



**HİDROTERMAL KARBON KAPLI-KARBON
FİBER İLE GÜÇLENDİRİLMİŞ POLİETİLEN
KOMPOZİTLERİN MEKANİK VE TERMAL
ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

Emircan KORAL

**2021
YÜKSEK LİSANS TEZİ
METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ**

**Tez Danışmanı
Dr. Öğr. Üyesi Nurettin ELTUĞRAL**

**HİDROTERMAL KARBON KAPLI-KARBON FİBER İLE
GÜÇLENDİRİLMİŞ POLİETİLEN KOMPOZİTLERİN MEKANİK VE
TERMAL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

Emircan KORAL

**T.C.
Karabük Üniversitesi
Lisansüstü Eğitim Enstitüsü
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalında
Yüksek Lisans Tezi
Olarak Hazırlanmıştır**

**Tez Danışmanı
Dr. Öğr. Üyesi Nurettin ELTUĞRAL**

**KARABÜK
Eylül 2021**

Emircan KORAL tarafından hazırlanan “HİDROTERMAL KARBON KAPLI-KARBON FİBER İLE GÜÇLENDİRİLMİŞ POLİETİLEN KOMPOZİTLERİN MEKANİK VE TERMAL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ” başlıklı bu tezin Yüksek Lisans Tezi olarak uygun olduğunu onaylarım.

Dr. Öğr. Üyesi Nurettin ELTUĞRAL
Tez Danışmanı, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Bu çalışma, jürimiz tarafından Oy Birliği ile Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalında Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir. 20.09.2021

<u>Ünvanı, Adı SOYADI (Kurumu)</u>	<u>İmzası</u>
Başkan : Prof. Dr.Fatma MEYDANERİ TEZEL (KBÜ)
Üye : Prof. Dr. Yasin ARSLAN (MAKÜ)
Üye : Dr. Öğr. Üyesi Nurettin ELTUĞRAL (KBÜ)

KBÜ Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Yönetim Kurulu, bu tez ile, Yüksek Lisans derecesini onamıştır.

Prof. Dr. Hasan SOLMAZ
Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Müdürü

“Bu tezdeki tüm bilgilerin akademik kurallara ve etik ilkelere uygun olarak elde edildiğini ve sunulduğunu; ayrıca bu kuralların ve ilkelerin gerektirdiği şekilde, bu çalışmadan kaynaklanmayan bütün atıfları yaptığımı beyan ederim.”

Emircan KORAL

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

HİDROTERMAL KARBON KAPLI-KARBON FİBER İLE GÜÇLENDİRİLMİŞ POLİETİLEN KOMPOZİTLERİN MEKANİK VE TERMAL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Emircan KORAL

Karabük Üniversitesi

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Tez Danışmanı:

Dr. Öğr. Üyesi Nurettin ELTUĞRAL

Eylül 2021, 52 sayfa

Bu çalışmada, karbon fiber (CF) ve Hidrotermal karbon kaplı-CF ile takviyeli termoplastik polietilenin mekanik ve termal özelliklerinin incelenmesi hedeflenmiştir. Dolayısıyla eşsiz özelliklere sahip yapısı gereği kırılmış karbon fiberler kullanılmıştır. Karbon fiberlerin yüzeyleri hidrotermal karbonizasyon yöntemi (HTC) ile kaplanmıştır. HTC kaplı karbon fiberlerin yüzey modifikasyonu Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile incelenmiştir. Ekstrüder ve enjeksiyon kalıplama yöntemi öncesinde, CF-HTC yüzeyinde bulunan HTC ile polietilen arayüzeyindeki pürüzlülüğün artırılması için 12 saat boyunca potasyum hidroksit (KOH) aktivasyonu yapılmıştır. KOH aktivasyonu yapılan fiberler 650 °C sıcaklıkta ısıl işleme tabi tutulmuştur. Enjeksiyon kalıplama yöntemi ile üretilen polietilen polimer kompozit malzemenin dayanımlarını belirlemek için çekme ve aşınma testleri uygulanmıştır. Üretilen termoplastik polietilen KOH/HTC-CF polimer kompozitin, yüzey

modifikasyonu SEM ve FTIR analizleriyle incelenmiştir. Mekanik özellikleri için çekme dayanımı, aşınma ve termogravimetrik (TGA) Analizi yapılmıştır.

Anahtar Sözcükler : Hidrotermal Karbonizasyon, Karbon Fiber, Polimer Kompozit,
KOH Aktivasyonu.

Bilim Kodu : 91520

ABSTRACT

M. Sc. Thesis

INVESTIGATION OF MECHANICAL AND THERMAL PROPERTIES OF HYDROTHERMAL CARBON COATED-CARBON FIBER REINFORCED POLYETHYLENE COMPOSITES

Emircan KORAL

Karabük University

Institute of Graduate Programs

Department of Metallurgical and Materials Engineering

Thesis Advisor:

Assist. Prof. Dr. Nurettin ELTUĞRAL

September 2021, 52 pages

In this study, it is aimed to examine the mechanical and thermal properties of thermoplastic polyethylene reinforced with carbon fiber (CF) and hydrothermal carbon-coated CF. Therefore, chopped CFs have been used due to their unique properties. CFs were coated by hydrothermal carbonization method (HTC). Surface modification of HTC coated carbon fibers was investigated by SEM. Before the extruder and injection molding method, it was kept in a potassium hydroxide (KOH) bath for 12 hours in order to increase the pores (porosity) at the interface of HTC and polyethylene on the CF-HTC surface. The fibers kept in the KOH bath were heat treated at 650°C. Tensile and abrasion tests were applied to determine the strength of the polyethylene polymer composite material produced by the injection molding method. The surface modification of the produced thermoplastic polyethylene KOH/HTC-CF polymer

composite was investigated by SEM and FTIR techniques. Tensile strength, abrasion and thermogravimetric (TGA) were performed for its mechanical properties.

Key Word : Carbon Fiber, hydrothermal carbonization, Polymer Composite, KOH activation.

Science Code : 91520

TEŞEKKÜR

Bu tez çalışmasının planlanmasında, araştırılmasında, yürütülmesinde ve oluşumunda ilgi ve desteğini esirgemeyen, engin bilgi ve tecrübelerinden yararlandığım, yönlendirme ve bilgilendirmeleriyle çalışmamı bilimsel temeller ışığında şekillendiren sayın hocam Dr. Öğr. Üyesi Nurettin ELTUĞRAL'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Deneysel çalışmalarımı gerçekleştirdiğim Karabük Üniversitesi Demir Çelik Enstitüsü'ndeki görevli hocalarım, Dr. Öğr. Üyesi Hamza ŞİMŞİR'e, Dr. Öğr. Üyesi Yasin AKGÜL'e ve diğer tüm çalışanlara teşekkür ederim. Ayrıca çalışmamın deneysel aşamasındaki yardımlarından dolayı Doç. Dr. Yasin KANBUR'a, mekanik testler için Dr. Ümit Tayfun'a teşekkür ederim.

Bu çalışma, Karabük Üniversitesi, Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü tarafından KBÜBAP-21-DS-049 proje numarası ile desteklenmiştir. Tez çalışmama desteklerinden dolayı KBÜ BAP Koordinatörlüğüne teşekkürlerimi sunarım.

