS kompozit filmlerin termal iletkenlik iyileştirme mekanizmasını daha da ortaya çıkardı. Bu araştırma, düşük boyutlu dolgu maddelerinin fonksiyonelleşmesine dayanan mükemmel ısı iletkenliğine sahip kompozit malzemelerin tasarımı için önemli bir rehberlik sağlamakta ve yüksek güç yoğunluklu elektronik cihazların termal yönetiminde uygulanmasını sağlamaktadır

1.2. Poliamidler

1930 yılında Carothers ve Schlack tarafından sırasıyla poliamid 6.6 ve poliamid 6 polimerleri ilk kez sentezlenerek poliamidin endüstriyel çalışmalarına başlanmıştır ve ilk üretim 1940'lı yılların başında Dupont şirketi tarafından gerçekleştirilmiştir. Endüstriyel sürecin bu yıllarda ilerlemesi ile kolay işlenebilen poliamidler geliştirilmiştir. Bir termoplastik türevi olan poliamid, poliamid 6, poliamid 6.6 ve poliamid 12 çeşitleri ile de birçok endüstriyel sektörde kullanılmaktadır [10].

Genellikle naylon olarak adlandırılan poliamidler; yüksek dayanıma, iyi kimyasal ve elektriksel özelliklere sahip ve amid bağları tarafından bağlanmış monomerler ile yarı kristalin bir termoplastik malzemedir. Yarı kristalin yapıdaki bu malzemeler yüksek ergime sıcaklığına ve sıcaklık artışıyla sertliğini koruma özelliğine sahiptirler. Şekil 1.1.'de PA malzemesinin kimyasal yapısını göstermektedir.



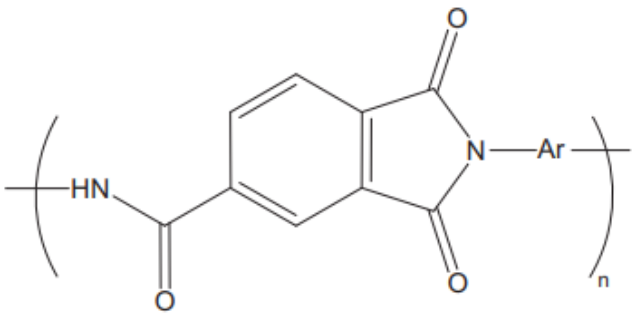
Şekil 1.1. Poliamid Yapısı

1.3. Poliimidler

Yüksek termal ve mekanik özellikleriyle beraber düşük dielektrik sabitleri ve mükemmel kimyasal dirençlere sahip olan poliimidler; havacılık, elektronik, mikroelektronik ve enerji alanlarında yaygın olarak kullanılan yüksek performanslı polimerler sınıfındadırlar [11].
Aromatik poliimidler düşük termal genleşme katsayısın (CTE), yüksek camsı geçiş sıcaklığına (Tg), iyi termal stabiliteye ve yüksek mekanik dayanıma sahip polimerik malzemeler olsalar bile yüksek rijit yapıları sebebiyle işlenmeleri oldukça zordur.

1.4. Poli(amid-imid)ler

Poli(amid imid)ler (PAI'ler) ilk olarak 1955'te DuPont'ta geliştirildi. 1960'ların başında Torlon ticari adı altında Standard Oil of Indiana'dan (Amoco; şimdi Solvay Advanced Polymers) ticari olarak temin edilebilir hale geldiler [12].
Yapılar Şekil 1.2'de gösterilmiştir. Poliamid/imid (PAI) en yaygın ve en önemli bağlayıcı ve kaplama malzemelerinden biridir. PAI'ler, 275 ^{o}C civarında Tg değeri, yüksek tokluk değerine ve kürlendiklerinde çok yüksek termal kararlılığa sahiptirler. Şekil 1.2.'de PAI malzemesinin kimyasal yapısını göstermektedir.



Şekil 1.2. Poli(amid-imid) Yapısı

1.4.1 Poli(amid-imid)lerin Özellikleri

Poli(amid-imid)ler; mükemmel mukavemet ve sertliğe, aşınma direncine ve sürtünme özelliklerine sahiptirler. Eriyik işlenebilirliği, olağanüstü yüksek ısı kapasitesi ve geniş kimyasal direnç gibi hem poliamidlerden hem de poliimidlerden gelen özelliklerin bir kombinasyonunu içeren üstün özellikli bir polimerdir.

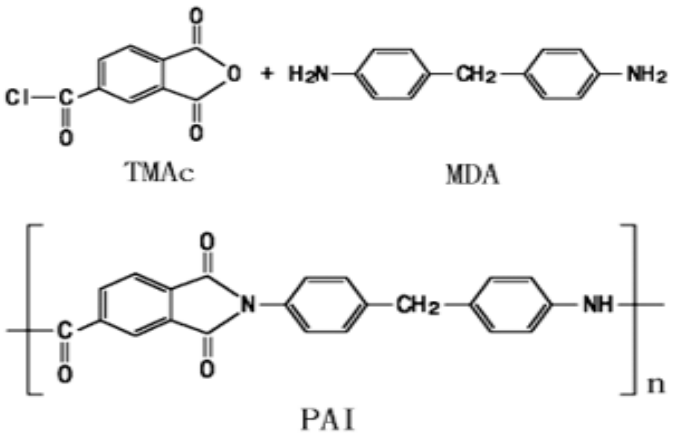
Polimer ana zincirinde amid ve imid grupları içeren poli(amid-imid)ler, çözünürlüğü ve eriyik işlenebilirliği geliştirebilir ve iyi termal ve mekanik özellikler gibi arzu edilen üstün kalıtsal özelliklere sahiptirler.

PAI'ler, mükemmel sürünme direnci ile herhangi bir takviyesiz polimerin en yüksek mukavemetine sahiptir [13]. Bu polimerler ayrıca doğal olarak alev geciktiricidir ve iyi kimyasal dirence sahiptir. Hatta, çoğu seyreltik asit, baz ve çoğu organik solventlere karşı da dirençlidirler.

1.4.2 Poli(amid-imid)lerin Sentez Yöntemleri

1.4.2.1. Asit Klorür ile poli(amid-imid)lerin sentezi

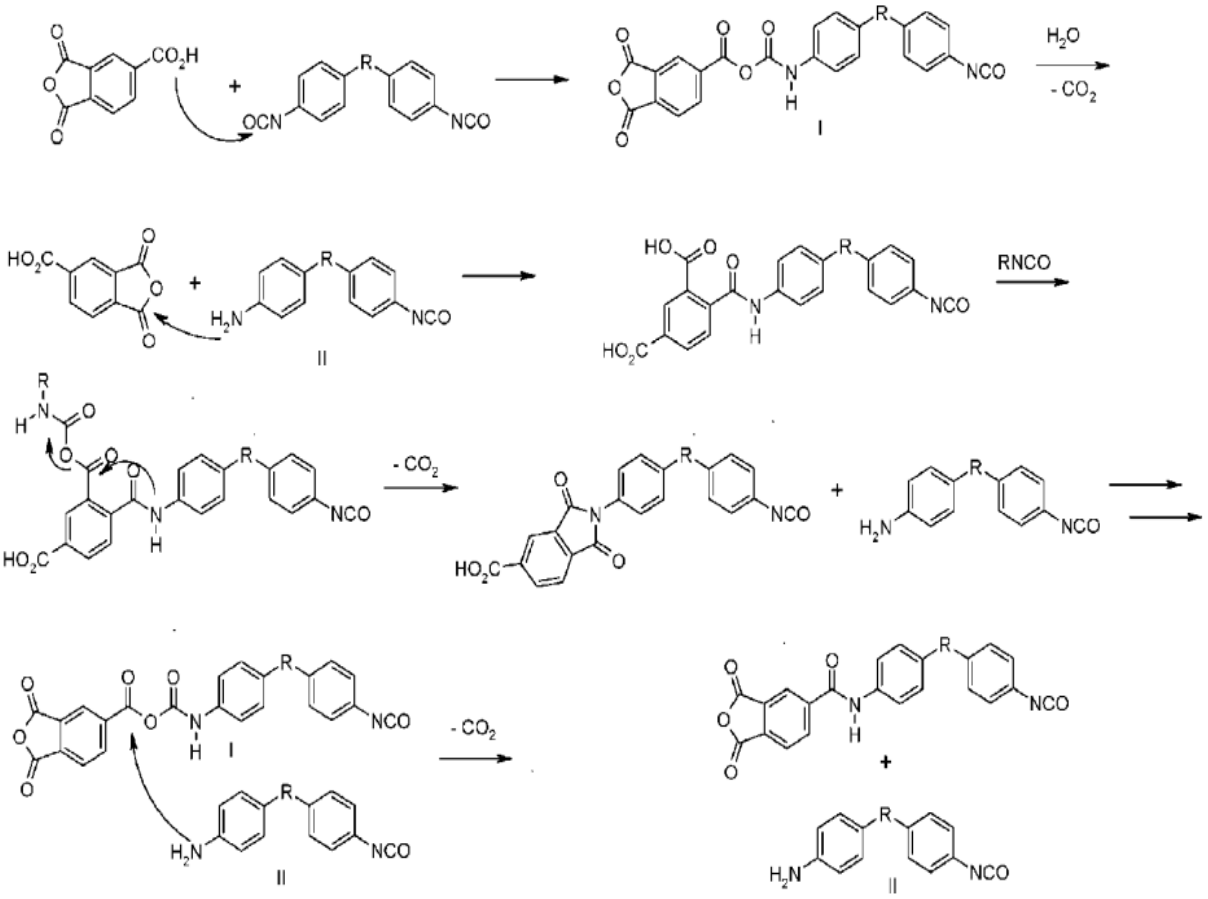
Poli(amid imid)lere giden en kolay yol, aromatik bir diamin olan metilen diamin (MDA) ve trimellitik asit klorür (TMAC) gibi bileşenlerin yoğunlaştırılması işlemidir. Anhidritin diamin ile reaksiyonu sonucunda bir ara ürün olan amik asit oluşur. Asit klorür işlevselliği, aromatik amin ile reaksiyona girerek amid bağları ve hidroklorik asit (HCl) gibi yan ürünlerin meydana gelmesine yol açar. Poli(amid imid)lerin ticari üretiminde polimerizasyon işlemi, N-metilpirolidon (NMP), dimetilasetamid (DMA_C), dimetilformamid (DMF) veya dimetilsülfoksit (DMSO) gibi dipolar, aprotik çözücülerde 20-60°C arasındaki sıcaklıklarda gerçekleştirilir. Oluşan yan ürün olan HCl, etkili bir şekilde nötralize edilmeli veya çökeltilmiş polimerden yıkanarak uzaklaştırılmalıdır. Poliamid polimerin daha fazla ısıl işleme tabi tutulması, moleküler ağırlığın artmasına yol açar ve amik asit gruplarının suyun ayrışmasıyla imidlerin oluşumuna sebep olur (Şekil 1.3.) [14].



Şekil 1.3. Poli(amid-imid)lerin Asit Klorür Yöntemiyle Sentezi

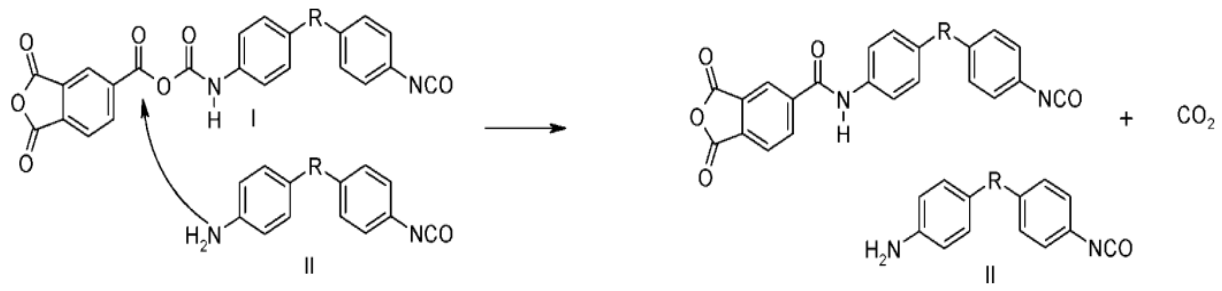
1.4.2.2. Diizosiyanat kullanılarak poli(amid-imid)lerin sentezi

Bu yöntem günümüzde tel emayeler için PAI reçinelerinin yapımında en yaygın yoldur. Bir poliizosiyanat, tercihen bir diizosiyanat, bir NMP/aromatik hidrokarbon solventi içerisinde TMA ile ısıtılır. Dikkatli ısıtma, viskozite oluşumundan önce karbondioksit oluşumuna izin verir. Reaksiyon çoğunlukla sırasıyla asit veya esteri oluşturmak için su veya alkollü solventin eklenmesiyle sonlandırılır. PAI oluşumuna yönelik olası bir mekanizma Şekil 1.4.'te gösterilmektedir [15] [16].



Şekil 1.4. Diizosiyanat yöntemi ile PAI sentezi

İmid, ikinci bir izosiyanat grubunun yardımıyla halka kapalıdır. PAI reaksiyonunun düşük sıcaklıkta olmasına rağmen, TMA ve diizosiyanatın reaksiyonu sırasında imid oluşumunun esasen tamamlandığını belirtmek ilginçtir. Şekil 1.5., amid oluşumu için olası bir reaksiyon mekanizmasını göstermektedir.



Şekil 1.5. Amid Oluşumu

S. Terney, ve arkadaşlarının[17] yaptığı bir çalışmaya göre, difenilmetan diizosiyanat ve trimellitik anhidrit kullanılarak N-metilpirolidon ortamında poli(amid-imid)lerin yeni bir hazırlık yöntemi tanımlanmıştır. Trimellitik anhidritin kısmi olarak, maleopimarik asit, tereftalik asit veya çeşitli dianhidritlerle yer değiştirmesi, çözeltinin stabilitesi ve termal özelliklerinin yapı ile ilişkilendirilmesine izin vermiştir. Isı direnci, poli(amid imid)in imid içeriği arttıkça artmıştır. Hemen hemen tüm çözeltiler, oda sıcaklığında depolandıkça viskozitelerinde artış göstermiştir. En az stabil çözeltiler, %50-%50 amid-imid oranından en çok sapmış olanlardı. Bununla birlikte, viskozite değişiklikleri, modifiye edici bileşenin türüne biraz bağlıdır. Örneğin, %10 PMDA (piromellitik anhidrit) veya BPDA (benzofenon tetrakarboksilik asit dihidriti) ile değiştirilmiş poli(amid-imid)ler, %10 (siklopentan tetrakarboksilik asit dihidriti) CPDA veya THFDA (tetrahidrofur-2,3,4,5-tetrakarboksilik asit dihidriti) ile modifiye edilmişlerden daha az stabil olmuştur. Fazla reaktif ve mono fonksiyonlu zincir durdurucunun kullanımı, çözeltinin stabilitesini kontrol etme yöntemi olarak araştırılmıştır.

1.4.3 Poli(amid-imid)lerin Uygulama Alanları

Poli(amid-imid)ler, savunma sanayisinde kritik bir rol oynarlar ve çeşitli önemli uygulama alanlarına sahiptirler. Bu polimerlerin üstün özellikleri, özellikle dayanıklılık, termal stabilite ve kimyasal direnç gibi faktörler, savunma sektöründe tercih edilmelerini sağlar. Poli(amid-imid)ler, hafifliği ve yüksek sıcaklık dayanıklılığı sayesinde uçak gövdeleri ve kanatlarında, motor parçaları, pervaneler ve uzay araçları için ideal bir malzemedir. Bu uygulamalarda, malzemenin dayanıklılığı ve termal stabilitesi kritik öneme sahiptir[18].

Savunma sanayiindeki uçaklarda, özellikle savaş uçaklarında, poli(amid-imid) malzemeden üretilmiş parçalar vazgeçilmezdir. Bu özel parçalar, yüksek sıcaklıklara, yoğun sürtünmeye ve kimyasal etkilere karşı yüksek dayanıklılık sergilemelidir. Savaş uçakları genellikle son derece yüksek hızlarda seyir halinde bulunurken, bu durum sürtünmeye bağlı olarak yüksek sıcaklıklara yol açabilir. İşte burada poli(amid imid) reçinelerinin üstün özellikleri devreye girer. Bu reçineler, zorlu koşullara karşı koyabilme kapasiteleriyle dikkat çekerler. Poli(amid imid) malzemeleri, aşırı sıcaklıklara dayanıklılıkları ile öne çıkarlar ve ayrıca aşınma, darbe ve kimyasal etkilere karşı da son derece dayanıklıdırlar. Bu nedenle, savunma sanayiinde, özellikle de uçaklarda, bu tür parçaların kullanılması kaçınılmazdır. Bu parçalar, uçakların güvenliği ve dayanıklılığı için kritik öneme sahiptir [19].