Tez yazım aşamasında bilgi ve tecrübeleri ile bana destek olan yol gösteren saygı değer hocam Dr. Öğr. Üyesi Sedef ŞİŞMANOĞLU'na teşekkür ederim.

Tezimin her aşamasında bana yardımcı olan tüm bu süreçte destekleri ile her zaman yanımda olan Deniz YAYLA'a sonsuz teşekkür ederim

Sevgili aileme manevi hiçbir yardımı esirgmeden yanımda oldukları için tüm kalbimle teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
KABUL.....	ii
ÖZET.....	iv
ABSTRACT.....	vi
TEŞEKKÜR.....	viii
İÇİNDEKİLER	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	xii
ÇİZELGELER DİZİNİ	xiv
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	xv
BÖLÜM 1	1
GİRİŞ	1
BÖLÜM 2	3
KOMPOZİT MALZEMELER.....	3
2.1. KOMPOZİT MALZEMELER AVANTAJLARI VE DEZAVANTAJLARI.....	3
2.2. KOMPOZİT MALZEMELERİN MATRİS ELEMANINA GÖRE SINIFLANDIRILMASI	5
2.2.1. Metal Matrisli Kompozitler	5
2.2.2. Seramik Matrisli Kompozitler	6
2.2.3. Polimer Matrisli Kompozitler	6
2.3. TAKVİYE ELEMANINA GÖRE POLİMER MATRİSLİ KOMPOZİTLER	8
2.3.1. Parçaçık Takviyeli Kompozitler	9
2.3.2. Tabakalı Kompozitler	9
2.3.3. Karma Kompozitler	10
2.3.4. Elyaf Takviyeli Kompozitler	10

	<u>Sayfa</u>
BÖLÜM 3	12
KARBON FİBER POLİMER KOMPOZİTLER.....	12
3.1. NEDEN KIRPILMIŞ KARBON FİBER?.....	13
3.2. KARBON FİBER POLİMER KOMPOZİTLERİN ÜRETİM YÖNTEMLERİ	13
3.2.1. Sıkıştırma Kalıplama	13
3.2.2. Transfer Kalıplama	14
3.2.3. Enjeksiyonlu Kalıplama Yöntemi.....	14
3.2.4. Ekstrüzyonla Kalıplama Yöntemi.....	15
3.2.5. Şişirme Yöntemi	15
3.3. KARBON FİBER POLİMER KOMPOZİTLER İLE İLGİLİ LİTERATÜR ÇALIŞMALARI.....	16
BÖLÜM 4	18
HİDROTERMAL KARBONİZASYON	18
BÖLÜM 5	23
MATERYAL VE YÖNTEM.....	23
5.1. KULLANILAN MALZEMELER VE EKİPMANLAR	23
5.2. HİDROTERMAL KARBONİZASYON İLE MODİFİYE EDİLMİŞ KARBON FİBERLERİN SENTEZİ.....	24
5.3. POTASYUM HİDROKSİT(KOH) AKTİVASYONU	25
5.4. KARBON ELYAF POLİMER KOMPOZİT MALZEMELERİN ÜRETİMİ	25
5.5. KARAKTERİZASYON YÖNTEMLERİ.....	27
5.5.1. Alan Emisyonlu Taramalı Elektron Mikroskobu (FESEM)	28
5.5.2. ATR/FTIR Analizi	28
5.5.3. Aşınma Testi	29
5.5.4. Çekme Testi	29
5.5.5. DTA – Termogravimetrik Analiz	30
BÖLÜM 6	31
DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA.....	31
6.1. HTC-CF ve KOH-HTC-CF MORFOLOJİK ÖZELLİKLERİ.....	31

	<u>Sayfa</u>
6.1.2. HTC-CF ve KOH-HTC-CF Yüzey Modifikasyonu	31
6.1.2.1. FESEM Analizi	31
6.1.2.2. ATR/ FTIR Analizi	32
6.2. PE - CF ve PE/KOH – CF - HTC KOMPOZİTLERİN MEKANİK TERMAL VE MORFOLOJİK ÖZELLİKLERİ	34
6.2.1. PE-CF ve PE/KOH-HTC-CF Kompozitlerin Yüzey Modifikasyonu	34
6.2.1.1. PE-CF Polimer Kompozitlerin FESEM Analizi	34
6.2.1.2. PE/ KOH-HTC-CF FESEM Analizi	36
6.2.2. PE-CF ve PE/ KOH-HTC-CF Kompozitlerin Mekanik Özellikleri	37
6.2.2.1. PE, PE-CF ve PE/KOH-HTC-CF Kompozitlerin Çekme Testi.....	37
6.2.2.2. PE-CF ve PE/KOH-HTC-CF Kompozitlerin Aşınma Özellikleri ..	40
6.2.2.3. PE-CF ve PE/KOH-HTC-CF Kompozitlerin Termogravimetrik Analiz.....	41
BÖLÜM 7	44
SONUÇLAR	44
KAYNAKLAR	47
ÖZGEÇMİŞ	52

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa

Şekil 2.1. Kompozitlerin yapısı	3
Şekil 2.2. Matris elemanına göre kompozit çeşitleri	5
Şekil 2.3. Kristal ve Amor Yapı Zincirleri.....	7
Şekil 2.4. Etilenin polietilene dönüşümü.	7
Şekil 2.5. Takviye elemanına göre kompozit çeşitleri	9
Şekil 2.6. Tabaklı kompozitlerin yapısı	10
Şekil 2.7. a) Rastgele dizilim, b) tek yönlü, c) sürekli paralel çift yönlü, d) sürekli çift ve çapraz yönlü, e) üç boyutlu.	11
Şekil 3.1. a) Sürekli fiber, b) Süreksiz fiber.....	12
Şekil 3.2. Sıkıştırma prosesi şematik gösterimi	13
Şekil 3.3. Transfer kalıplama prosesi	14
Şekil 3.4. Enjeksiyon kalıplama yöntemi şematik gösterimi	15
Şekil 4.1. Van Krevelen diyagramı	19
Şekil 4.2. Hidrotermal karbonizasyon yönteminin aşamaları	20
Şekil 5.1. Teflon hazneli paslanmaz çelik ceketli otoklav.	24
Şekil 5.2. a) Saf CF b) HTC–CF	25
Şekil 5.3. Laboratuvar ölçekli çift vidalı ekstrüder	26
Şekil 5.4. Mikro enjeksiyon makinesi	27
Şekil 5.5. Alan etkili taramalı elektron mikroskobu (FESEM)	28
Şekil 5.6. FT-IR Spektrometre Cihazı.	29
Şekil 5.7. UTS Tribometer T10 aşınma cihazı	29
Şekil 5.8. Termogravimetrik Analiz Cihazı	30
Şekil 6.1. HTC- CF ve KOH/ HTC- CF FESEM Analiz Görüntüleri	32
Şekil 6.2. a) HTC b) CF c)HTC -CF ve d)KOH/ CF-HTC FTIR Spektrumları	33
Şekil 6.3. a) %5 PE-CF b) %10 PE-CF ve c) %20 PE-CF FESEM Analiz Görüntüleri	35
Şekil 6.4. a) %5 PE/KOH – HTC - CF b) %10 PE/ KOH – HTC - CF ve c) %20 PE/KOH – HTC - CF FESEM Analiz Görüntüleri	36
Şekil 6.5. PE - CF polimer kompozitlerin çekme diyagramı	38
Şekil 6.6. PE/KOH - HTC - CF polimer kompozitin çekme diyagramı	39

Sayfa

Şekil 6.7. PE, PE/CF ve PE/KOH – HTC – CF kompozitlerin aşınma yüzey alanları grafiği..... 40

Şekil 6.8. Saf PE, PE-CF ve PE/KOH – HTC -CF polimer kompozitlerin 42

ÇİZELGELER DİZİNİ

	<u>Sayfa</u>
Çizelge 6.1. PE, PE-CF ve PE/ KOH-HTC-CF mekanik özellikleri	37
Çizelge 6.2. PE, PE-CF ve PE/ KOH-HTC-CF aşınma özellikleri.....	41
Çizelge 6.3. Saf PE, PE-CF ve PE/KOH-HTC-CF TGA verileri	43

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

SİMGELER

S	: Saat
g	: Gram
°C	: Santigrat Derece
°K	: Kelvin Derece
L	: Litre
cm	: Santimetre
µm	: Mikrometre
MPa	: Mega Paskal
atm	: Atmosfer Basıncı Birimi
HTC	: Hidrotermal Karbonizasyon
HMF	: Hidroksi Metil Furfural
FF	: Furfural
AFM	: Atomik Kuvvet Mikroskobu
FTIR	: Fourier Dönüşümlü İnfrared
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
FESEM	: Alan Taramalı Elektron Mikroskobu
TGA	: Termogravimetrik Analiz

BÖLÜM 1

GİRİŞ

Günümüzde üretilen malzemelerin dayanımı ve kullanım ömrü önemli bir faktör haline gelmiştir. Son yıllarda üretilen kompozitlerin %90 ında polimer malzemeler matris elemanı olarak kullanılmaktadır. Kompozit malzeme; iki veya daha fazla malzemenin birleştirilmesiyle oluşturulan malzeme türüdür [1]. Polimer malzemeler ise günlük hayatımızda en yaygın kullanılan plastik, boya vb. ürünlerin ham maddesidir. Bu sebeple çevre şartlarına karşı dayanıklı olan polimer kompozit malzemeler, kimyacıların ve tasarım mühendislerinin dikkatini çekmektedir. Tek başına üretilen polimer malzemelerin istenilen özelliği vermemesi ve tüketicinin isteğini karşılamaması sebebiyle kompozit sektöründe polimerlere olan ilgi artmaktadır. Günümüzde otomotiv, telekomünikasyon, uçak ve uzay sanayisinin gelişmesinden dolayı karbon fiber ve termoplastik polimer ile üretilen kompozit malzemeler için arge çalışmalarına önem verilmeye başlanmıştır [1].

Karbon fiber takviyeli polimer kompozitlerde, fiber olarak kullanılan karbon fiberler, elde edilen malzemenin aşınma ve darbe direncini yükseltmesi sebebiyle önemli bir katkı maddesi haline gelmiştir [1,2]. Karbon fiberler yüzey alanlarının az oluşu nedeniyle genellikle yüzeyde bir boyutlandırma ile alan artışı sağlanmaktadır. Bu durum, fiber / matris bütünleşmesini sağlayarak karbon fiberleri işlemeyi oldukça kolay hale getirmektedir [3]. Karbon fiberler ile elde edilen kompozit malzemeler birçok uygulamada (yakıt hücreleri, gaz depolama, otomotiv sektörü, elektromanyetik koruyucu malzemeleri ve rüzgâr türbinleri gibi) kullanılmaktadır. İstenilen özelliklere sahip karbon fiber polimer kompozit üretmek için bilimciler ve arge mühendisleri tarafından birden fazla proses geliştirilmiştir. Karbon bazlı malzeme üretimi için hidrotermal karbonizasyon (HTC) yöntemi ile kaplanan karbon fiberlerin üretimi kontrol edilebilir olduğundan malzemenin çok

yönlülüğü, düşük sıcaklıkta elde edilebilirliği, kolay üretimi ve maliyetinin düşük olması sebebiyle polimer kompozit alanında önemli bir yere sahiptir. Yüksek reaktivitelere ve kontrol edilebilir morfolojilere sahip karbon kaynaklı malzemelerin sentezinde hidrotermal karbonizasyon yöntemi, önemli avantajları nedeniyle karbon küreler, karbon kaplı partiküller ve çok yönlü karbon esaslı kompozitler üretmek için en yaygın kullanılan yöntemdir [4].

Polimer kompozit üretiminde, en yaygın kullanılan dolgu maddesi termoplastik polietilendir. Termoplastik polietilen, ısıtılarak tekrar şekil alabilen, kimyasal maddelerden etkilenmeyen ve fiziksel özellikleri yüksek olan polimer malzeme türüdür. Polietilen katkı maddesi olarak diğer yapı bileşenleriyle ekstrüder ve enjeksiyon kalıplama yöntemi ile üretilir. Polimer kompozit malzemelerin ucuz ve kolay elde edilebilir olması sebebiyle endüstriyel alanlarda üretimi gelişmektedir [5].

Bu tez çalışması üç bölümden oluşmaktadır. İlk olarak glukoz ve deiyonize su çözeltisi hazırlanarak hidrotermal reaktör içine saf karbon fiber ile birlikte eklenmiştir. Hazırlanan hidrotermal reaktör 180 °C'de 15 saat ısıtılma tabi tutularak HTC kaplı karbon fiberler elde edilmiştir.

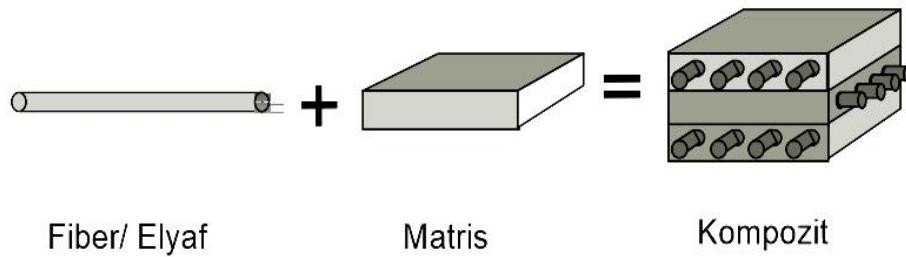
İkinci bölümde, Hidrotermal reaksiyon sonucu elde edilen HTC kaplı karbon fiberlere HTC'lerin daha iyi sekronizasyon sağlaması için KOH aktivasyonu yapılmıştır. Daha sonra ısıtılma tabi tutularak modifiye edilmiştir. Isıtılma sonucunda HTC'lerin fiber yüzeyine daha iyi tutunması hedeflenmiştir.