Savaş uçaklarının hafif olması, performansları açısından kritik bir faktördür. Poli(amid-imid) reçineleri, yüksek mukavemetleriyle birlikte göreceli olarak hafif malzemelerdir. Bu da uçakların taşıma kapasitesini artırabilir. Ayrıca, uçaklarda elektriksel izolasyon sağlamak son derece önemlidir ve poli(amid imid) reçineleri, yüksek dielektrik dayanıklılıklarıyla bu ihtiyacı karşılayabilirler.

Savaş uçakları bazen yüksek radyasyon seviyelerine maruz kalabilir. Poli(amid-imid) reçineleri, bu tür zorlu ortamlara dayanabilirler. Ayrıca, poliamid imid malzeme, yüksek sıcaklıklara dayanabilme özelliği sayesinde roket motorları ve jet motorları gibi savunma sanayiindeki termal uygulamalarda yaygın olarak kullanılır. Füzeler, yüksek sıcaklık ve aerodinamik streslere maruz kalır ve poli(amid-imid) reçineleri, bu tür zorlu koşullara dayanabilme kabiliyetiyle füze teknolojisinin vazgeçilmez bir malzemesidir.

Bu özellikler, poli(amid-imid) reçinelerinin savunma sanayindeki kritik rolünü belirler. Bu özel malzemeler, endüstriyel uygulamalarda önemli bir yere sahiptirler ve savunma sanayindeki çeşitli alanlarda başarıyla kullanılmaktadırlar [20][21].

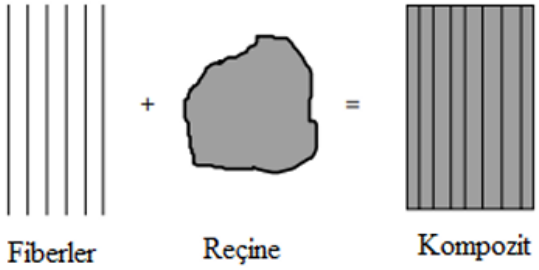
Tüm bu kullanım alanları dışında, tıpta, kimya endüstrisinde, elektrik jeneratörlerinde ve otomotiv sektöründe de kullanılırlar [22-24].

1.5. Kompozit Malzemeler

Kompozit malzemelerin sınıflandırılmasında, yapılarında çok çeşitli malzemeler kullanılabileceği gerekçesiyle net sınırlar yoktur. Buna rağmen takviye ve matris elemanlarına göre iki ana grup altında incelenebilmektedir.

Yapıları oluşturan ana malzemenin (matris) cinsine göre polimer kompozitler, seramik

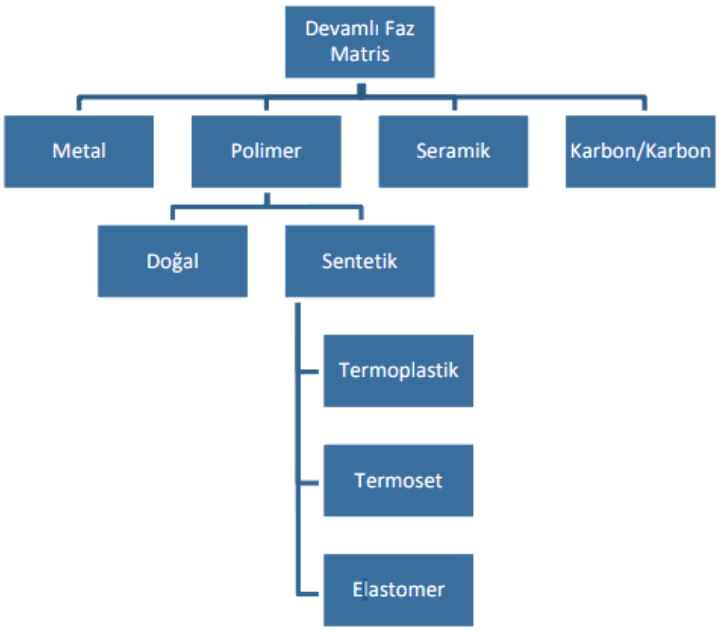
kompozitler, metalik kompozitler vb. şeklinde sınıflandırılabileceği gibi takviye elemanlarının biçimlerine göre fiber takviyeli kompozitler, parçacık takviyeli kompozitler, tabaka yapılı kompozitler, dolgulu "kafes" kompozit malzemeler şeklinde de sınıflandırma yapılabilmektedir [25-27]. Kompozit malzemelerin en genel yapısı Şekil 1.6.'da gösterilmektedir.



Şekil 1.6. Kompozit Malzemenin Yapısı

1.5.1 Matris Malzemesine Göre Kompozitlerin Sınıflandırılması

Kompozitler, matris olarak kullanılacak malzemelere göre çoğunlukla; polimer matris kompozitler (PMC'ler), seramik matris kompozitler (CMC'ler), metal matris kompozitler (MMC'ler) ve karbon / karbon kompozitler (CCC'ler) olarak 4 gruba ayrılmaktadır.



Şekil 1.7. Matris Malzemesine Göre Kompozitler

1.5.1.1 Metal Matrisli Kompozit Malzemeler

Metal matrisli kompozitler, belirli özellikleri karşılamak için en az biri metal olan iki veya daha fazla farklı malzemenin sistematik bir şekilde birleştirilmesi yoluyla elde edilebilen malzemelerdir. Metal matrisli kompozitler üç kategoriye ayrılır: partikül takviyeli, kısa lif takviyeli ve sürekli lif takviyeli kompozitler.

Metal matris yüksek tokluk ve dayanım sağlar. MMK'yi oluşturan metal matrislerin ısıl kararlılıkları ve yüksek sıcaklık özellikleri oldukça iyidir. Çoğu ortamda korozyon dayanımları da oldukça yüksektir [25].

1.5.1.2 Seramik Matrisli Kompozit Malzemeler

Seramik matrisli kompozit malzemeler, farklı bir fazın seramik bir matris içine gömülü olduğu malzemelerdir. Seramik malzemelerin; yüksek mukavemet, sıcaklık stabilitesi ve sertlik gibi üstün özelliklerini, takviye fazının özelliklerine bağlı olarak ise kendi kendini iyileştirme, tokluk veya işlevsellik gibi özelliklerle birleştirir. Seramik matris kompozitler (SMK), mükemmel mekanik ve fiziksel özellikleri nedeniyle, malzeme uygulamalarındaki zorlukları ve güçlü gereksinimleri karşılamak için nakliye ve enerji gibi çeşitli stratejik alanlarda zorlu yapısal malzemeler geliştirmek için en iyi potansiyel adaylardan biridir. Bu yapılar; otomotiv, haberleşme, savunma, uzay ve havacılık, tıp, kimya ve diğer birçok alanda kullanılan çok çeşitli malzemelerden oluşur [25].

1.5.1.3 Polimer Matrisli Kompozit Malzemeler

Polimer matrisli kompozitler; başta mühendislik yapı malzemeleri olmak üzere sıklıkla kullanılmaktadır. Polimer matrisler; çoğu zaman petrokimyasal esaslıdırlar ve korozyona karşı oldukça dirençli olmaları sebebiyle uzun süre kullanmak için oldukça uygun malzemelerdir. Bu grup çoğunlukla termoset ve termoplastik matrisli kompozitler olmak üzere iki başlık altında sınıflandırılabilmektedir.

Polimerler birbirlerinden farklı özelliklere sahiptirler. Dolayısıyla matris malzemesi olarak kullanılabilirliği bu spesifik özelliklerine göre belirlenmektedir. Polimerlerin termoplastik veya termoset olması durumu, üretim yöntemlerinin yanı sıra elde edilecek kompozit malzemenin özelliklerini de belirlemektedir. Polimer matrisli kompozit malzemelerin özellikleri, sıcaklığa, zamana ve çevresel koşullara bağlıdır. Polimer matrisli kompozit

malzemelerin çoğunlukla metallere veya seramiklere kıyasla daha düşük işlem sıcaklıklarına sahip oldukları bilinmektedir [25][27].

1.5.1.3.1 Polimer Matrisli Kompozit Üretim Yöntemleri

Polimer kompozit malzemeler, kullanılacak olan hammaddenin cinsine, elde edilecek ürünün özelliklerine, kullanım yerlerine, üretim hızı ve hacmine bağlı olarak çeşitli tekniklerle üretilebilirler. Ayrıca belirlenen yöntem ile takviye malzemesinin matris içerisindeki yönelimi de üretilen kompozit malzemenin özelliklerini belirler. Bununla birlikte, kullanılacak olan takviye malzemesinin matris içerisindeki yönelimi ve miktarı da kompozit malzemenin üretim yöntemine bağlıdır [25][27].

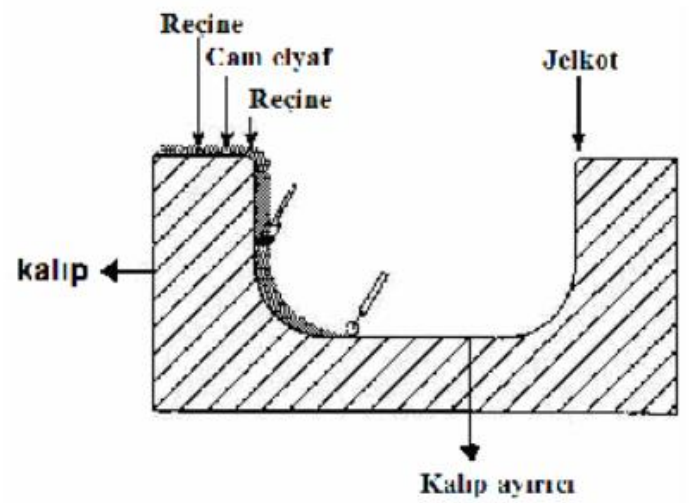
1.5.1.3.1.1 Eriyik Harmanlama Yöntemi

Kompaund hazırlama olarak da adlandırılan eriyik harmanlama yönteminde en yaygın araç ekstruderlerdir. Bu yöntem genellikle çift vidalı ekstruderler kullanılarak uygulanır. Bu yöntemde, termoplastik malzemeler matris olarak kullanılırken, çeşitli inorganik dolgular ve kırpılmış elyaflar takviye olarak kullanılır. Proses sırasında, takviye malzemesinin matris içinde nasıl dağıldığı malzemenin özelliklerini önemli ölçüde etkilediğinden, ekstrüdere ait vidanın tasarımı, proses sıcaklıkları, vida dönüş hızı, besleme hızı ve malzemenin makine içinde kalma süresi gibi parametreler dikkate alınmalıdır. Özellikle elyaf takviyeli malzemeler incelendiğinde, yüksek devir ve yoğurucu blok segmentlerin sık olduğu vida kullanımı, elyafın ekstrüzyona besleme kısmına yakın bir bölgeden girişi, işlem sırasında elyafları parçalayarak boyunu azaltması sebebiyle mekanik özelliklerin düşmesine neden olabilmektedir [28].

1.5.1.3.1.2 Elle Yatırma Yöntemi

El yatırma yöntemi, karmaşık alet ve ekipman gerektiren eski ve basit bir üretim yöntemidir. İş gücünün yüksek olduğu, karmaşık alet ve ekipmanların kullanılmadığı kompozit üretim tekniklerinden birdir. Bu teknik, genellikle cam elyaflardan yapılmış kalıplarda kullanılır ve yüzeyi iyice parlatılan kalıp yüzeyine poli(vinil asetat), sıvı parafin gibi kalıp ayırıcı malzemeler uygulanır. Bu malzemeler, parçanın kalıptan kolayca çıkarılmasını sağlar. Nihai ürünün yüzey görünümünü ve özelliklerini belirlemek için jelkot uygulandıktan sonra

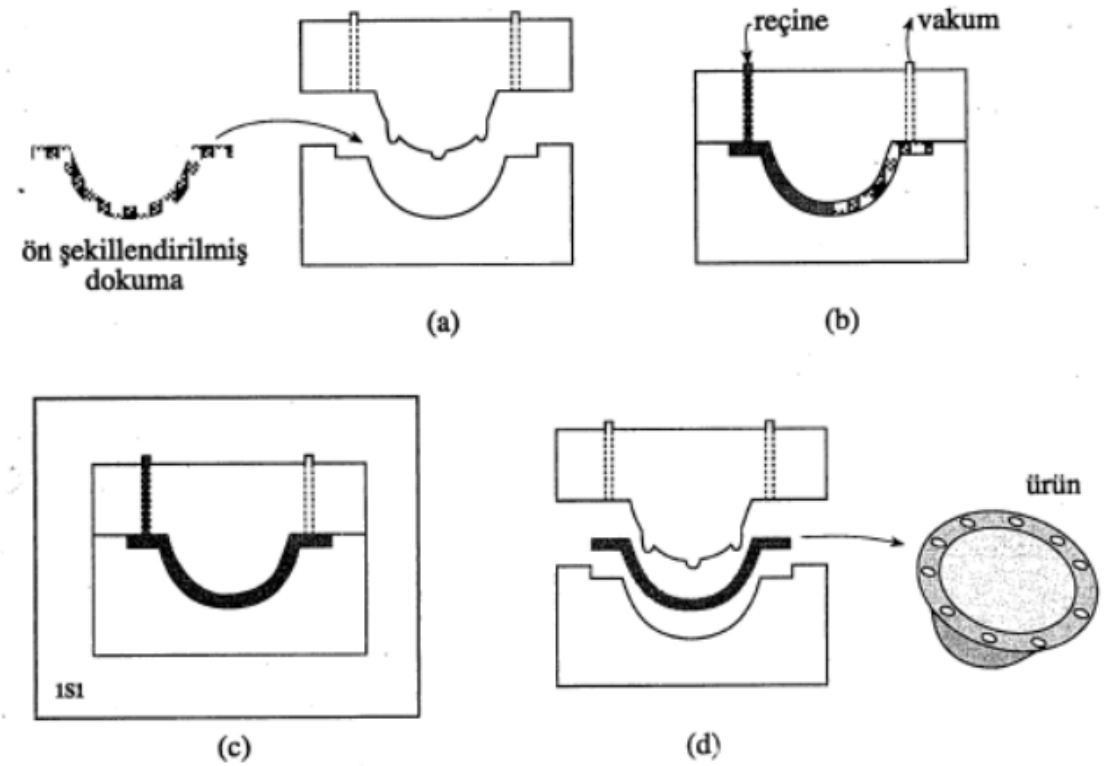
kuruması beklenir. Kuruyan jelkot üzerine kullanılacak elyaflar yerleştirilir ve rulo yardımı ile reçine malzemesi elyaf içerisine hava boşluğu kalmayacak şekilde emdirilir. Ürün, kalınlığına ve istenilen mekanik özelliklere göre diğer katmanlara da aynı teknikler uygulanır. Ürün, uygun sertleştiricilerin yardımıyla oda sıcaklığında veya fırınlarda belirli sıcaklıklarda kürlenir ve ardından kalıptan çıkarılır [26][28].



Şekil 1.8. Elle Yatırma Yöntemi

1.5.1.3.1.3 Reçine Transfer Kalıplama Yöntemi

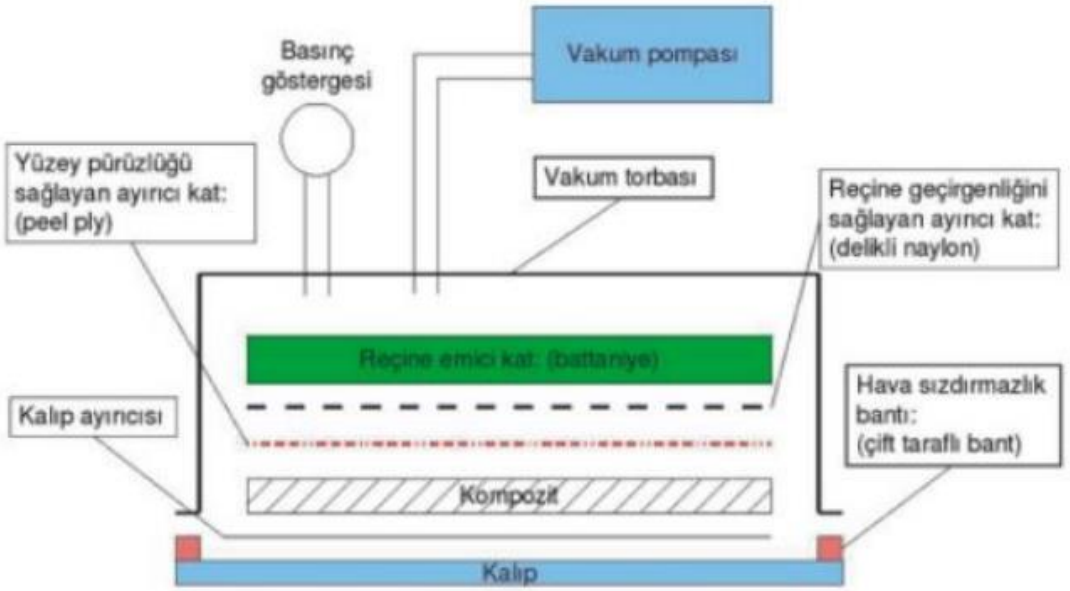
Bu yöntemde kalıp iki parça şeklindedir. Takviye malzemesi olarak, önceden bir bağlayıcı yardımıyla şekillendirilmiş elyaf malzemeleri kullanılır. Takviye malzemesi kalıba yerleştirildikten ve kalıp kapatıldıktan sonra belirli bir basınç altında reçine malzemesi kalıba enjekte edilir. Bu aşamada, kalıp içinde mevcut olan elyaf malzemesinin süreç boyunca konumunu değiştirmemesi için enjeksiyon hızı ve basıncı düşük seviyelerde tutulur. Kalıp içerisinde kalabilecek hava kabarcıkları mekanik özellikleri olumsuz yönde etkileyeceği için genellikle vakum uygulanır. İki parçalı kalıp kullanılmasından dolayı el yatırma tekniğine göre daha karmaşık yapılı parçaların daha düzgün yüzey özelliklerinde üretilmesine imkân sağlar [26-28].