Tezin üçüncü ve son bölümünde, üretimi yapılan karbon kaplı fiberler alçak yoğunluklu polietilen ile 200 °C'de 100 rpm'de 5 dakika boyunca ekstrüder de karıştırılmıştır. Kompozitler Alçak Yoğunluklu Polietilen (AYPE) ile %5, %10, %20 karbon kaplı fiber ile 210 °C üretilen HTC kaplı polimer nanokompozitlerin, mekanik ve termal özelliklerinin araştırılması hedeflenmiştir.

BÖLÜM 2

KOMPOZİT MALZEMELER

Kompozit malzemeler, birbiri içinde çözünmeyen takviye ve fiber/matris olarak adlandırılan farklı iki malzemenin bir araya gelmesiyle elde edilen malzeme türüdür. Kompozit malzemelerin temeli 3 ana bileşenden oluşur. Bu bileşenler matris, takviye elemanı ve katkı maddeleri olarak adlandırılır. Matris elemanı kompozit yapının sürekli fazını teslim eder. Matris malzemenin seçiminde yüzey kalitesi, aşınma ve darbe dayanım direncinin ortam şartlarına uygun olması gerekir. Takviye elemanı matris içerisinde bulunan gömülü faza denir. Takviye malzeme seçiminde malzemenin aşınma direnci, dayanımı, mukavemeti, iletkenliği ve maliyetinin düşük olması gibi unsurlar önemlidir. Kompozit yapı içerisine takviye elemanı, fiber(elyaf) ve parçacık gibi farklı yöntemlerle katılabilir. Tasarımı yapılan kompozit malzemenin takviye ve matris elemanın özellikleri kullanılacak alana göre iyi bilinmelidir. Katkı maddeleri, kompozit yapıdaki fiber/matris uyumunun geliştirilmesi için kullanılan kimyasal ve diğer dolgu malzemeleridir [6,7]



Şekil 2.1. Kompozitlerin yapısı [7].

2.1. KOMPOZİT MALZEMELER AVANTAJLARI VE DEZAVANTAJLARI

Kompozit malzemeler arge çalışmalarında mühendisler ve tasarımcılar için oldukça yaygındır. Bunun en önemli etkeni kompozit malzemelerin göstermiş olduğu fiziksel

ve kimyasal etkilerdir. Kompozit yapıyı oluşturulan malzemelerin göstermiş olduğu etkilerin yanı sıra bir çok avantajı mevcuttur. Bu özellikler;

- Yüksek rijitlik,
- Düşük ağırlık,
- Yüksek mukavemet,
- Yüksek yorulma dayanımı
- Yüksek aşınma direnci
- Korozyon direnci,
- Tasarım esnekliği ve estetiklik,
- Isıl ve termal özellikler gibi avantajlar sağlamaktadır [7,8].

Kompozit malzemelerin sahip olduğu bazı dezavantajlar ise şöyle sıralanabilir.

- Üretimi zor ve pahalıdır.
- Belli bir kalite standardı yoktur.
- Geri dönüştürülemeyen malzemedir.
- Değişik doğrultuda değişik mekanik özelliklere sahip olup, çekme, basma, kesme, eğilme mukavemet değerleri farklıdır.
- Matris elemanı olarak polimerler kullanıldığında polimer kompozitlerin ısı ve kimyasal dirençleri düşük olabilir. Ayrıca farklı mukavemet değerine sahip olabilir.
- Yapıdaki hava kesecikleri ve nem mekanik - yorulma özelliklerini etkiler [9].

2.2. KOMPOZİT MALZEMELERİN MATRİS ELEMANINA GÖRE SINIFLANDIRILMASI



Şekil 2.2. Matris elemanına göre kompozit çeşitleri [10].

Kompozit malzemelerde, polimer, seramik, metal ve karbon malzemeler matris fazında kullanılabilir. Metal ve polimer matrisler esnek bir yapıya sahip iken, seramik matrisler gevrek yapıdadır.

Kompozit malzemelerde matris elemanın görevleri;

- Matris, takviye elemanı olan fiberden daha az yük taşımalıdır. Bu sebeple matris, malzemeye olan gerilimi fiberlere taşıyacağından elastik bir yapıya sahip olmalıdır.
- Matris elemanının bir diğer görevi takviye edilen malzemeyi çevresel etkenlerden dolayı oluşabilecek fiziksel ve kimyasal reaksiyonlardan korumalıdır.
- Matris kendi içerisinde bulunan fiberleri birbirlerinden ayrı tutmaktadır. Bunun sebebi fiberlerin kendi aralarında aktarılan yük karşılığında kırılmasını engellemektir [8].

2.2.1. Metal Matrisli Kompozitler

Malzemenin genel yapısında bulunan fiber- partiküllerin (Karbon, Silisyum Karbür vb.) metal matris (Ti, Al, Mg) içinde bulunması metal matrisli kompozit olduğunu göstermektedir. Fiber ve partikül takviyeleri metalin özelliklerini etkilemekte olup, metal matrisli yapının sertlik, çekme ve kayma mukavemetini iyileştirirken, elektrik

ve termal iletkenliđini dūřürmektedir. Bu tür kompozit yapılar presleme, vakumlama, eritme gibi proseslerin uygulanması sonucu elde edilebilir. Metal matrisli kompozit yapılar havacılık ve uzay endüstrisi gibi yerlerde kullanılır [10,11].

2.2.2. Seramik Matrisli Kompozitler

Al_2O_3 , SiC, Si_3N_4 , B_4C , CbN, TiC, TiB, TiN, AlN gibi bileşikler kullanılarak seramik matrisli kompozitler elde edilebilir. Partikül ve elyaf takviyesiyle seramik matris kompozitlere yüksek mukavemet ve ısı dayanımı sağlanabilir. Fakat sert ve gevrek bir yapıda olması neticesinde karbon fiber takviye edilerek termal iletkenliđi artırılabilir. Seramik matrisli kompozit yapılar askeri zırh ve parçaların üretiminde, uzayda kullanılacak araçların imalatında kullanılır [12].

2.2.3. Polimer Matrisli Kompozitler

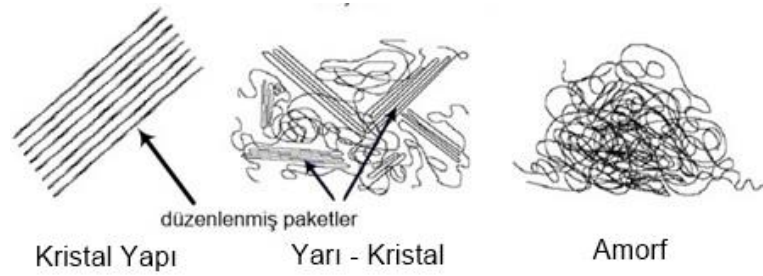
Polimer, monomer olarak adlandırılan küçük moleküllerin oluşturduđu yüksek molekül ađırlıklı zincirli bileşiklerdir. Polimer matrisli kompozitlerin, gerilme kuvveti yüksektir, kırılmaya ve çatlamaya karşı dayanıklıdır, aşınma ve korozyon direnci yüksektir, termal dirençlerinin düşük olması, termal genleşmenin yüksek olması en önemli dezavantajıdır. Polimer matrisli kompozitler, lif ile güçlendirilmiş kompozitler, polimer kaplamalar, mutfak eşyaları, telefon kulaklıđı, elektronik malzemelerin paketlenmesi, uçak yapıları, medikal ve ev gereçleri gibi malzemelerin üretiminde kullanılır [13]. Polimerler, termoplastikler ve termosetler olarak iki gruba ayrılır. Fakat en yaygın kullanılan polimer türü termoplastiklerdir [14].

2.2.3.1. Termosetler

Çapraz bađ yapıları çok fazla olduğundan sert polimer olarak adlandırılır. Isıl işlem yapıldıktan sonra tekrar şekil almayan malzeme türüdür. Termoset malzemeler, katkı maddeleri içeren reçinelerin ısı ile etkileşime girmesi neticesinde çapraz bađ yapısına dönüşerek elde edilir. Bu malzemeler, elektronik cihazlar, lif ile güçlendirilmiş kompozitler, polimer kaplamalar, mutfak eşyaları, telefon kapı ve kulaklıđının üretiminde kullanılır [8].

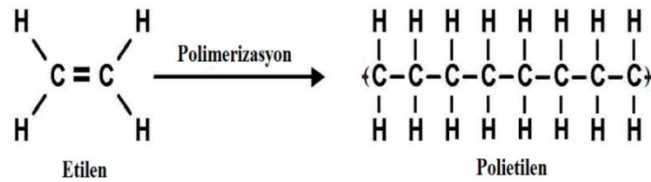
2.2.3.2. Termoplastikler

Plastik olarak adlandırılan ve katı halde bulunduğundan ısıtılarak yeniden şekillendirilen polimer malzeme türüdür. Termoplastikler amorf veya kristal yapıda bulunabilir. Şekil. 2.3.'de gösterildiği gibi amorf yapının zincir dizimi rastgeledir. Plastik yapılar genellikle kristal ve amorf zincir yapısını beraber taşıdıkları için yarı-kristal olarak tanımlanabilir. Kristal oranı polimerin performansını etkileyebilir. Bu polimer yapının kristalizasyon özelliği, molekül yapısı ve moleküllerin etkileşimi gibi faktörlere bağlıdır. En çok bilinen termoplastik malzemeler, naylon, polipropilen(PP), polifinilen sülfür (PPS), polietherimid (PEI) ve polietilen (PE) olarak gösterilebilir [15].



Şekil 2.3. Kristal ve Amor yapı zincirleri.

Polietilen; beyaz ve şeffaf bir yapıya sahiptir. Etilenin polimerizasyonu ile üretilen, en yaygın kullanılan termoplastik türüdür. Polietilen ile üretilen malzemenin farklı sıcaklık ve basınçta üretilebilir olması sebebiyle geniş bir proses uygulama alanına sahiptir [5].



Şekil 2.4. Etilenin polietilene dönüşümü [16].

Polietilen, kimyasal ve fiziksel özelliklere karşı dayanıklı olmasından dolayı bir çok endüstride kullanılmaktadır. Polietilenin mekanik özellikleri polimer zincirlerinin

uzunluđuna ve dallanma derecelerine, kristal yapıya ve molekül ađırlıđına gre deđiřir. Kısa zincirli rnler kırılđan yapıdır, uzun zincirli yapılar sert plastiklerdir. Polietilenler mekanik zelliklerine bađlı olarak ařađıda belirtilen sınıflara ayrılırlar: retim miktarına gre yksek yođunluklu, alçak- lineer yođunluklu olarak sınıflandırılabilir [15,16].

Ultra yksek molekül ađırlıklı polietilen (UYMPE), grubunu ieren polietilenlerin molekül ađırlıkları yksektir. Bu tr polimer malzeme ierisindeki zincirlerin kristal yapısının sıkıřık bir dzende olması sebebiyle malzeme ok serttir [17].

Yksek yođunluklu polietilen (YYPE), karbon zincirlerinde dallanmalar az olduđundan kristal veya yarı kristal bir polimer trdr. Bu sebeple polimerin gerilme kuvveti yksektir. Yapının kuvvetli, sert ve ok sıkıřık olması sebebiyle paketlemede, borularda, tanklarda kullanılabilir [18].

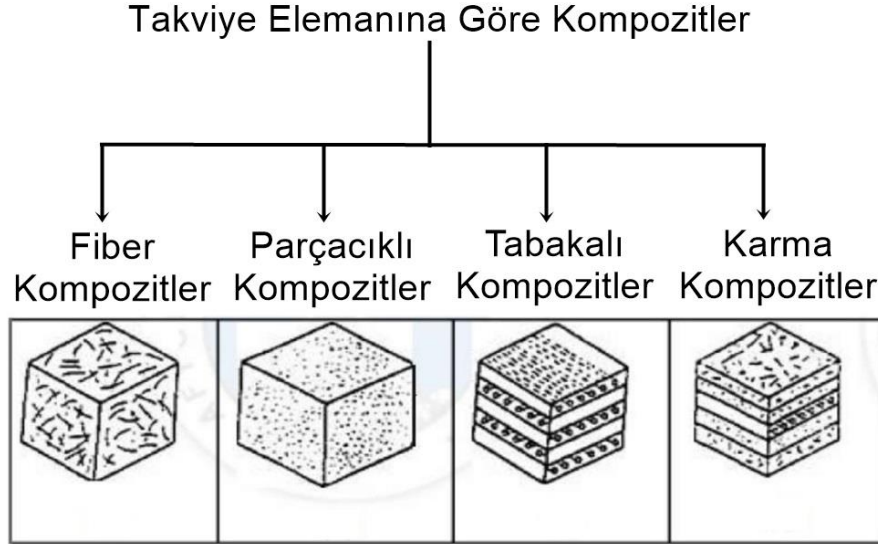
Lineer alçak yođunluklu polietilen (LAYPE), Zincirler zerinde kısa dallanmalara sahip ve dođrusal yapılı bir polimerdir, uzun bađ yapısına sahip olefinler ile etilenin kopolimerizasyonu ile elde edilir [12,16].

Alçak yođunluklu polietilen (AYPE), 70 - 200 °C sıcaklık ile 1000 - 3000 atm basınta retilir. Amorf bir yapıya sahiptir. Bu polietilen trnn performansı kopma direnci ve esnekliđinin yksek olmasına bađlıdır. Molekller arasındaki bađların zayıf olması polimerin gerilme gcn dřrr fakat snekliđini ykseltir. Alçak yođunluklu polietilen, maliyeti dřktr; kaplama, alminyum panel, levha kpk, řiřirme ekstrzyonu ve boru ekstrzyonunda kullanılmaktadır [16,17].

2.3. TAKVİYE ELEMANINA GRE POLİMER MATRİSLİ KOMPOZİTLER

Takviye elemanına gre tanecik takviyeli kompozitlerde matris bađlayıcı olarak grev yapmaktadır. Fiber takviyeli kompozitlerde matrisin iřlevi ise fiberleri bir arada tutarak malzemeye uygulanan yk fiberlere transfer eder, burada matris ykn en az olan kısmını tařımaktadır. Fiber takviye elemanına gre kompozitler srekli veya

sürekli olarak kullanılır. Sürekli fiberlerin sürünme, darbe dayanımı ve yorulma gibi özelliklerinin tahmin edilmesi sürekli fiberlere göre kolaydır [11].