Şekil 1.9. Reçine transfer kalıplama yöntemi ile kompozit üretimi. a) ön şekillendirilmiş dokumanın kalıba alımı b) kalıba reçine gönderilmesi c) sertleştirme d) kalıptan ürünün alınması

1.5.1.3.1.4 Vakum Torbalama Yöntemi

Tek parçalı kalıpların kullanıldığı bu yöntemde, öncelikle kalıp ayırıcı olarak kullanılan mum veya plastik film gibi malzemeler kalıp yüzeyine sürülür. Daha sonra prepreg olarak bilinen reçine emdirilmiş keçe veya diğer çeşitli sürekli elyaflardan oluşan malzeme kalıp içine kesilir ve tasarlanan kalınlık ve boyutlarda uygulanır. Daha sonra, proses sırasında oluşabilecek ve malzeme içerisinde kalmaması istenen gaz, hava kabarcığı gibi uçucu bileşenlerin geçişine izin verebilecek özelliğe sahip absorplayıcı dokuma tabakası bu katman üzerine uygulanır. Son olarak, polimerik film tüm sistemi kaplar ve kalıp ısıtılır ve basınçla sıkıştırılan sistemde reçine kürlenir. Bu yöntem, 1 atm'den daha yüksek basıncın uygulanabildiği otoklav sistemleri de kullanarak içeride kalması muhtemel hava kabarcıklarının azaltılmasına yardımcı olması mümkündür. Bu özelliği ile el yatırması yöntemine göre daha avantajlıdır [26][28].



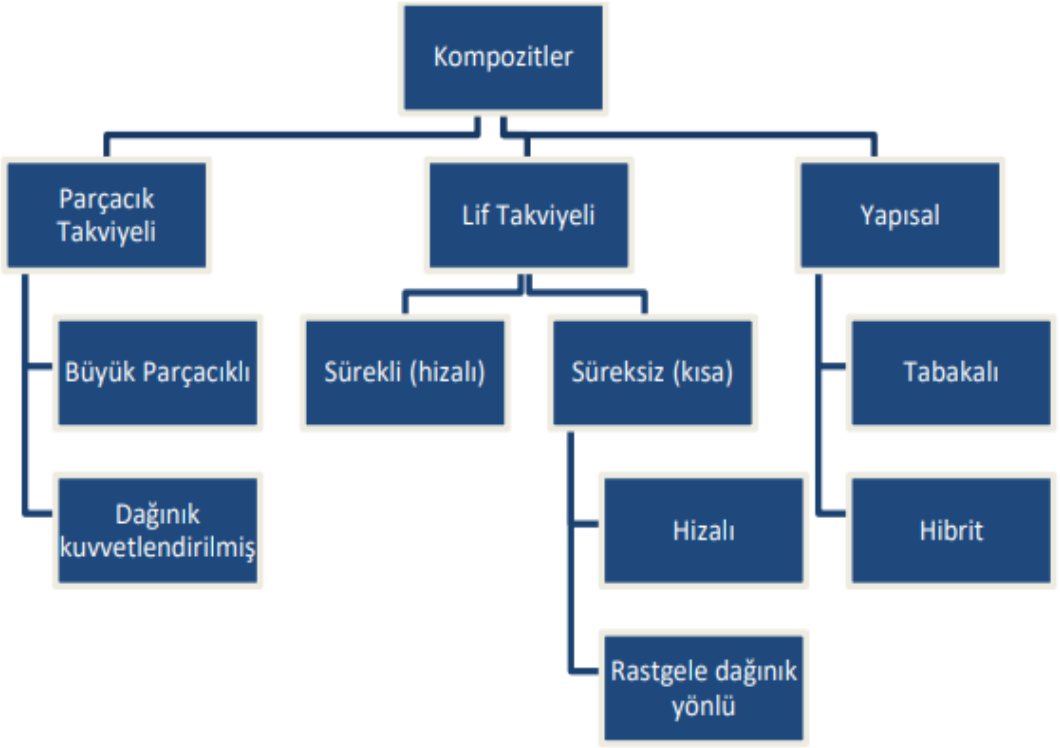
Şekil 1.10. Vakum torbalama yöntemi ile kompozit üretimi

1.5.1.3.1.4.1 Prepreg Hazırlama

Prepreg, belirli miktarda reçine emdirilmiş liflerden oluşan kürlemeye hazır bir üründür. Prepregler, 3 ile 50 inç arasında standart genişliklerde bulunurlar (76 ila 1270 mm). Polimer matrisin termoplastik mi yoksa termoset mi olduğuna bağlı olarak, prepreg oda sıcaklığında veya buzdolabında saklanırlar. Kompozit yapılar, prepreglerin manuel veya mekanik olarak farklı yönlerde serimi yoluyla elde edilirler. Daha sonra yüksek basınç ve sıcaklıklar altında vakum torbalama ve kürleme işlemi kullanılarak parça üretimi gerçekleştirilir [29].

1.6. Takviye Elemanlarına Göre Kompozit Malzemelerin Sınıflandırılması

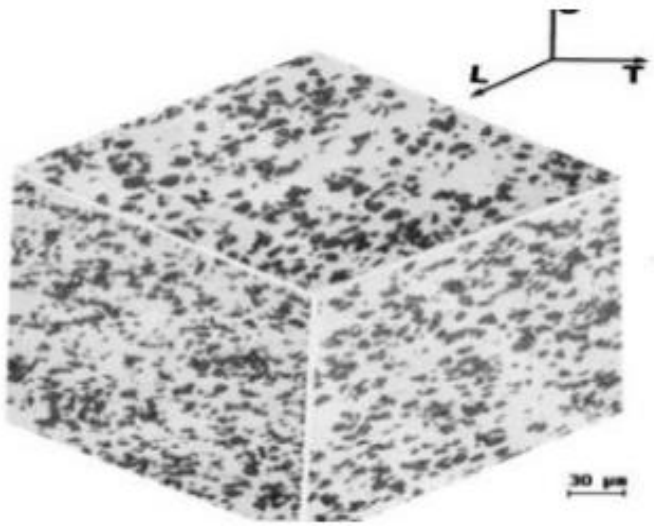
Takviye elemanlarına göre kompozit malzemeler; lif takviyeli kompozitler, parçacıklı kompozitler ve tabakalı kompozitler olarak 3 gruba ayrılmaktadır.



Şekil 1.11. Takviye Elemanlarına Göre Kompozit Malzemelerin Sınıflandırılması

1.6.1 Parçacık Takviyeli Kompozit Malzemeler

Parçacık takviyeli kompozitler, bir veya daha fazla bileşenin farklı bir malzemenin matrisine süspanse edilmesiyle elde edilen bir kompozit malzeme sınıfıdır. Bu kompozitlerdeki parçacıklar veya matris malzemesi, mineral veya mineralize olmamış bir karışım da olabilmektedir. Takviye dolgu maddeleri, çekme dayanımı veya modül gibi mekanik özelliklerin geliştirilmesini, büzülmeyi geriye çekmeyi ve sertliği artırmayı sağlar. Takviye dolgu maddeleri çoğunlukla sürünme davranışını da geliştirebilmektedir. Kompozit malzemedeki parçacıklar, takviye elemanının özelliklerini ve boyutlarını, kompozit malzemeye olan katkısını belirlemede oldukça önemli bir faktördür. Parçacıklar, kompozit malzemede mekanik özellikleri arttırmak için kullanılıyor gibi gözükse de asıl ve en önemli amacı maliyeti azaltmak olarak tercih edilmektedir [25].



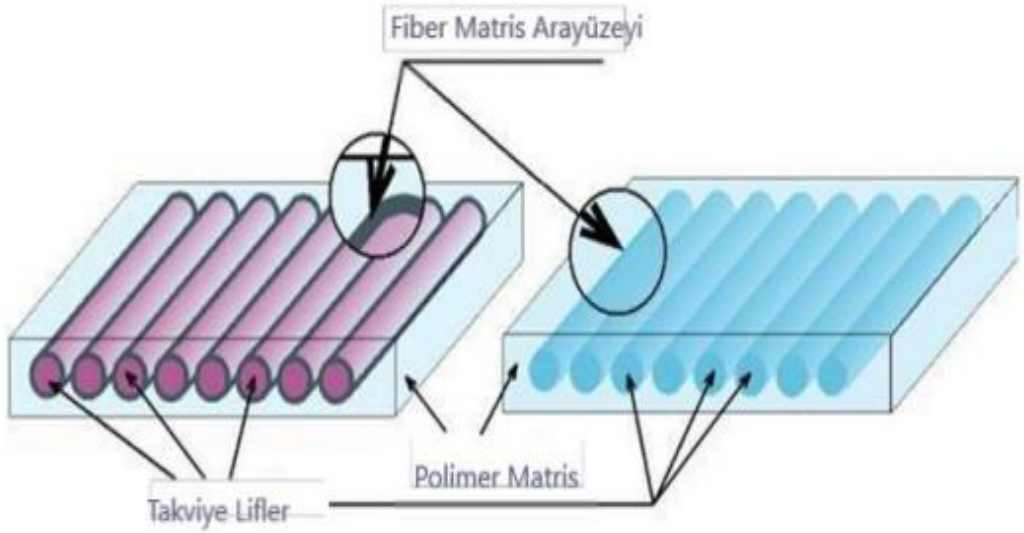
Şekil 1.12. Parçacık Takviyeli Kompozit

1.6.1.1 Lif Takviyeli Kompozit Malzemeler

Kompozit malzeme türlerinde en fazla kullanılan malzeme grubudur. Bu grup, elyafların matriste yer almasıyla oluşur. Bu kompozit türünde, yumuşak ve sünek bir matris içerisine, elastikliği yüksek, sert ve dayanıklı lifler ilave edildiğinde özgül dayanım, özgül modül, çekme dayanımı, yorulma dayanımı gibi özellikler iyileştirilebilmektedir. Matris malzemesi, yumuşaklık ve tokluk özelliği sağlarken kuvveti liflere aktararak uygulanan yükün çoğunu lifler tarafından taşınması sağlanır.

Kompozit malzemenin dayanımına etki eden ana unsur, elyafların matris içerisindeki yerleşimidir. Ana malzeme içindeki uzun liflerin aynı yönde ve paralel olarak yerleştirilmesi, bu yönde yüksek dayanım sağlar. Ancak, lifler dik yönde yerleştirildiğinde, dayanım düşer. İki boyutlu yerleştirilen lif takviyelerinde ise ana malzemede eşit dağılmış kısa liflerle izotrop bir yapı oluşturulmaktadır ve her iki yönde de eşit dayanım elde edilmektedir. Liflerin dayanımı da kompozit malzemenin yapısını etkileyen önemli unsurlardandır. Liflerin uzunluk/çap oranlarının artmasıyla birlikte ana malzeme tarafından liflere iletilen yük miktarını da arttırmaktadır. Lif yapısının kusursuzluğu da dayanımı etkileyen önemli bir unsurdur. Dayanımı etkileyen diğer bir etken ise lif ile ana malzeme arasındaki bağın yapısıdır. Ana malzeme olan matrisin boşluklu bir yapısı var ise elyaflarla temas azalacağından, bu durum çatlama direncini de etkiler. Çünkü aradaki bu temas arttıkça matrisin çatlama direnci de artar. Lifler, Şekil 1.13.'de gösterildiği gibi matris

malzemelerine dahil edilmeleri için küçük kesit boyutlarına sahiptir. Bu kompozitlerde takviye malzemeleri; bor elyafları, tungsten elyafları, cam elyafları, karbon elyafları, grafit elyafları, silika elyafları, berilyum elyafları, kevlar elyafları gibi farklı elyaf çeşitlerinden meydana gelmektedir. Sürekli lif takviyeli kompozitler, büyük lifler içeren kompozitlerdir, küçük lifler içeren kompozitler ise süreksiz lif takviyeli kompozitler olarak adlandırılmaktadır [25][28].

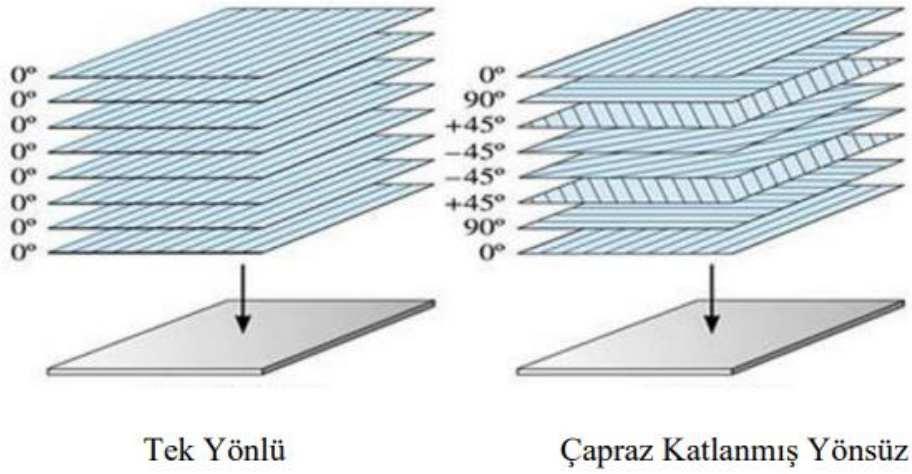


Şekil 1.13. Lif Takviyeli Kompozit

1.6.1.2 Tabakalı Kompozit Malzemeler

Tabakalı kompozitler, birbirlerinden farklı minimum iki malzemenin katmanlarını içermektedir. Bu malzemeler birbirleriyle tamamen kaynaşmış durumdadırlar. Elde edilen kompozit malzemeler, Tokluk, hafiflik, yüksek mukavemet, iyi ısı yalıtımı, yüksek aşınma direnci gibi farklı özelliklere sahip olurlar. Farklı yönlenmelere sahip liflerle elde edilen tabakaların birleşimi ile mükemmel mukavemet değerlerine sahip olunabilmektedir. Bu gruptaki kompozitler, yaygın kullanım alanları en çok kullanılan kompozit türüdür. Ayrıca, Isıya, neme, sıcaklığa ve çevresel dirençlere karşı da oldukça dayanıklıdırlar.

Metallerle kıyaslandığında, çok daha hafif ve mukavim olmaları sebebiyle tercih edilmektedirler. Diğer kompozitlere kıyasla da oldukça yüksek dayanımlı ve düşük maliyetlidirler. Ayrıca aşınmaya karşı dirençli ve yüksek ısıl genleşme özelliklerine sahip oldukları bilinmektedir [25].



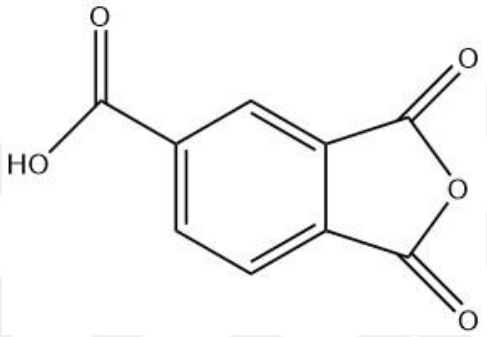
Şekil 1.14. Tek Yönlü ve Çapraz Katlanmış Yönsüz Katmanlı Kompozit Yapıları

2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

2.1. Deneyde Kullanılan Malzemeler

2.1.1 Trimellitik Anhidrit (TMA)

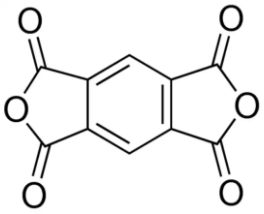
Trimellitik anhidrit, C_9 H_4 O_5 formülüne sahip organik bir bileşiktir. Trimellitik asidin siklik anhidritidir. Bileşik, renksiz ila beyaz bir katıdır. Molekül ağırlığı 192,1251 g/mol'dür ve erime sıcaklığı 165 °C'dir [30]. Şekil 2.1.'de TMA yapısı gösterilmektedir.