Şekil 2.5. Takviye elemanına göre kompozit çeşitleri [11].

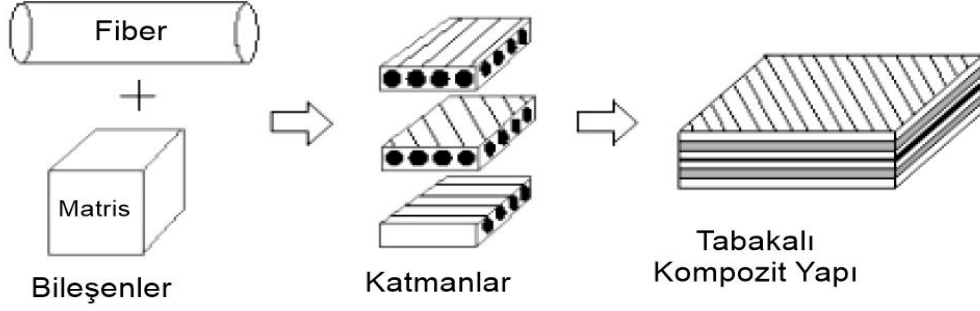
2.3.1. Parçacık Takviyeli Kompozitler

Parçacık takviyeli kompozitler de kullanılacak malzemenin boyutları ve özellikleri tasarlanan kompozit malzemenin kabiliyetini gösterir. Takviye elemanı olan parçacıklı yapı malzemenin sertliği artırır ama dış etkenlere karşı dayanımı düşüktür. Parçacıklı yapılar genellikle maliyeti azaltmak için kompozit üretimlerinde kullanılır. Bu parçacıklı takviye elemanları, katkı maddesi olarak kullanıldığında, yüzey enerjisi, hacmi, boyut kusurları ve homojenlikleri üretilecek olan kompozit yapıların performansını ortaya çıkarır [19].

2.3.2. Tabakalı Kompozitler

Fiberlerin sürekli ve süreksiz yönlenmelerine göre yüksek mukavemet elde edildiğinden en yaygın kullanılan kompozit türüdür. Metaller ve seramikler ile kıyaslandığında, mukavemetinin, ısı dayanımının, aşınma direncinin, görselliğinin ve muhteşem ısıl genleşme performansının yüksek olması sebebiyle kompozit sektöründe önemli bir yere sahiptir. Bu kompozit tipleri kullanım alanlarına, fiberlerin farklı

yönlenmesine ait tek tabakanın bir bütün haline getirilerek oluşturulması ile üretilen bütün malzemeler örnek verilebilir [20].



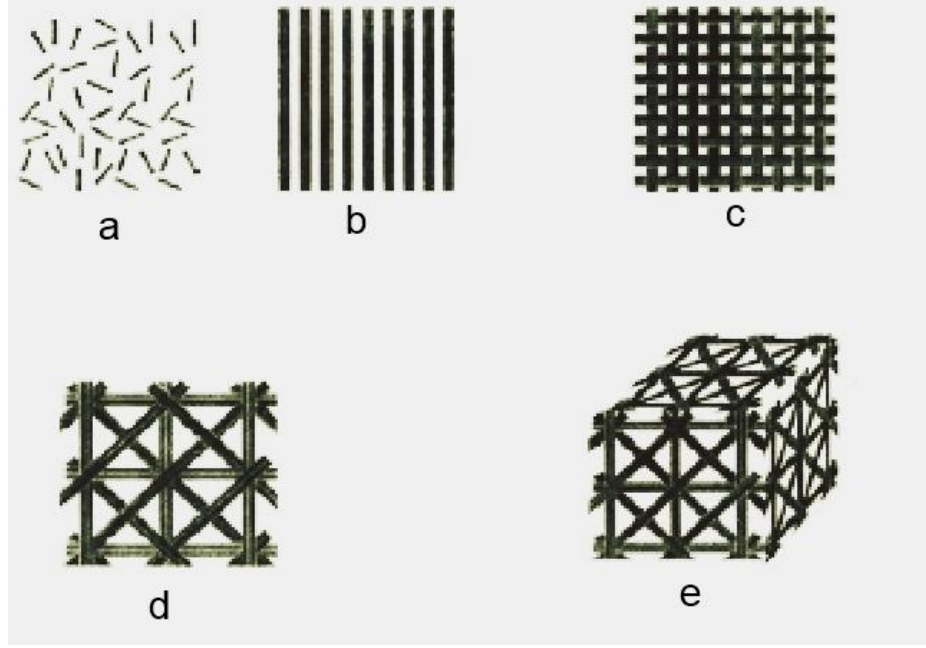
Şekil 2. 6. Tabaklı kompozitlerin yapısı [21].

2.3.3. Karma Kompozitler

İki veya daha fazla takviye malzemesine sahip hibrid kompozit olarak adlandırılır. Bu kompozit türü örneğin, kevlar (ucuz ve mukavemeti düşük) ve grafit (tokluğu düşük, maliyet ve mukavemeti yüksek) ile tasarlanan karma kompozit yapının grafitte göre tokluğu ve kevlarlara göre mukavemeti yüksektir. Polimer, metal ve seramik matris elemanları kullanılarak farklı kompozitler türleri elde edilebilir [10,18].

2.3.4. Elyaf Takviyeli Kompozitler

Elyaf, belirli bir ölçüde kesilmiş ve esnek malzeme olarak tanımlanır. Üretilen kompozit malzemeye dışarıdan uygulanan kuvveti karşılayan ana bileşen elyaftır. Bu sebeple üretilen malzeme için kullanılacak elyaf seçilirken, mekanikliği, miktarı ve kalınlığı, sürekli ve süreksiz yönlenmesi malzemenin performansını belirleyen en önemli faktördür. Şekil 2.3'de gösterilen elyaf yönlenmeleri malzemenin izotropik ve mekanik dayanımları gösterir.



Şekil 2.7. a) Rastgele dizilim, b) Tek yönlü, c) Sürekli paralel çift yönlü, d) Sürekli çift ve çapraz yönlü, e) Üç boyutlu [22].

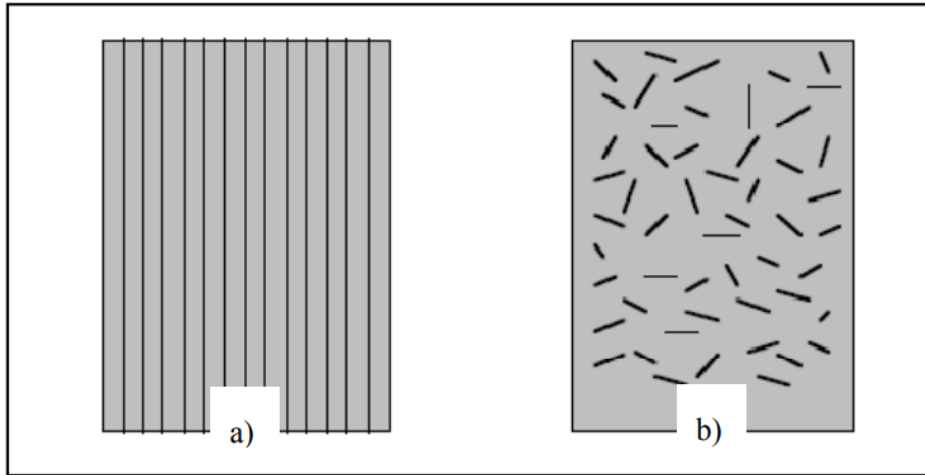
Uzunluk/çap oranı büyüdükçe matrisin elyafa bindirdiği yük artış göstermektedir. Kompozit üretiminde %90 polimer malzeme kullanıldığından, elyaf takviyeli kompozitlerin kullanımı alanı geniştir. Spor malzemelerinde (balıkçılık ve golf gibi), roketlerin motor bölümü çevreleyen kasalarda, basınca dayalı kaplarda, uçak ve helikopter komponentleri gibi malzemelerin yapımında çok yaygın kullanılmaktadır [9,10].

Bu tez çalışmasında; Karbon Fiber Takviyeli Polimer Kompozit üretimi gerçekleştirildiğinden, bölüm 3’de karbon fiber polimer kompozitlerden detaylı olarak bahsedilmiştir.

BÖLÜM 3

KARBON FİBER POLİMER KOMPOZİTLER

Fiber takviyeli polimer kompozit yapının üretiminde matris malzemesi olarak polimer kullanılır. Süreksiz ve sürekli fiber takviyeli polimer kompozit olarak iki grupta incelenebilir. Süreksiz fiber takviyeli polimer kompozitler, partiküllerin bir matris içerisinde yerleştirilmesi ile üretilir. Partiküllerin sertliği malzemenin mukavemetini belirler. Plastik matris içerisinde kullanılan metal partiküller ısı ve elektrik iletkenliğini sağlamasından dolayı en yaygın kullanılan yöntemdir [23].



Şekil 3.1. a) Sürekli fiber b) Süreksiz fiber [23].

Sürekli fiber takviyeli polimer kompozitler, yüksek özellikler gösterdiği gibi kırılmış elyafların matris yapıda yer almasıyla meydana gelmiştir. Matris içinde elyafların doğrultusunun matrislere paralel olduğunda yüksek, dik doğrultuda olduğun düşük mukavemet elde edilir. Elde edilen yapıda elyafların hatasız olması mukavemet için önemlidir [8].

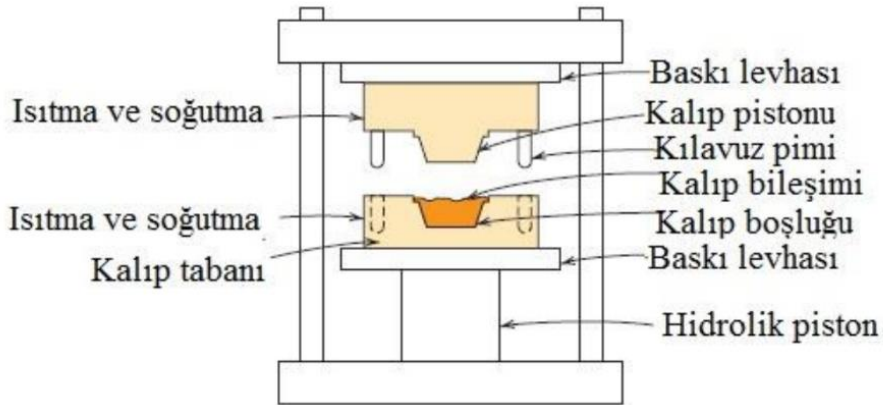
3.1. NEDEN KIRPILMIŞ KARBON FİBER?

Günümüzde tasarlanan polimerik kompozit malzemelerde, sağlamlık, esneklik, hafiflik, darbe dayanımı, sertlik, genleşme katsayıları, yorulma, çatlama ve kırılma, çekme, eğme dayanımları gibi malzemenin yeteneğini etkileyen özellikler aranır. Bütün istenen özellikleri tek bir polimer malzemede bulmak nadir rastlanan bir olaydır. Kompozit malzeme tasarımının genel amacı, polimerlerin yararlı özelliklerini geliştirmek için dolgu ve katkı malzemeleri ile birleştirilerek üretilmesi kompozit tasarımcılarının hedefi haline gelmiştir [14].

Karbon fiber, malzemeyi güçlendirmek için kullanılan ince, güçlü kristal karbon filamentlerinden yapılmıştır. Karbon fiber, sertliğinin, çekme mukavemetinin, kimyasal direncinin yüksek olması ve düşük termal genleşmeye sahip olması sebebiyle önemli bir katkı maddesidir. Karbon Fiberler katkı maddesi olarak kullanıldığında; üretilen malzemenin aşınma, kopma mukavemetini, sağlamlığı, elektrik iletkenliğini, yorulma ve burkulma direncini artırır. Bu sebeple tasarlanan polietilen kompozitin yeteneğini arttırmak için karbon fiber kullanılmıştır [21, 22].

3.2. KARBON FİBER POLİMER KOMPOZİTLERİN ÜRETİM YÖNTEMLERİ

3.2.1. Sıkıştırma Kalıplama

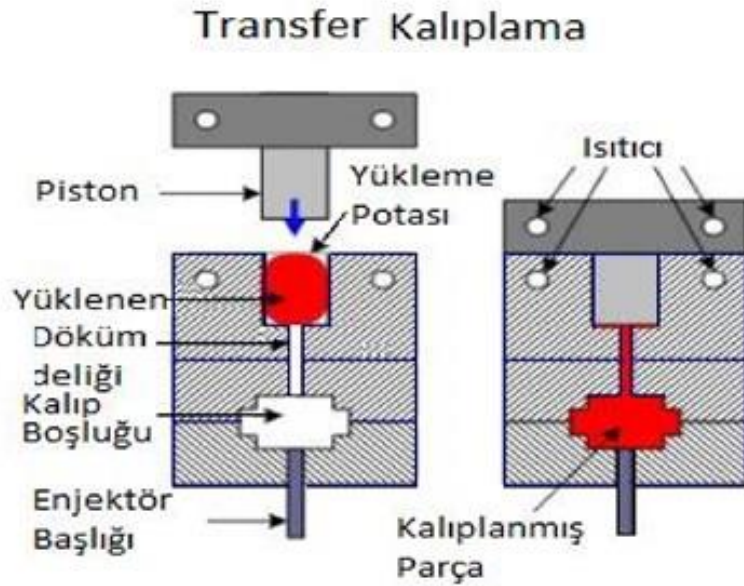


Şekil 3.2. Sıkıştırma süreci şematik gösterimi [26].

Sıkıştırma kalıplama prosesi, elyaf takviyeli termoset plastiklerin kalıplanması için geliştirilmiş bir yöntemdir. Yöntemde kalıplanacak hammadde açık halde bulunan kalıp boşluğuna yerleştirilir. Daha sonra kalıbın diğer yarısı kapatılarak, kalıplanacak parça sertleşip şekil alana dek sıcaklık ve basınç uygulanır. Uygulamada kalıp çeliği olarak yüksek sertlikteki çelikler seçilmelidir.