Şekil 2.1 TMA Yapısı

2.1.2 Piromellitik Dianhidrit (PMDA)

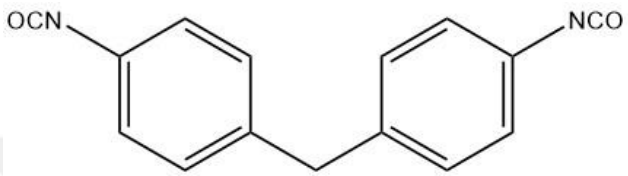
Piromellitik dianhidrit (PMDA), $C_6H_2(C_2O_3)_2$ formülüne sahip organik bir bileşiktir. Kapton gibi poliimid polimerlerin hazırlanmasında kullanılan çift karboksilik asit anhidrittir. Beyaz, higroskopik bir katıdır. Bir hidrat oluşturur. Molekül ağırlığı 218,120 g/mol'dür ve erime sıcaklığı 283-286 °C aralığındadır [31]. Şekil 2.2.'de PMDA yapısı gösterilmektedir.



Şekil 2.2 PMDA Yapısı

2.1.3 4,4′-Metilen difenil diizosiyanat (MDI)

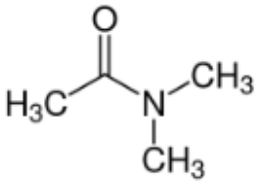
Metilen difenil diizosiyanat (MDI), aromatik bir diizosiyanattır. Halkaların etrafındaki izosiyanat gruplarının konumlarına göre değişen üç izomer yaygındır: 2,2′-MDI, 2,4′-MDI ve 4,4′-MDI. 4,4' izomeri en yaygın olarak kullanılır ve aynı zamanda 4,4'-difenilmetan diizosiyanat olarak da bilinir. Bu izomer aynı zamanda Saf MDI olarak da bilinir. Molekül formülü $C_{15}H_{10}N_2O_2$, molekül ağırlığı 250,25 g/mol, erime sıcaklığı ise 40 ^oC'dir [32]. Şekil 2.3.'de MDI yapısı gösterilmektedir.



Şekil 2.3 MDI Yapısı

2.1.4 Dimetilasetamid (DMAc)

Dimetilasetamid (DMAc veya DMA), C_4H_9NO formülüne sahip organik bileşiktir. Bu renksiz, suyla karışabilen, yüksek kaynama noktalı sıvı, organik sentezde polar çözücü olarak yaygın olarak kullanılır. DMA, alifatik hidrokarbonlarda az çözünür olmasına rağmen, diğer çözücülerin çoğuyla karışabilir. 0,937 g/cm^3 yoğunluğa sahip olup kaynama sıcaklığı 165 °C'dir [33]. Şekil 2.4.'de DMAc yapısı gösterilmektedir.

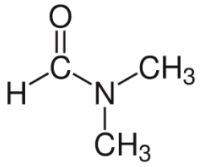


Şekil 2.4 DMAc Yapısı

2.1.5 Dimetilforamid (DMF)

Dimetilformamid, ya da kısaca DMF, C_3H_7NO formüllü bir organil çözücüdür. Su ve birçok organik madde ile karışabilen renksiz bir sıvıdır. Saf DMF kokusuzdur ancak ticarî tip DMF dimetilamine bozunmadan dolayı kötü bir kokuya sahip olabilir. Bozunma kalıntıları argon gibi inert gazlarla temizlenebilir. Adından da anlaşılacağı üzere dimetilformamid formik asitin amididir. DMF yüksek kaynama noktasına sahip polar

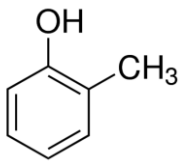
aprotik bir çözücüdür. 0,948 g/cm^3 yoğunluğa ve 152 ^{o}C kaynama sıcaklığına sahiptir [34]. Şekil 2.5.'de DMF yapısı gösterilmektedir.



Şekil 2.5 DMF Yapısı

2.1.6 o-Kresol

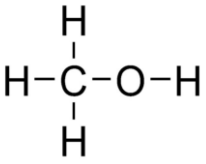
orto-Kresol (2-hidroksitoluen veya orto-Toluenol olarak da bilinen 2-metilfenol), C_7H_8O formülüne sahip organik bir bileşiktir. Diğer kimyasalların üretiminde yaygın olarak kullanılan renksiz bir katıdır. Fenolün bir türevidir ve p-kresol ve m-kresolün bir izomeridir. 1,0465 g/cm^3 yoğunluğa ve 191 ^{o}C kaynama sıcaklığına sahiptir [35]. Şekil 2.6.'da o-kresol yapısı gösterilmektedir.



Şekil 2.6 o-Kresol Yapısı

2.1.7 Metanol

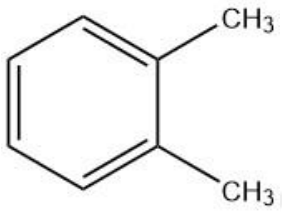
Metanol ya da metil alkol CH_4O molekül formülüne sahip en basit yapılı alkoldür. Geçmişte odunun damıtılması ile elde edildiğinden odun alkolü ya da odun ruhu denir. Günümüzde metanol, karbonmonoksit ile hidrojenin yüksek basınç altında yüksek sıcaklıklara maruz bırakılması ile üretilir. Renksiz, uçucu, hafif alkol kokulu, suyla tamamen karışan bir sıvıdır. Metanol, sıklıkla kullanılan iyi bir çözücü ve yakıttır. 32,04 g/mol molekül ağırlığına sahip olup 64,7 ^{o}C kaynama noktasıdır [36]. Şekil 2.7.'de metanol yapısı gösterilmektedir.



Şekil 2.7 Metanol Yapısı

2.1.8 Ksilen

Ksilen, benzene iki adet metil grubu bağlanmasıyla oluşan C_8 H_{10} molekül formülüne sahip organik bileşiktir. Orto ksilen, meta ksilen ve para ksilen olmak üzere üç çeşittir. Toluenle akraba sayılır. Uçucu organik bileşiklerdendir. Zehirli, kanserojen bir bileşiktir. Molekül ağırlığı 106,16 g/mol ve kaynama noktası ise 144 ^oC'dir [37]. Şekil 2.8.'de Ksilen yapısı gösterilmektedir.



Şekil 2.8 Ksilen Yapısı

2.2. Malzeme Üretimi

2.2.1. Değişen Oranlarda Trimellitik anhitrit (TMA) ve Piromelitik Dianhidrit (PMDA) Kullanılarak Sentezlenen Poli(amid-imid) Reçinelerinin Üretimi

Üretilen numunelerin kütlece bileşim oranları Tablo 2.1.'de gösterilmektedir. Bu oranlara göre hesaplamalar yapılmış ve aynı standartta deneyler gerçekleştirilmiştir. Poliamid imid üretim yöntemlerinden izosiyanat yöntemi kullanılarak reçineler üretilmiş ve bölüm 1.4.2.2'de bundan detaylı olarak bahsedilmiştir.

Reçine içerisine değişen oranlarda PMDA eklenmesiyle reçinelerin imidlik derecelerinin arttırılması hedeflenmektedir.

Tablo 2.1. Deneyde kullanılan malzemeler, kodları ve oranları

NUMUNE NO	NUMUNE KODU	TMA (%)	PMDA (%)	ÇÖZÜCÜ
DNY4	100TMA	100	0	DMAc
DNY15	90TMA	90	10	DMAc
DNY16	80TMA	80	20	DMAc
DNY18	70TMA	70	30	DMF
DNY19	60TMA	60	40	DMF
DNY20	50TMA	50	50	o-cresol
DNY21	40TMA	40	60	o-cresol
DNY22	20TMA	20	80	o-cresol
DNY23	0TMA	0	100	o-cresol

Stokiyometri hesabı denklem (1)'deki formülasyona göre yapılmıştır. Formüldeki "n" değeri mol sayısını, "m" değeri kütleyi ve "Ma" değeri ise mol ağırlığını ifade etmektedir. Bütün hesaplamalar TMA 40 gr alınarak yapılmıştır.

$$n = m/Ma \quad (1)$$

İlk olarak balona hesaplanan miktarlarda DMAc, metanol ve PMDA sırasıyla eklendi. İçerisine manyetik karıştırıcı eklenip çeker ocağına alınarak sıcaklık 55 ^{o}C'ye getirildi. İstenilen sıcaklığa ulaşınca PMDA 'nın tamamen çözünmesi için 2 saat bu sıcaklıkta bekletildi. Daha sonra içerisine tekrar hesaplanan miktarlarda DMAc, metanol ve TMA sırasıyla eklenerek aynı sıcaklıkta 1 saat daha beklendi.

Burada yapılan ester asit oluşturmaktır. Ester asit oluşturarak, poli(amid-imid)'leri düşük sıcaklıklarda sentezlemek hedeflenmiştir.

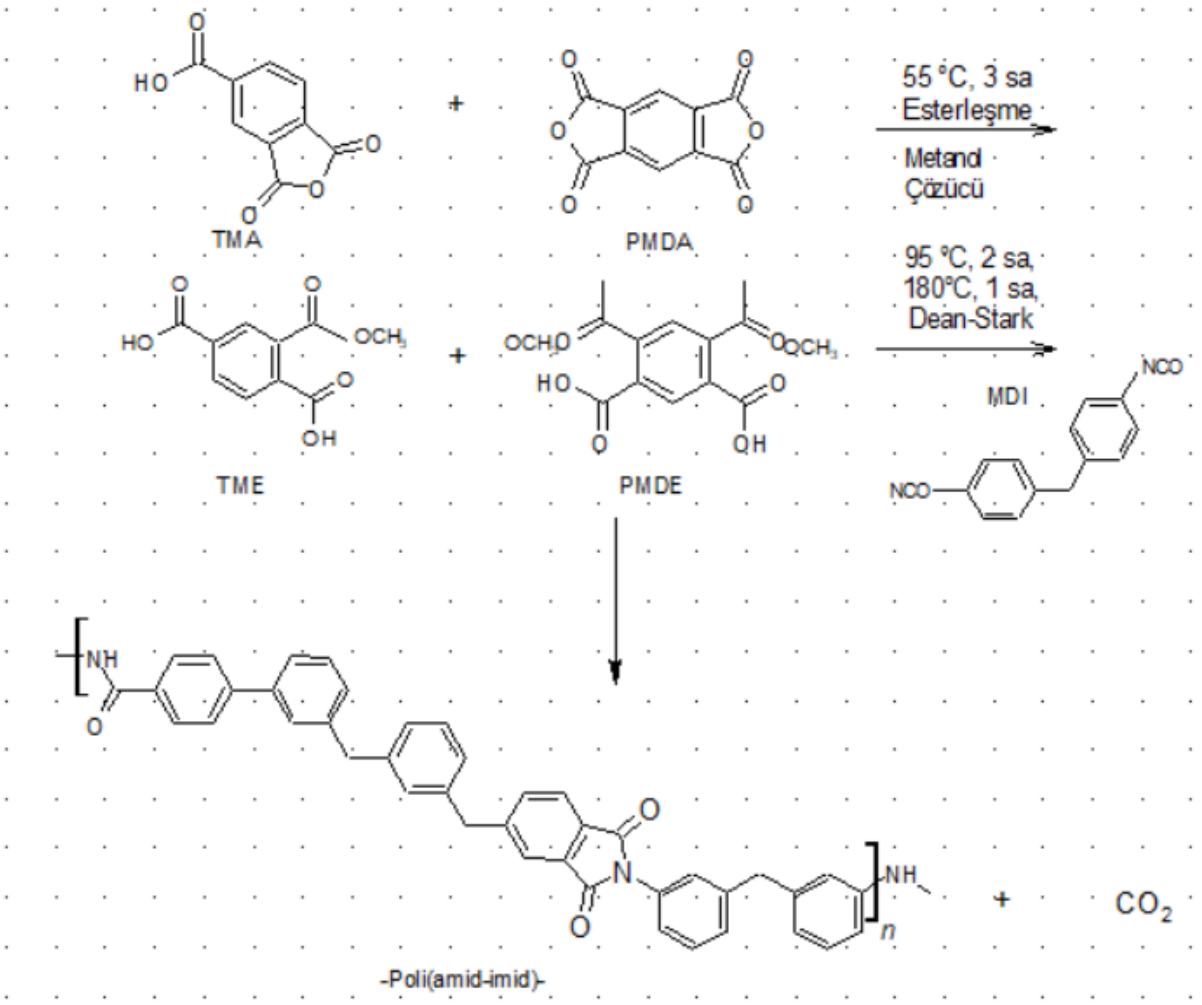
Daha sonra içerisine MDI eklenerek sıcaklık 95 ^{o}C'ye ayarlandı. Hemen ardından balon içerisinde su oluşması ihtimaline karşı, Dean-Stark bağlanarak içerisine nem tutucu özelliğe sahip olan ksilen eklendi.

Sıcaklık 95 ^{o}C'ye ulaşınca, imid oluşması için 2 saat bekletildi. 2 saatin sonunda içerisine MDI eklendi ve bu aşamada amid oluşturmak için sıcaklık 180 ^{o}C'ye ayarlandı. Bu sıcaklıkta azot gazı verilmeye başlandı. Sıcaklık 180 ^{o}C'ye ulaşınca 1 saat bekletildi ve amid-imid reçinesi hazırlanmış oldu. Şekil 2.9.'da reçine hazırlık aşaması gösterilmiştir.



Şekil 2.9. Deney çalışması ve Dean-Stark Aparatının Kurulumu

Reaksiyonun mantığı, ilk olarak 55 ^{o}C'de metanol ile TMA reaksiyona sokularak ester asit oluşturulur (iki ucunda karboksilik asit oluşur.). Daha sonra MDI eklenerek 95 ^{o}C'de imid oluşturulur. Daha sonra 180 ^{o}C'de tekrar MDI ekleyerek amid oluşturulur. PMDA katılmasının amacı imidlik derecesini arttırmaktır. Yani amid oluşturmaz. Bu yüzden 180 ^{o}C'de PMDA için ikinci kez MDI eklenmez. Şekil 2.10'da reçine üretimi reaksiyon şeması verilmektedir.



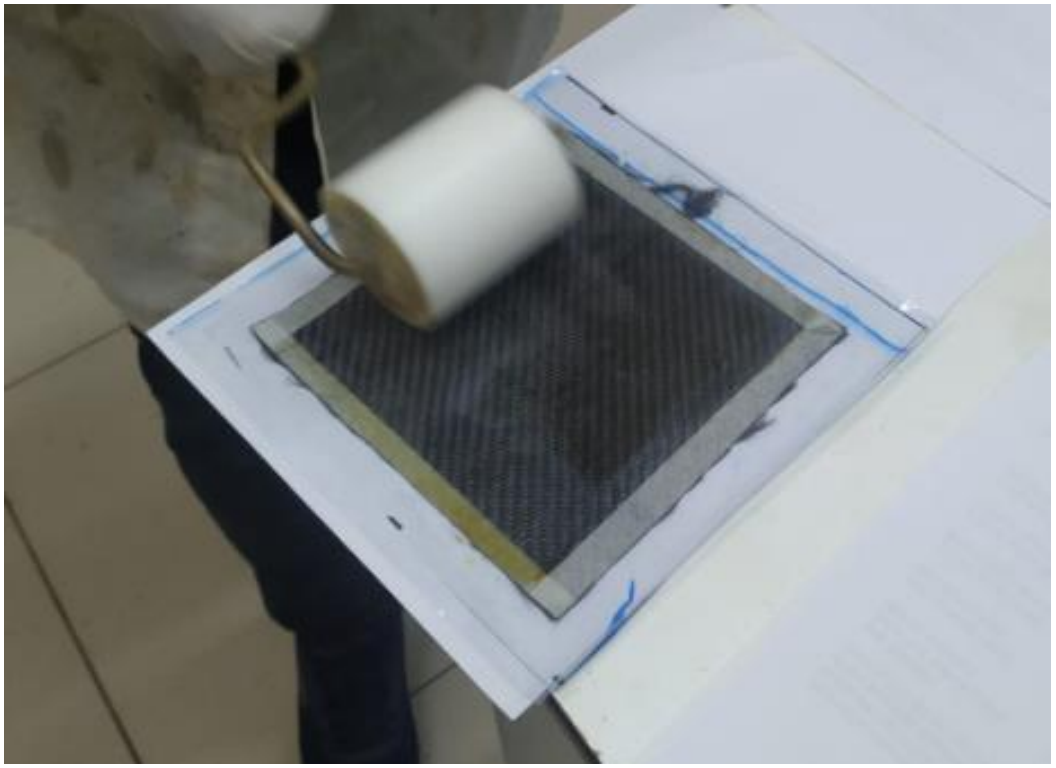
Şekil 2.10. Reçine Üretimi Reaksiyon Şeması

2.2.2. Poli(amid-imid) Reçine Matrisli Kompozit Plakaların Üretimi

Hazırlanan reçine çeker ocağında 60 ^{o}C'de yaklaşık 30 dk ısıtıldı. Daha sonra prepreg hazırlanmaya başlandı.

90^{o} yönlenmiş karbon elyafların yüzeyine hazırlanan reçine emdirildi. Karbon elyafların bir yüzeyine 3 kez (her biri yaklaşık 2,5 mL) Şekil 2.11.'deki gibi reçine emdirildi. İyice emmesi için metal çubukla üzerine bastırıldı ve yüzeyine naylon kapatarak roller ile üstünden geçildi. Her iki yüzey içinde bu işlem gerçekleştirildi. Birinci yüzeye 3 kez, diğer yüzeye 2 kez tamamen reçineyi emdirip üzerine yük koyuldu ve bu işlem 6 kat karbon elyaf içinde gerçekleştirilerek yaklaşık 20 dk bekletildi. Daha sonra Şekil 2.12.'de gösterildiği gibi 3 kat sürülen yüzeyden naylon kaldırılarak önceden ayarlanan vakum fırınında, 60

^{o}C’de, 0,5 Barr’da, 1 saat bekletildi. Süre tamamlandıktan sonra fırından çıkarıp aynı işlemler tekrar gerçekleştirildi. Bu sefer iki tarafa da 2 kez reçine sürüp naylon kapatıp roller ile iyice emdirdikten sonra tekrar üzerinde ağırlıkla yaklaşık 20 dk bekletildi. Daha sonra diğer tarafının naylonunu kaldırıp vakum fırınında, 60 ^{o}C’de, 0,5 Bar’da tekrar 1 saat bekletildi. Bu işlemdeki amaç reçine içerisindeki çözücüyü uzaklaştırmaktır.



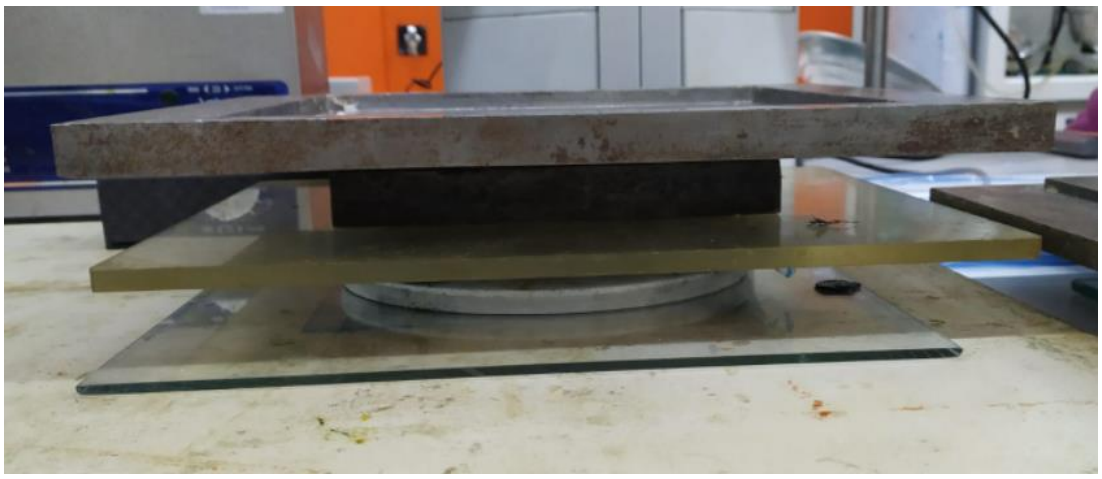
Şekil 2.11. Reçine emdirilmiş karbon elyaf üzerine naylon serilerek üzerinden rulo ile geçilmesi



Şekil 2.12. Vakum fırınına yerleştirilen reçine emdirilmiş karbon elyaflar

1 saat sonra fırından çıkarıp naylon çıkartılan yüzeye temiz naylon koyarak aralarında yükler olacak şekilde Şekil 2.13.'de gösterildiği gibi üst üste dizildi. Bu şekilde prepreg işlemi tamamlanmış oldu.

Prepregler bu şekilde bir gün bekletildi.

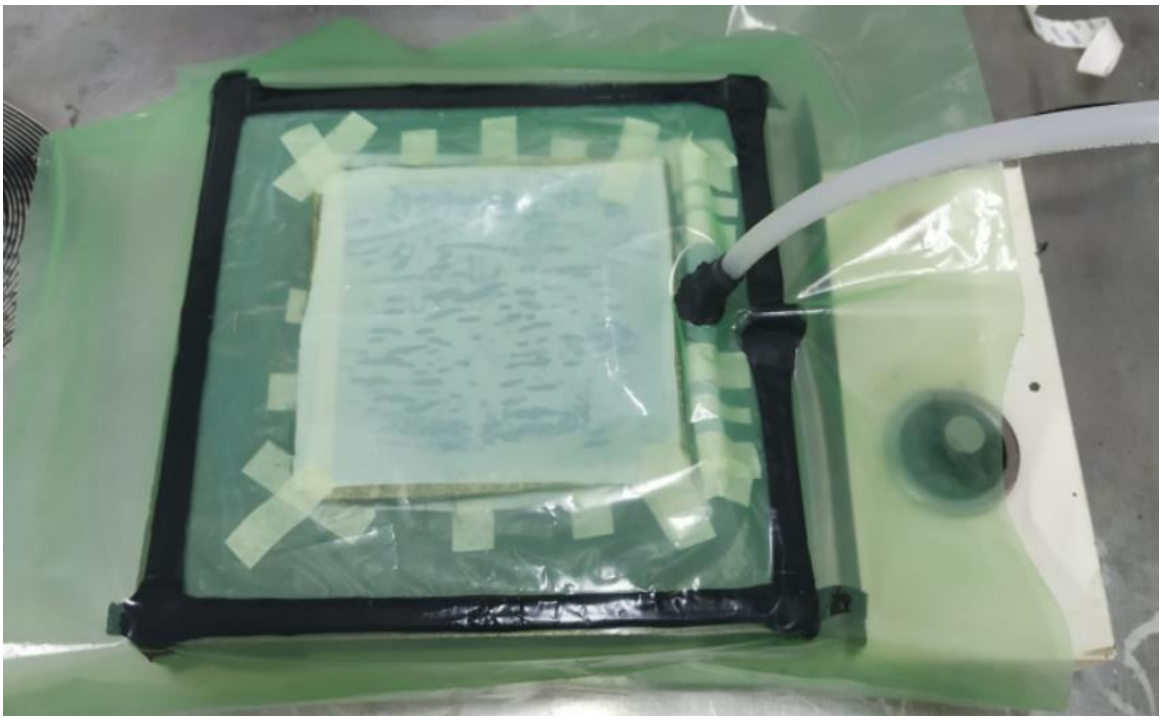


Şekil 2.13. Vakum fırınından çıkarılan karbon elyafların üzerine uygulanan yükler

Hazırlanan prepreglere Şekil 2.14'deki gibi vakum torbalama yöntemi uygulandı.

Teflon plakalar üzerine hazırlanan prepregler tek tek aynı yönde serilip her serilmede üzerinden roller ile geçerek iyice yapışması sağlandı. Daha sonra üzerine bir teflon daha koyularak iki teflon arasında sıkıştırıldı.

Ön hazırlıklar bittikten sonra sistem hazır hale getirildi ve 60 ^{o}C'de 30 dk'ya ayarlandı. Süre tamamlandıktan sonra sırasıyla 140 ^{o}C ve 150 ^{o}C'lerde 1'er saat bekletildi. İşlem sonucundan tek parça plaka elde edildi.



Şekil 2.14. Vakum torbalama yöntemi ile hazırlanan plakalar

Kompozit üretim yöntemlerinden vakum torbalama yöntemi kullanılarak kompozitler hazırlanmış ve bölüm 1.5.1.3.1.4.'de bundan detaylı olarak bahsedilmiştir.

Isıtıcılı press sıcaklığı 170 ^{o}C'ye ayarlandı. Bu sırada kompozit; Alüminyum folyo sarılmış iki metal plaka arasına yerleştirilerek Şekil 2.15'deki gibi pres yapıldı.



Şekil 2.15. Isıtmalı presten çıkartılan kompozit plaka

Sıcaklık 170 ^{o}C olunca kompozit sisteme yerleştirildi ve 30 Bar basınç ile preslendi. Daha sonra sistem sıcaklığı 220 ^{o}C'ye ayarlandı ve bu sıcaklıkta 30 dk bekletildi. Süre tamamlandıktan sonra sıcaklık 250 ^{o}C'ye ayarlandı ve tekrar 30 dk bekletilerek cihaz kapatıldı. Kompozit plaka 30 Barr basınç altında 1 gün bekletildi.

Kompozit plaka hot presten çıkartılıp etüve alındı ve burada 4 saat 255 ^{0}C 'de post curing işlemi yapıldı ve kompozit plaka üretimi tamamlanmış oldu.

Bu işlemler hazırlanan her bir reçine için tekrar edilerek 9 adet kompozit plaka üretilmiş olundu. Şekil 2.16.'da üretilen kompozit plakaların örnekleri gösterilmektedir.



Şekil 2.16. Üretilen kompozit plaka örnekleri

2.3. Karakterizasyon İşlemleri

Değişen Oranlarda trimellitik anhitrit (TMA) ve piromelitik Dianhidrit (PMDA) kullanılarak sentezlenen poli(amid-imid) reçinelerin karakterizasyon işlemleri için üretilen reçinelerden numuneler alınarak FT-IR analizleri yapılmıştır. FT-IR analizleri Marmara Üniversitesi NABUAM laboratuvarında yaptırılmıştır.

2.3.1 Değişen Oranlarda Trimellitik anhitrit (TMA) ve Piromelitik Dianhidrit (PMDA) Kullanılarak Sentezlenen Poli(amid-imid) Reçinelerin Karakterizasyon İşlemleri

2.3.1.1 Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FT-IR) Analizi

FT-IR spektroskopisi, kimyasal analitik bir yöntemdir ve infrared yoğunluğuna karşı dalga sayısını ölçerek ışığın spektrumunu analiz etmek için Fourier dönüşümü yöntemini kullanır. Bu yöntem organik bileşiklerin yapısındaki fonksiyonel grupları hızlı ve yüksek çözünürlükle belirlemeyi sağlar. Ayrıca, moleküler bağ karakterizasyonu yapabilir ve yapıdaki bağların durumu, bağlanma yerleri, aromatik ya da alifatik yapının varlığı gibi bilgiler elde edilebilir. FT-IR, katı, sıvı, gaz veya çözelti halindeki bileşikleri analiz etmek için etkili bir araçtır [29].

Reçineler üretildikten sonra küçük tüplerde numuneler saklanmış ve JASCO FT/IR-4700 cihazında analiz gerçekleştirilmiştir.

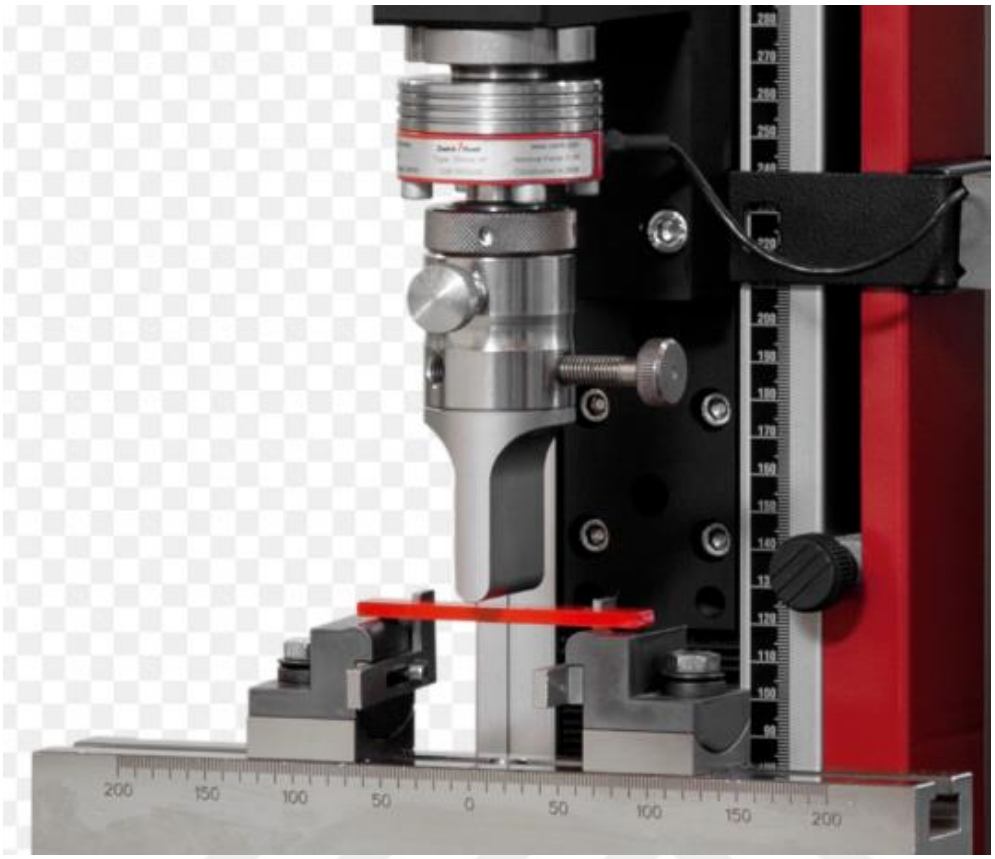
2.3.2 Poli(amid imid) Reçine Matrisli Üretilen Kompozit Plakaların Karakterizasyon İşlemleri

Bu aşamada, üretilen reçinelerden elde edilen kompozit plakalardan her test için ayrı ayrı numuneler hazırlanmıştır. Her test için hazırlanan numunelerin ölçüleri farklıdır. Üç nokta Eğme Testleri ve ILSS Testleri Marmara Üniversitesinde yapılmıştır. TGA ve Sem Analizleri, Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi Bilim Uygulama ve Araştırma Merkezi'nde, DMA analizleri ise Ege Üniversitesi Merkezi Araştırma Test ve Analiz Laboratuvarı Uygulama ve Araştırma Merkezi'nde gerçekleştirilmiştir. Sem Görüntüleri Üç Nokta Eğme Testi yapılan numunelerden alınmıştır.

2.3.2.1. Üç Nokta Eğme Testi

Üç nokta eğme testi, bir malzemenin eğilme dayanımını, elastiklik modülünü ve diğer bükme özelliklerini belirlemek için kullanılan bir test yöntemidir. Bu test, numunenin ortasına uygulanan eğme kuvveti ile oluşan biçim değiştirmeyi inceler. Numune, üç nokta destekleyici düzenek üzerine yerleştirilir. Bu düzenek üç destek noktası içerir; numunenin ortasındaki bir noktanın üstünde ve numunenin iki uç noktasının altında.

Cihaz ile numunenin üst yüzeyine bir yük uygulanır ve uygulanan bu yük, numunenin ortasındaki destek noktasının altında bükülmesine neden olur. Yük, yavaşça arttırılarak numunenin bükme davranışı kaydedilir [38][39]. Şekil 2.17.'de 3 nokta eğme testi cihazı gösterilmektedir.

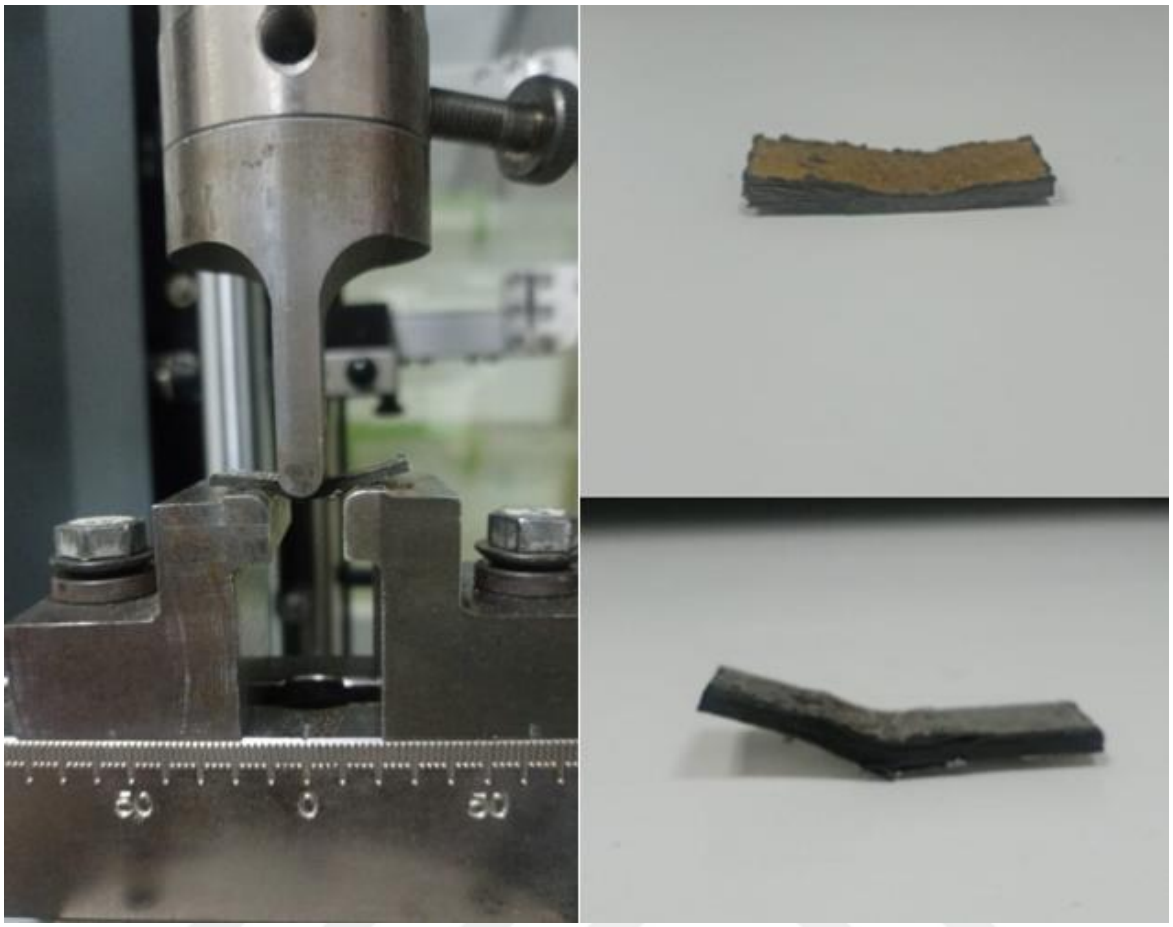


Şekil 2.17. 3 Nokta Eğme Cihazı

2.3.2.2.Tabakalar Arası Kesme Mukavemeti (ILSS) Testi

Tabakalar arası kesme mukavemeti (ILSS), fiber takviyeli kompozitlerin tabakalar arası kesme dayanıklılığını belirlemek için kullanılan bir test yöntemidir. Kompozitin tabaka seviyeleri arasındaki kesme mukavemetini tanımlar.

Bu test, özellikle kırılgan matris malzemeleri için önemlidir. Örneğin, epoksi reçinelerden yapılan laminantlarda tabakalar arasındaki kesme mukavemeti çoğunlukla kısa bükme testiyle belirlenir. Bu kesme kuvveti, eğilme testinde oluştuğu gerçeğinden yararlanır. Numune kalınlığına kıyasla düşük destek mesafesinde, oluşan kayma gerilmeleri, eğme momenti tarafından üretilen normal gerilmelerle karşılaştırıldığında büyük olabilmektedir. Bu şekilde, kırılgan matris malzemelerinde kesilme mukavemetinin ölçülmesine izin veren bir kayma gerilmesi oluşturulur. Kırılmanın türüne bağlı olarak, matris malzemesinin kayma mukavemeti veya fiber-matris bağlantısının niteliği bu şekilde karakterize edilmektedir [40,41]. Şekil 2.18.'de ILSS test düzeneği ve test numune örnekleri gösterilmektedir.



Şekil 2.18. ILSS Test Düzeneği ve Test Numune Örnekleri

2.3.2.3. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi

Taramalı Elektron Mikroskobu veya SEM analizi; kusurlar, korozyon ya da yüzey kırıkları gibi çeşitli problemleri yorumlamak için kullanılan yüksek çözünürlük sağlayan faydalı görüntüleme analiz cihazlarıdır. Taramalı elektron mikroskobu kullanılarak, yüzeylerin görsel analizi yapılır. Bilinmeyen partiküllerin veya kirletici maddelerin, arızanın nedenine ve malzemeler arasındaki etkileşimlerin belirlenmesine katkıda bulunulur.

Yüzey değerlendirmesinin yanı sıra mekanik aşınma testleri ile aşınmış olan malzemelerin karakterizasyonu için de SEM analizi kullanılır [42]. Şekil 2.19.'da Taramalı Elektron Mikroskobu cihazı gösterilmektedir.



Şekil 2.19. Taramalı Elektron Mikroskobu

Bu çalışmada, SEM analizi, Üç Nokta Eğme Testi'ne tabi tutulmuş numuneler üzerinde yapılmıştır.

2.3.2.4. Termogravimetrik Analiz (TGA)

Termogravimetrik Analiz (TGA), bir malzemenin atmosfer kontrolü altında ve belirli bir sıcaklık aralığında ısıtılması ya da soğutulması ile sıcaklığın veya zamanın bir fonksiyonu olarak kütle kaybını ya da kazancını ölçer [43].

Bir TGA cihazı, bir numunenin zaman içinde değişen sıcaklık altında, sürekli olarak kütleyi ölçer. Sıcaklık, zaman ve kütle termogravimetrik analizde temel parametreler olarak kabul edilir [44].

PAI'lerin termal kararlılığının değerlendirilmesinde önemli analizlerden biri TGA'dır. Bu çalışmada TGA'yı gerçekleştirmek için poli(amid-imid) reçine alüminyum pan içerisinde reçine sertleştirilerek hazırlandı. Kompozit matris malzemeleri üretimi sırasında kullanılan presedür, TGA numuneleri içinde aynıdır ve aynı şartlarda elde edilmiştir. . Şekil 2.20.'de TGA Analiz cihazı gösterilmektedir.



Şekil 2.20. Termogravimetrik Analiz (TGA) Cihazı

2.3.2.5.Dinamik Mekanik Analiz (DMA)

Dinamik Mekanik Analiz (DMA), polimer çözeltileri, kompozitler ve katılar gibi çeşitli malzemelerin viskoelastik ve mekanik özelliklerini ölçmek için kullanılan analitik cihazlardır. DMA'da, numuneye çeşitli deformasyon modlarından (sıkıştırma, kırpma, germe ve bükme) birinde periyodik olarak baskı uygulanır. Sıcaklık ve zamanın bir fonksiyonu olarak katsayı ölçülür ve faz geçişleriyle ilgili bilgilere ulaşılır [45][46]. Şekil 2.21.'de DMA Analiz cihazı gösterilmektedir.



Şekil 2.21. Dinamik Mekanik Analiz (DMA) Cihazı

3. DENEYSEL BULGULAR VE TARTIŞMA

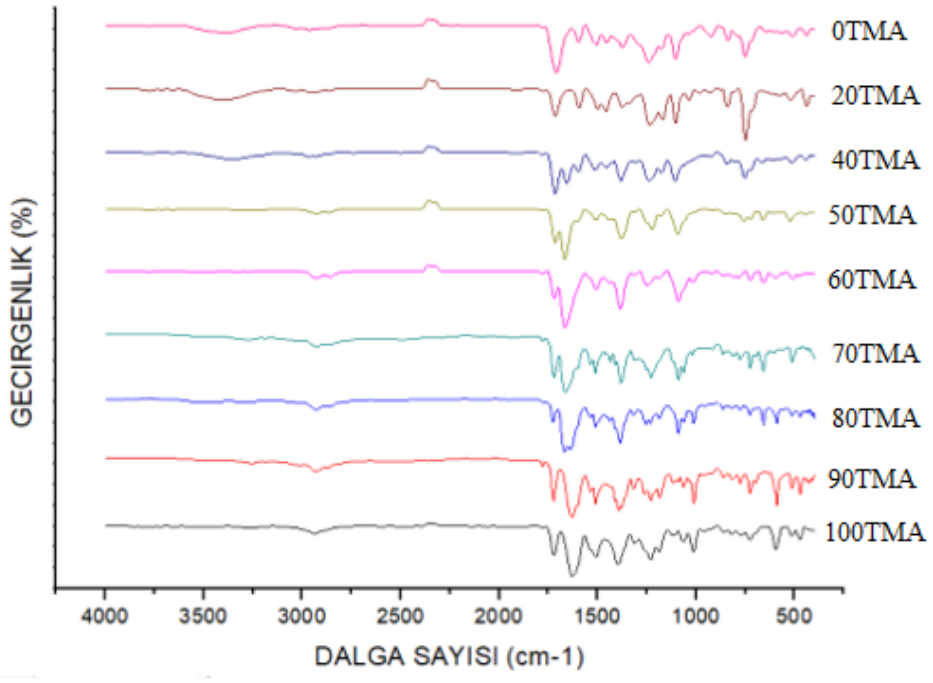
3.1. Değişen Oranlarda Trimellitik anhitrit (TMA) ve Piromelitik Dianhidrit (PMDA) Kullanılarak Sentezlenen Poli(amid-imid) Reçinelerin Karakterizasyon Sonuçları

3.1.1 Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FT-IR) Analizi Sonuçları

Üretilen tüm kompozit plakaların PAI matrislerinin yapısal karakterizasyonu, FT-IR spektrumlarına dayanarak doğrulandı. Şekil 3.1, sentezlenen poli(amid-imid)lerin emilim özelliklerini göstermektedir.

FT-IR Spektrumunda, yaklaşık 3260 cm^{-1} dalga boyunda gözlenen pik N-H gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır. Yaklaşık 2931 ve 2858 cm^{-1}'de gözlenen pikler ise sırasıyla CH_2'nin asimetrik ve simetrik gerilme titreşimlerini göstermektedir. Amid oluşumunu gösteren diğer karakteristik pikler ise 1660 ve 1537 cm^{-1} dalga boylarındadır ve bu pikler sırasıyla C=O ve N-H gerilmelerinden kaynaklanmaktadır.

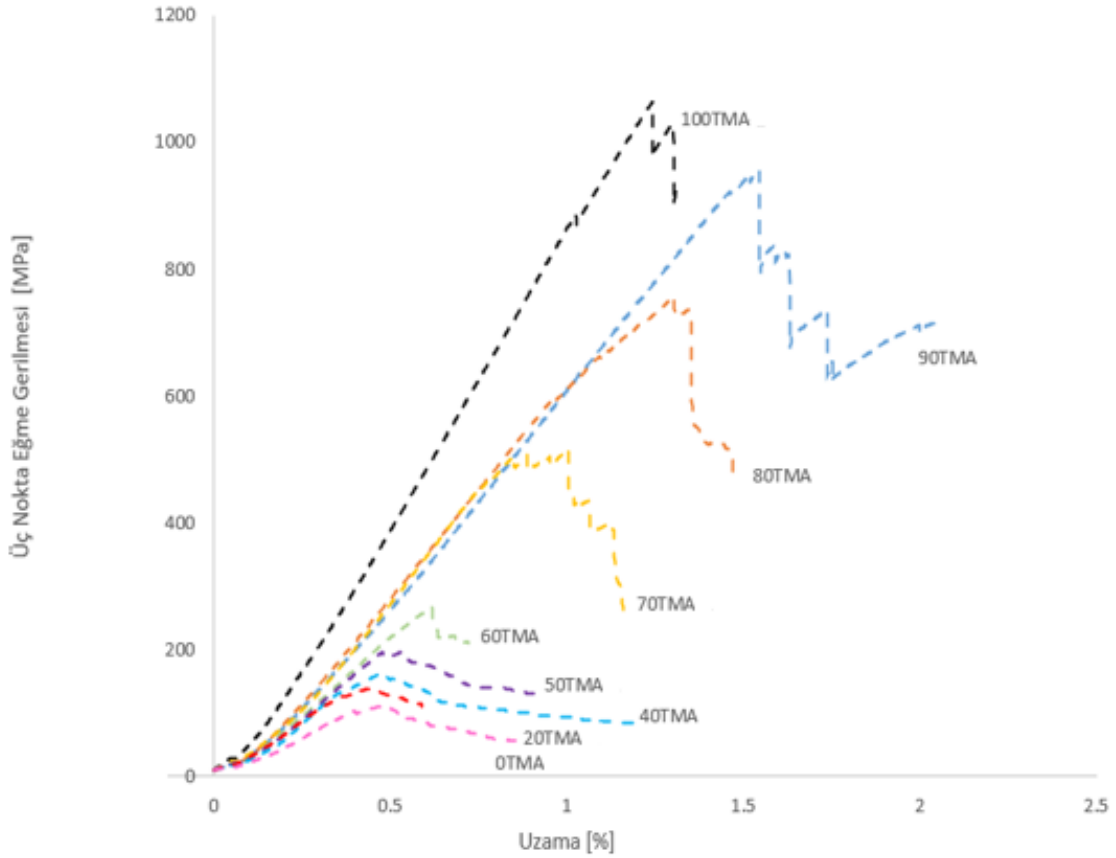
İmid oluşumunu gösteren pikler ise, C=O simetrik gerilme titreşimindeki pikler yaklaşık 1780 cm^{-1} ve C=O asimetrik gerilme titreşimindeki pikler yaklaşık 1720 cm^{-1} civarında gözlemlendi. C–N gerilme titreşimleri yaklaşık 1356 cm^{-1} civarında gözlendi.



Şekil 3.1. FT-IR Analiz Sonuçları

3.2. Değişen Oranlarda Trimellitik anhitrit (TMA) ve Piromelitik Dianhidrit (PMDA) Kullanılarak Sentezlenen Poli(amid-imid) Reçine ile Üretilen Kompozit Plakaların Karakterizasyon Sonuçları

3.2.1. Üç Nokta Eğme Testi Sonuçları



Şekil 3.2. Ortalama Eğme Gerilim-Gerinim Eğrileri

Şekil 3.2.'de matris malzemesindeki farklı imidlik derecelerine sahip 9 ayrı numuneye uygulanan üç nokta eğme testinin sonuçları grafikte karşılaştırmalı olarak verilmiştir. İmidlik dereceleri arttırılarak hazırlanan reçinelerden üretilen kompozit plakaların dayanım ve uzama değerleri, özellikle ilk dört plakada dikkat çekicidir. 100TMA plakasında, 1064 MPa basınç altında %1,2'lik bir uzama görülmüştür. 90TMA plakasında 955 MPa basınç altında %1,5'lik bir uzama görülmüştür. 80TMA plakasında 758 MPa basınç altında %1,3'lük bir uzama görülmüştür. 70TMA plakası ise 516 MPa basınç altında %1'lik uzama göstermiştir. Diğer beş plakada ise dayanım değerleri oldukça düşüktür.

100TMA plakasının dayanım değerlerinin, elastisite modülünün ve tokluk değerlerinin genel olarak plakalara göre daha iyi olduğu gözlemlenmiştir. Aşağıdaki Tablo 3.1.'de uygulanan gerilime karşılık gelen yüzdece uzama değerleri gösterilmiştir.

Tablo 3.1. 3 Nokta Eğme Testi Gerilme ve Uzama Değerleri

Numune	Gerilme (MPa)	Uzama (%)
100TMA	1064.604	1.243
90TMA	955.332	1.545
80TMA	758.312	1.304
70TMA	516.002	1.003
60TMA	267.437	0.617
50TMA	196.794	0.534
40TMA	164.234	0.482
20TMA	138.335	0.443
0TMA	111.863	0.493

3.2.2. Katmanlararası Kesme Mukavemeti (ILSS) Testi Sonuçları

Numunelerin maksimum kuvvet ve ILSS (Kısa Kiriş Mukavemeti) değerleri ile standart sapma ve değişim katsayısı Tablo 3.2.'de temsil edilmiştir.

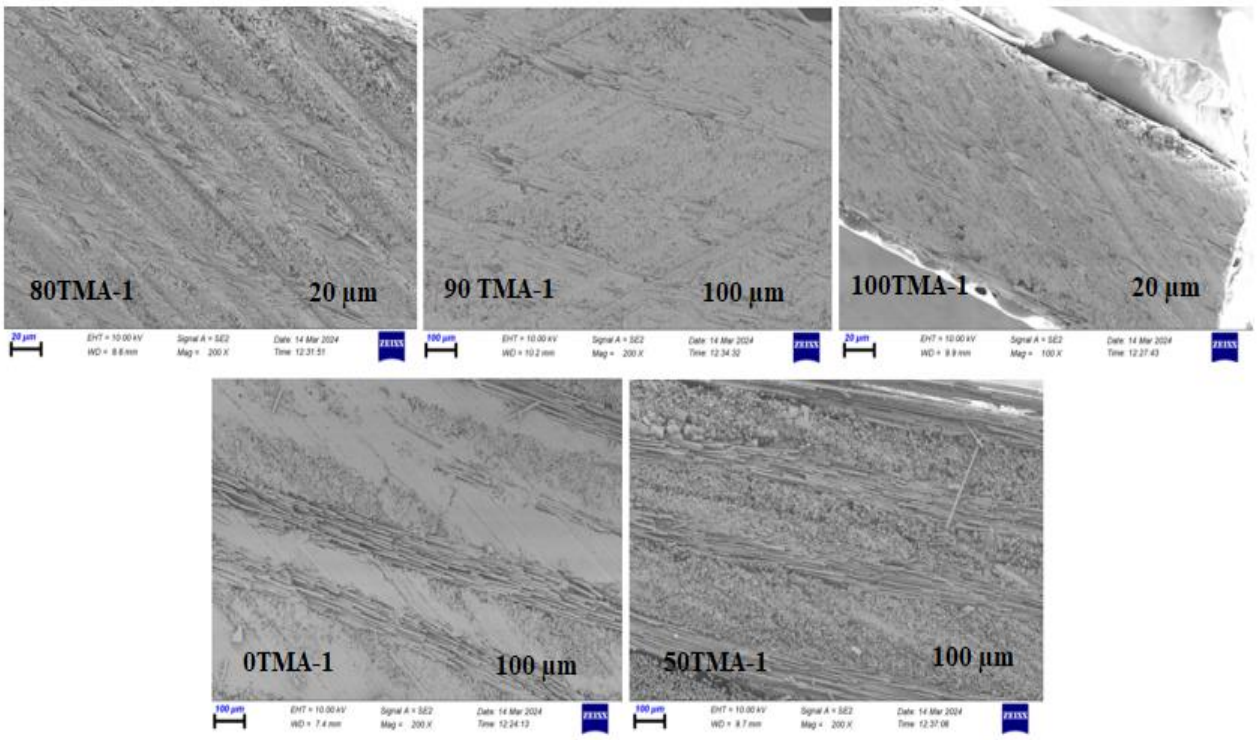
Tablo 3.2. ILSS değerleri ve maksimum kuvvetler

Numune	Kuvvet (N)	ILSS (MPa)
100TMA	1000	47.61± 1,11
90TMA	829	39,54 ± 1,14
80TMA	603	27,84± 1,12
70TMA	535	19,81± 1,14
60TMA	324	12,15± 1,17
50TMA	303	15,55± 1,14
40TMA	176	7,01± 1,15
20TMA	142	4,91± 1,18
0TMA	203	6,14± 1,16

Karşılaştırmalı bir çalışma yapılmış ve 100TMA numunesinin ILSS değerinin 47,61 ± 1,11 MPa olduğu analiz edilmiş ve ILSS değeri 39,54 ± 1,14 MPa olan 90TMA'ya kıyasla %20,4 daha yüksektir. 100TMA numunesinin kayma gerilme dayanımı diğerlerinden daha yüksek olarak bulunmuştur. İlk dört plakanın kayma gerilim değerleri dikkat çekicidir.

3.2.3. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi Sonuçları

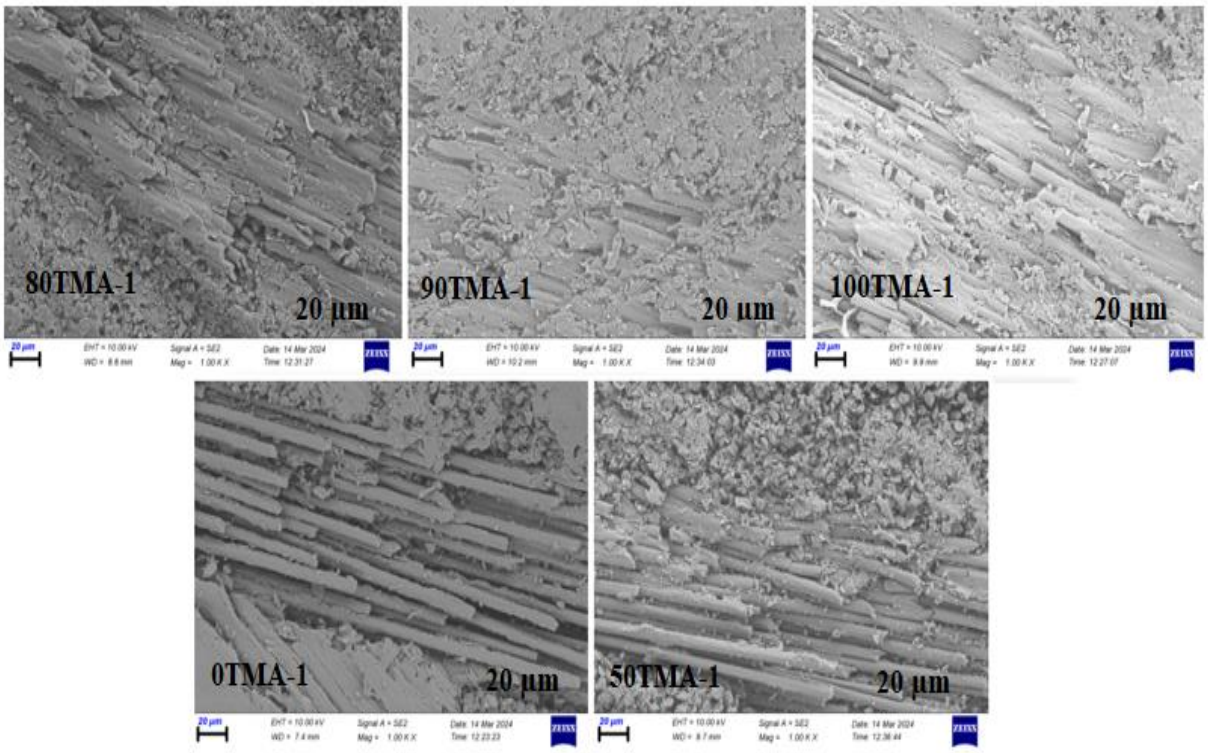
Kompozit plakalardan alınan numunelerin kesitleri, taramalı elektron mikroskobu (SEM) gözlemlerine tabi tutuldu. 3 nokta eğme testine tabi tutulan kompozit numunelerin, testten önceki SEM görüntüleri Şekil 3.3'de gösterilmiştir.



Şekil 3.3. 100TMA-1, 90TMA-1, 80TMA-1, 50TMA-1 ve 0TMA-1 Numunelerinin SEM Görüntüleri

0TMA-1 ve 50TMA-1 kompozit numunelerinin matris ve fiber arasındaki uyumsuzluğu SEM görüntülerinde açıkça görülmektedir. Bunun aksine, 100TMA-1 kompozit numunesinde matris ve fiber arasındaki uyumun mükemmelliği 20 µm dahi net bir şekilde görülmektedir. 90TMA-1 ve 80TMA-1 kompozit numuneleri için de matris ve fiber arasında güzel bir uyum olduğu açıkça ortadadır.

Kompozit plakalardan alınan numunelerin kesitleri, kalınlık yönünde eğilme testinden sonra taramalı elektron mikroskobu (SEM) gözlemlerine tabi tutuldu. Kompozit numunelerin 3 nokta eğme testine tabi tutulduktan sonraki SEM görüntüleri Şekil 3.4'de gösterilmiştir.



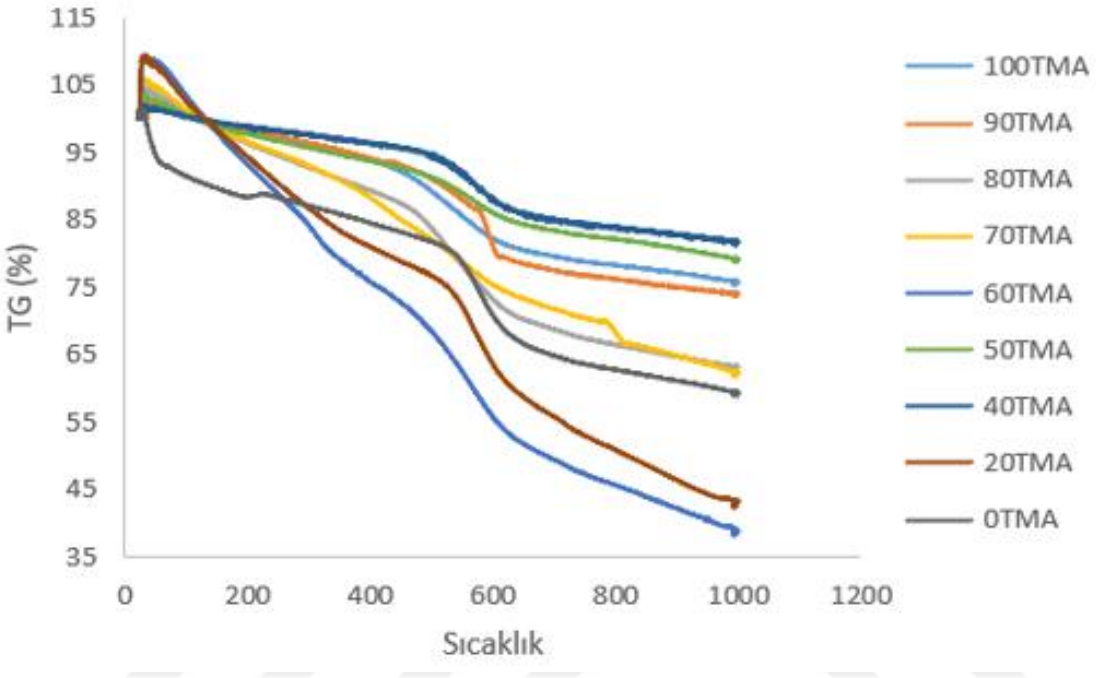
Şekil 3.4. 100TMA-1, 90TMA-1, 80TMA-1, 50TMA-1 ve 0TMA-1 Numunelerinin 3 Nokta Eğme Testinden Sonraki SEM Görüntüleri

Kırılan 0TMA-1 ve 50TMA-1 örneklerinde geniş ölçüde delaminasyonlu bir alan ve ciddi matris çatlamaları, fiber-matris arayüzey bağlanmasının zayıf olduğunu, ayrıca matrisin nispeten kırılgan ve zayıf doğasını göstererek hem basınç hem de çekme tarafında büyük ölçüde tabakalara ayrılmış alanlar görüldü.

Öte yandan, 100TMA-1, 90TMA-1 ve 80TMA-1'de daha az delaminasyonlu alanlar görüldüğü gibi matris çatlaması, fiber-matris bağının ayrılması, fiber çekilmesi ve nihai delaminasyon tarafından kısıtlanabilecek gelişmiş arayüzey bağlanmasını göstermiştir.

3.2.4. Termogravimetrik Analiz (TGA) Sonuçları

Şekil 3.5.'de farklı imidlik derecelerine sahip 9 ayrı numuneye uygulanan TGA analizinin sonuçları grafikte karşılaştırmalı olarak verilmiştir.



Şekil 3.5. TGA Analiz Sonuçları

Maksimum kütle kaybının olduğu sıcaklık (Tmax), %10'luk kütle kaybındaki sıcaklık (Td10) ve 1000 °C'deki kül oranı Tablo 3.3.'de verilmiştir.

Tablo 3.3. Kompozit Plakaların TGA Sonuçları

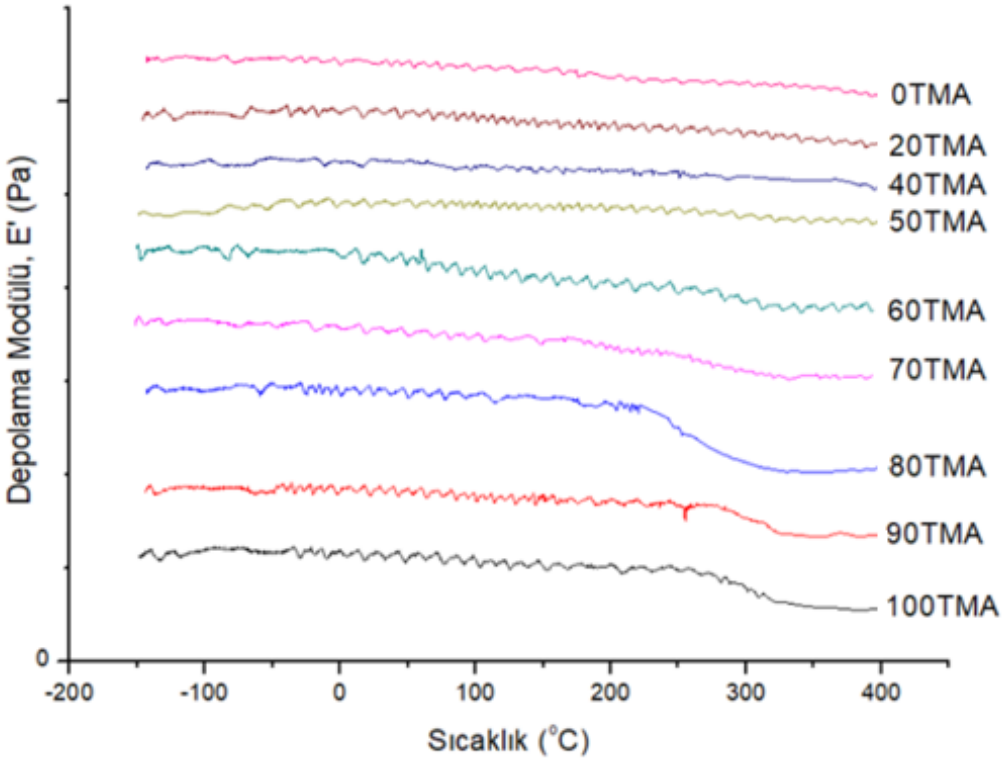
Numune	Maksimum Kütle Kaybı Olan Sıcaklık (Tmax ^{o}C)	%10'Luk Kütle Kaybındaki Sıcaklık (Td10, ^{o}C)	1000 ^{o}C'deki Kül Oranı (%)
100TMA	531	446	75
90TMA	595	565	74
80TMA	545	450	63
70TMA	591	405	62
60TMA	550	475	38
50TMA	526	400	78
40TMA	550	477	81
20TMA	585	520	42
0TMA	580	533	59

Numuneler arasında en yüksek maksimum kütle kayıp sıcaklığı 595 ^{o}C ile 90TMA'da görüldü. Genel olarak maksimum kütle kaybının olduğu sıcaklık değerlerinin birbirlerine yakın olduğu ve 500 ^{o}C'nin üzerinde olduğu gözlemlendi. En yüksek Td10 değeri de 90TMA'da görüldü. Diğer numunelerin Td10 değerlerinin de birbirlerine yakın olduğu gözlemlendi. Tmax ve Td10'dan farklı olarak 1000 ^{o}C'deki kül oranına bakıldı. Kül oranlarının da genel olarak birbirlerine yakın olduğu gözlemlendi. Bu çerçevede poli(amid-imid) reçinelerinin termal kararlılıklarının iyi olduğu gözlemlendi.

3.2.5. Dinamik Mekanik Analiz (DMA) Sonuçları

Çalışmamızdaki kompozitler farklı frekans ve sıcaklıklarda dinamik yüklere maruz bırakıldı. Bu sebeple poli(amid-imid) kompozitlerin 1 Hz frekansta -150 ^{0}C'den 400 ^{0}C'ye kadar termal ve mekanik stabilite değerlerinin belirlenmesi amacıyla DMA ile karakterize edilmiştir. Karakterizasyon işlemleri sonucunda Depolama Modülü (E′) ve Tan D eğrileri elde edildi. Kompozit plakaların depolama modülleri Şekil 3.6'da, Tan D eğrileri ise Şekil

3.7’de gösterildiği gibidir.

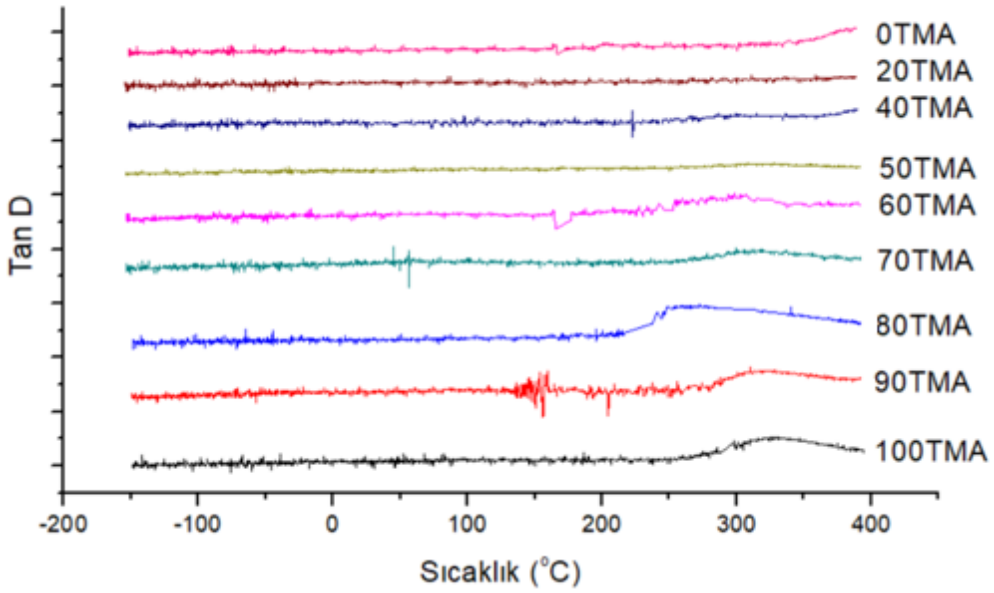


Şekil 3.6. Kompozit Plakaların Depolama Modülleri

Depolama modülleri incelendiğinde 250 °C’den sonra kompozit plakaların mekanik stabilitelerinin bozulma gösterdiği ortadadır. 0TMA, 20TMA, 40TMA, 50TMA ve 60TMA kompozitlerinin depolama modülü eğrileri çok keskin bir düşüş göstermedi. Tan D'nin sönümleme katsayıları da bu durumu doğruladı. Bunun nedeni bu kompozit plakalar için sönümleme katsayı değerlerinin Tablo 3.4.’de gösterildiği gibi 0,04 ve 0,06 kadar düşük olmasıdır. E' ve Tan D değerlerinin eğrileri Şekil 3.6 ve Şekil 3.7’de sunulmaktadır.

Tablo 3.4. DMA Sonuçları

Numune	-150 °C'deki Depolama Modülü, (Pa)	Oda Sıcaklığındaki Depolama Modülü, (Pa)	400 °C'deki Depolama Modülü, (Pa)	Başlangıç Sıcaklığındaki Depolama Modülü, (Pa)	Tan Delta (Sönümleme Katsayısı)
100TMA	28.1E+9	28.6E+9	14.0E+9	20.9E+9	0.11
90TMA	27.6E+9	27.2E+9	15.8E+9	24.3E+9	0.12
80TMA	29.2E+9	28.9E+9	8.3E+9	25.2E+9	0.14
70TMA	25.7E+9	23.1E+9	11.7E+9	18.9E+9	0.10
60TMA	42.6E+9	39.7E+9	25.7E+9	-	0.08
50TMA	21.5E+9	23.5E+9	19.6E+9	-	0.04
40TMA	18.7E+9	20.8E+9	13.5E+9	-	0.06
20TMA	25.5E+9	27.9E+9	18.9E+9	-	0.04
0TMA	20.4E+9	18.7E+9	10.3E+9	-	0.04



Şekil 3.7. Kompozit Plakaların Tan D Eğrileri

Tan D'nin tepe değeri malzemelerin sönümleme özelliğini gösterir. Poli(amid-imid)'lerin viskoelastikliği, DMA ile kayıp tanjant ölçümleri çalıştırılarak analiz edildi. Tan D, malzemeler için kayıp modülünün (E″) E'ye oranıdır. Tan D ye karşılık gelen sıcaklık değeri, Tan D Tg olarak ifade edilir ve camsı geçiş sıcaklığını temsil etmektedir. Malzemeler tan D > 1 olduğunda izoelastik sıvı benzeri davranış sergilerler. Öte yandan tan D < 1 olduğunda viskoelastik katılar gibi davranırlar [47]. 100TMA, 90TMA, 80TMA ve 70TMA kompozitlerin termoplastik davranışı göstererek diğer plaklara göre daha fazla enerji absorpladığı gözlemlenmiştir.

Çalışmada, termoplastik davranış gösteren 100TMA, 90TMA, 80TMA ve 70TMA kompozit plakaların Tan D değerleri 0,1 ile 0,14 arasında değişirken, imidlik dereceleri daha yüksek olan diğer kompozit plakaların Tan D değerleri 0,04 ile 0,08 arasında değişmiştir. Kompozit plakaların başlangıç sıcaklıklarındaki E′ değerlerinin 400 °C'deki E″ değerleri ile karşılaştırılmasında, değerlerdeki azalmalar Tablo 3.4.'de gösterilmiştir.

Termoplastik davranış gösteren 100TMA, 90TMA, 80TMA ve 70TMA kompozit plakaların başlangıç sıcaklıklarından 400 °C'ye kadar olan E′ değerindeki azalmanın %42 ile %71 arasında değişirken, imidlik dereceleri daha yüksek olan 0TMA, 20TMA, 40TMA, 50TMA ve 60TMA kompozit plakalardaki azalma %8 ile %49 arasında değişmiştir.

Bu sonuçlar, imidlik dereceleri daha yüksek olan 0TMA, 20TMA, 40TMA, 50TMA ve 60TMA kompozit plakaların 400 °C gibi yüksek sıcaklıklarda kullanım olasılığını göstermektedir.

Ayrıca, malzemelerin elastiklik modülü genellikle sıcaklık düştükçe artar. Bu nedenle, malzemeler düşük sıcaklıklarda kırılganlık gösterir. Malzemeler için bu olumsuz koşulları en aza indirmek veya bu modülün çok düşük sıcaklıklarda istikrarlı olmasını sağlamak önemlidir. Termoplastik davranış gösteren 100TMA, 90TMA, 80TMA ve 70TMA kompozit plakalarının, oda sıcaklığından -150 °C'ye kadar olan E′ değerleri göz önüne alındığında, bu kompozit plakalar için küçük bir değişim sergilemiş ve stabil bir davranış göstermiştir. Diğer 0TMA, 20TMA, 40TMA, 50TMA ve 60TMA kompozit plakaların E′ değerindeki değişim %7 ile %11 arasındadır.

Literatürdeki diğer çalışmaların sonuçlarıyla karşılaştırıldığında poli(amid-imid) reçine tabanlı kompozit matris malzemeler önemli ölçüde geliştirilmiş mekanik ve termal özellikler sergilemektedir [48].

4. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Bu çalışmada, poli(amid-imid) reçine tabanlı kompozit matris malzemesinin üretimi ve karakterizasyonu ele alınmıştır. Elde edilen bulgular şu şekilde özetlenebilir;

- FTIR analiz sonuçlarında üretilen tüm kompozit plakalarda beklenen bileşim pikleri gözlemlendi.
- TMA'ya düşük oranlarda PMDA ilavesinin laminat yapının dayanım değerlerini %10 düşürdüğünü ancak süneklik ve tokluk değerlerini %25 artırdığı gözlemlenmiştir. Dolayısıyla TMA ya PMDA ilavesiyle yüksek dayanıma sahip, yüksek süneklik ve tokluk değerlerinde yapılar elde edilebileceği değerlendirilmiştir.
- TMA reçinesine %10 PMDA ilavesiyle laminat yapının ILSS mukavemetini %20,4 arttırdığı gözlemlenmiştir. Bu orandan sonra PMDA ilavesinin artırılmasının negatif etkileri görülmüştür.
- SEM analiz sonuçlarına göre %0, %10, %20 PMDA ilave kompozit plakalarda matris ve fiber arasında güzel bir uyum olduğu gözlemlenmiştir. %20'den sonra artan PMDA ile birlikte matris ve fiber uyumun bozulduğu değerlendirilmiştir.
- TGA analiz sonuçlarına göre kompozit plakaların kül oranlarının da genel olarak birbirlerine yakın olduğu gözlemlendi. Bu çerçevede poli(amid-imid) reçinelerinin termal kararlılıklarının iyi olduğu değerlendirildi.
- DMA analiz sonuçları incelendiğinde 100TMA, 90TMA, 80TMA ve 70TMA kompozit plakaların termoplastik davranış gösterip sönümleme değerlerinin daha yüksek olduğu ancak 250 ^{o}C'den sonra mekanik özellik stabilitesini koruyamadığı, 0TMA, 20TMA, 40TMA, 50TMA ve 60TMA kompozit plakaların ise imidlik dereceleri daha yüksek olduğu için sönümleme değerlerinin diğer plakalara göre daha düşük olduğu buna karşılık mekanik özellik stabilitesinin daha iyi koruyabildiği gözlemlenmiştir.

Dolayısıyla, TMA reçine yapısına düşük oranda PMDA ilavesinin kompozit yapıların güçlendirilmesi adına ümit vaat ettiği değerlendirilmiştir. Literatürdeki diğer çalışmaların sonuçlarıyla karşılaştırıldığında poli(amid-imid) reçine tabanlı kompozit matris malzemeler önemli ölçüde geliştirilmiş mekanik ve termal özellikler sergilemektedir.

Bu çalışma, poli(amid-imid) reçine üretimi ile ilgili gelecek çalışmalar için öncü niteliği taşımaktadır. İleri çalışmalar için TMA'ya %10'a kadar PMDA eklenerek özelliklerindeki değişim detaylı olarak karakterize edilebilir.

5. KAYNAKLAR

[1] Valery V., Evgeny M. Advanced Mechanics of Composite Materials and Structural . 2013.

[2] Jose A.M., Kim Y.A., Leal-Ekman S., Hunter C.P. Conserved tyrosine kinase promotes the import of silencing RNA into Caenorhabditis elegans cells. 2012.

[3] Mushtaq, Nafeesa. Synthesis of polyamide-imides with different monomer sequence and effect on transparency and thermal properties. China, 2020.

[4] Bai, Lan. Preparation of heat-resistant poly(amide-imide) films with ultralow coefficients of thermal expansion for optoelectronic application. China, 2019.

[5] Liaw, Der-Jang. Color lightness and highly organosoluble fluorinated polyamides, polyimides and poly(amide–imide)s based on noncoplanar 2,2'-dimethyl-4,4'-biphenylene units. Taiwan, 2006.

[6] Rahimpour, A. Synthesis of a novel poly(amide-imide) (PAI) and preparation and characterization of PAI blended polyethersulfone (PES) membranes. Tehran, Iran, 2007.

[7] Yang, Chin-Ping. Preparation and characterization of colourless alternate poly(amide-imide)s based on trimellitic anhydride and m-phenylenediamine. Taipei, Taiwan, 1998.

[8] —. Synthesis and properties of soluble colorless poly(amide-imide)s based on N,N'-bis(3-carboxyphenyl)-4,4'-oxydiphthalimide and various aromatic diamines. Taiwan, 2000.

[9] Zhou, Shuaishuai. High-performance polyamide-imide films: Effect of functionalization degree of BN nanosheets . China, 2021.

[10] AYTAŞ, Hüseyin Atakan. Poliamid Malzemenin Mekanik Yüzey Gerilimini Değiştirerek Boya Tutuculuğunun Arttırılması. İstanbul, 2021.

[11] Lan Bai, Lei Zhai, Minhui He, Changou Wang, Song Mo, Lin Fan. Preparation of heat-resistant poly(amide-imide) films with ultralow coefficients of thermal expansion for optoelectronic application. Çin, 2019.

[12] George H. Melton, Edward N. Peters, Ruth K. Arisman. Engineering Thermoplastics. USA, 2011.

[13] Sastri, Vinny. High-Temperature Engineering Thermoplastics: Polysulfones, Polyimides, Polysulfides, Polyketones, Liquid Crystalline Polymers, and Fluoropolymers. 2010.

[14] İnternet: en.wikipedia.org. [Çevrimiçi] https://en.wikipedia.org/wiki/Polyamide-imide#:~:text=The%20currently%20popular%20commercial%20methods,route%20and%20the%20isocyanate%20route..

[15] T. J. Murray, Macromol. Mater. Eng. 293, 350–360. 2008.

[16] Yuhong Qia, Bingnan Ji, Li Li and Zhanping Zhang. Synthesis and curing process of TMA-MDI polyamide-imides. MATEC Web of Conferences 130, 07007, 2017.

[17] S. TERNEY, J. KEATING, and J. ZIELINSKI,. Poly amide-Imides . Helsinki, Finland, 1970.

[18] Morgan, R. W. Polyimides and Other High Temperature Polymers: Synthesis, Characterization and Applications. 2014.

[19] Liu, L., & Zhang, S. Polyimides materials for automotive applications: a review. Polymers for Advanced Technologies, 24(5), 469-480. 2013.

[20] K. L. Mittal, Ed. High Performance Polymers and Engineering Plastics. 2013.

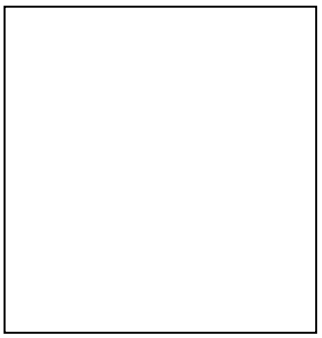
[21] Zweben, C. H. Thermally stable polymers for rocket engine applications. Progress in Polymer Science, 16(4), 539-587. 1991.

[22] McGrath, J. E., & Farris, R. J. Polyimides as engineering resins. Chemical Reviews, 93(8), 1027-1044. 1993.

[23] Ratner, B. D., & Bryant, S. J. Biomaterials: where we have been and where we are going. Annual Review of Biomedical Engineering, 6, 41-75. 2004.
[24] Gupta, N., & Thakur, A. Polyimides: thermally stable polymers and high performance materials. CRC Press. 2018.
[25] NAYCI, Gülşah. Keten Lifi, Kestane/Gürgen Talaşı Dolgulu Vinilester Esaslı Kompozit Malzemelerin Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi. İstanbul, 2019.
[26] Yoldaş, Mehmet Fatih. Deniz Araçlarında Kullanılan Cam Elyaf(GFRP) ve Karbon Elyaf(CFRP) Takviyeli Kompozit Malzemelerin Mekanik Karakterizasyonlarının Deneysel İncelenmesi . İstanbul, 2023.
[27] KURNAZ, Umut. Çok Katlı Poliamid Kompozit Borunun Extrüzyon ile Üretiminde Alev Uygulamasının Mekanik Özelliklere Etkisinin İncelenmesi. Sakarya, 2019.
[28] ULUSOY, Uğur. Bazalt ve Cam Elyaf Takviyeli Biyo-bazlı Poliamid Kompozit Malzemelerin Hazırlanması ve Özelliklerinin İncelenmesi. Yalova, 2016.
[29] TÜRK, Fatih. Kompozit Parça Üretim Prosesinde Karbon Fiber Takviyeli Polimer Yapının Termomekanik Davranışının Phyton'da Modellenmesi ile Proses Parametrelerinin Optimizasyonu. Gebze, 2023.
[30] Röhrscheid, F. Carboxylic Acids, Aromatic. In Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry. Weinheim: Wiley-VCH, 2000.
[31] Jiang, Z., Zhang, J., & Wang, S. High-Performance Polymers from Pyromellitic Dianhydride: Synthesis and Characterization. Macromolecular Chemistry and Physics, 216(9), 989-1000. 2015.
[32] Kim, H. S., & Chung, Y. K. A Study on the Reactivity of Methylene Diphenyl Diisocyanate with Different Polyols. Journal of Polymer Science Part A: Polymer Chemistry, 52(3), 369-377. 2014.
[33] Xie, Z., Li, J., & Zhang, X. Solubility and Viscosity of Polyacrylonitrile in Dimethylacetamide. Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics, 49(5), 349-356. 2011.
[34] Manocha, L. M., & Soni, P. L. Solubility Behavior of Polymers in N,N-Dimethylformamide: A Comprehensive Review. Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics, 51(9), 630-645. 2013.
[35] Martínez, M. A., & Hernández, F. Synthesis and Characterization of Ortho-Cresol Derivatives in Organic Chemistry. Journal of Organic Chemistry, 78(15), 7572-7579. 2013.
[36] Gelbard, G., & Liao, K. Methanol as a Renewable Energy Source: Synthesis and Applications. Journal of Chemical Education, 87(7), 691-696. 2010.
[37] Jiang, L., & Ji, X. Xylene: Production, Properties, and Industrial Applications. Chemical Engineering Journal, 348, 569-577. 2018.
[38] Bilgiç, C., & Bilgiç, Ş. Fourier Dönüşümlü Kızılötesi (FTIR) Spektroskopisinin Killerin Analizlerinde Kullanılması. Nevşehir Bilim ve Teknoloji Dergisi, 8, 37-46. 2019.
[39] İnternet: https://devotrans.com/tr/nedir/3-nokta-egme-testi-nedir.html.
[40] İnternet: https://www.matil.org/tr/testler/3-nokta-egme-testi-1069.html.
[41] İnternet: https://www.zwickroell.com/industries/composites/interlaminar-shear-strength-ilss/.
[42] İnternet: https://www.zwickroell.com/industries/composites/interlaminar-shear-strength-ilss/.

[43] İnternet: https://www.laboratuar.com/testler/kimyasal-testler/sem-taramali-elektron-mikroskopisi/.
[44] İnternet: https://www.yyu.edu.tr/laboratuvar/lab-bilim-uygulama-ve-arastirma.
[45] İnternet: https://en.wikipedia.org/wiki/Thermogravimetric_analysis.
[46] https://www.mt.com/tr/tr/home/products/Laboratory_Analytics_Browse/TA_Family_Browse/DMA.html?cmp=sea_06012047&SE=GOOGLE&Campaign=MT_ANA-TA_TR_TR&Adgroup=DMA+-+Analysis&bookedkeyword=dma%20analizi&matchtype=p&adtext=535140255278&placement=&network=g&kclid=.
[47] Acar O, Varis S, Isık T, Tirkes S,. Synthesis and characterization of novel high temperature structural adhesives based on nadic end capped MDA-BTDA-ODA copolyimide. 2018.
[48] Mustafa Çakır, Emre Akın. Characterization of carbon fiber-reinforced thermoplastic and thermosetting polyimide matrix composites manufactured by using various synthesized PI precursor resins . 2022.
[49] İnternet: https://egematal.ege.edu.tr/files/egematal/icerik/DMA.pdf.

6. ÖZGEÇMİŞ



Ad-Soyad: : Filiz AYDOĞAN

ÖĞRENİM DURUMU:

- **Lisans :** 2018, Yıldız Teknik Üniversitesi, Kimya Metalurji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü
- **Yükseklisans :** 2024, Marmara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji Malzeme Mühendisliği

MESLEKİ DENEYİM:

- 2018-2020 Erbay Alüminyum, Proje Sorumlusu