3.2.2. Transfer Kalıplama

Bu yöntem de sıkıştırarak kalıplama yöntemi gibidir. Kapalı ortamda basınç ile gerçekleşir. Transfer kalıplamayı sıkıştırarak kalıplamadan ayıran tek fark, polimerin kalıp içerisine yerleştirilme biçimidir. Sıkıştırarak kalıplamada yeterli miktarda polimer doğrudan kalıp içerisine konur, transfer kalıplamada ise basınç uygulanarak bir kanal yardımıyla kalıp boşluğuna gönderilir. Bu küçük ayrıntı, transfer kalıplamada kalıpların yüksek basınç altında kalmasını engeller ve kalıplar daha az zarar görürler.



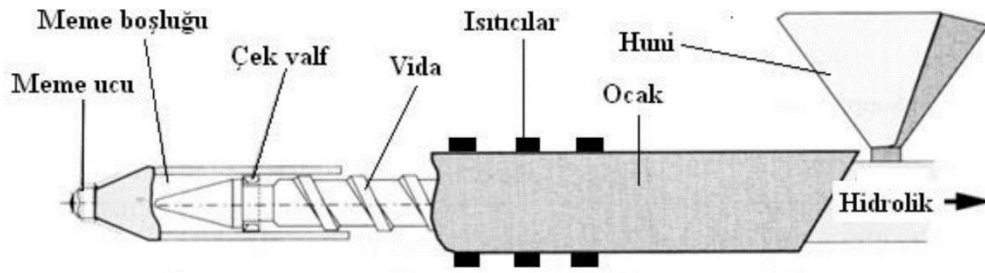
Şekil 3.3. Transfer kalıplama prosesi [22].

3.2.3. Enjeksiyonlu Kalıplama Yöntemi

En yaygın termoplastik polimer ve kompozit kalıplama yöntemidir. Tek kullanımlık ürünler bu yöntemle çok hızlı biçimde üretilebilir. Mühendislik malzemesi olarak

yüksek performans özelliklerine sahip polimerler bu yöntem ile geliştirilmiş ve otomotiv endüstrisinde her geçen gün daha önemli bir hale gelmiştir.

Plastik enjeksiyon kalıpları pahalı olduğundan, uygulama için kalıplarda benzersiz özellikler içeren kalıp çelikleri kullanılmaktadır. Kalıp çeliklerinin seçilmesi önemlidir. Planlanan ürünün, polimer cinsi, kalıp ebatları ve istenen yüzey özelliklerinin her biri farklı kalıp çeliklerinin kullanılmasını gerektirebilir.



Şekil 3.4. Enjeksiyon kalıplama yöntemi şematik gösterimi [27].

3.2.4. Ekstrüzyonla Kalıplama Yöntemi

Termoplastik ekstrüzyonu, sıcak hammaddenin uygun kalıba doğru yönlendirildiği bir proses türüdür. Elde edilen ürünler genellikle otomotiv endüstrisinde, mühendislik parçalarında kullanılır. Bu yöntemde polimer parçacıkları ve katkı maddeleri huni kısmına dökülerek döner vida yardımı ile çekilerek dönel bir şekilde delikten geçer. Delikten geçen ürün sonucunda istenilen ürün elde edilir.

3.2.5. Şişirme Yöntemi

Termoplastiklerin içi boş şekillendirilmesi olarak adlandırılır. Üretilmesi istenilen termoplastik hava basıncı ile şişirilir ve kalıbın yüzeyinde soğumaya başlar. Şişirme yöntemi düşük basınçlarda üretim yapılan mukavemet ve aşınma dayanımının orta seviyelerde olduğu bir üretim yöntemidir.

3.3. KARBON FİBER POLİMER KOMPOZİTLER İLE İLGİLİ LİTERATÜR ÇALIŞMALARI

Fang ve arkadaşları 2019 yılında yapmış oldukları bir çalışmada başlangıç malzemesi olarak glikoz ve fruktoz kullanılarak HTC yöntemi ile karbon fiberin yüzeyini hidroçar ile kaplamışlardır. Kaplama işlemi sırasında $FeCl_3$ 'nin hidroçar kaplı karbon fiberlerin oluşum süreci ve mekanizmasını araştırmışlardır. Çalışma sonunda, $FeCl_3$ varlığında gerçekleştirdikleri kaplama işlemi ile daha büyük karbon küreler elde ettikleri ve $FeCl_3$ kullanımının HMF oranının azalması ile doğru orantılı olarak işlemin oldukça hızlandığı bildirmişleridir. Elde etmiş oldukları yapıların, tekstil uygulamalarında ve elektronik aletlerde yüzey modifikasyonu için oldukça önem arz ettiğini belirtmişlerdir [26].

2017 yılında yapılan başka bir çalışmada, HTC yöntemi ile karbon fiberlerin yüzeyinde düzgün ve yoğun dikey hizalanmış bir şekilde ZnO nanotellerinin büyümesi işlemini gerçekleştirmişlerdir. Elde ettikleri yapıları kağıt esaslı sürtme malzemelerine etkileri araştırılmıştır. Araştırmalar sonucunda, yüzeyi ZnO telleri ile modifiye edilmiş karbon fiberlerin, modifiye edilmemiş karbon fiberlere göre yapının aşınma oranını %33 oranında azalttığını ve yüksek aşınma direnci ile karalılık gösterdiğini belirtmişlerdir. ZnO tellerinin karbon fiberlerin yüzeyinde büyütülerek modifiye sağlanması karbon fiberlerin tribolojik özelliklerini ciddi oranda iyileştirdiğini rapor etmişlerdir [25].

Lim ve arkadaşları 2017 yılında yapmış oldukları çekirdek/kabuk yapılı nanokompozitleri HTC yöntemi ile sentezlemişlerdir. Gözenekli dış kabuğu oluşturmak için $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de KOH aktivasyonu sağlamışlardır. Sentez sonucunda $1712,8\text{ m}^2\text{ g}^{-1}$ yüzey alanına sahip hidroçarlardan oluşan üç boyutlu gözenekli kabuk kısmı ve çekirdek kısmı Fe_3O_4 nanopartiküllerinden oluşan nanokompozitler elde edilmiştir. Elde edilen yapıların elektrokimyasal performanslarını araştırmışlardır. Çalışma sonucunda, elde ettikleri yapıların yüksek enerji yoğunluğuna sahip ve %95,1 kapasitans tutma özelliği ile elektrokimyasal performanslarının içi boş hidroçarlara göre oldukça iyileşme gösterdiğini bildirmişlerdir [28].

Lv ve arkadaşları tarafından hidrotermal karbonizasyon yöntemi farkı sıcaklıklarda (270-600-800 °C) nanokompozit sentezi gerçekleştirmişlerdir. Başlangıç malzemesi olarak selülozdan kullanarak 180 °C 12 saat sonunda Fe₃O₄ nanopartiküllerini azot katkılı hidrotermal karbon ile kaplamışlardır. Daha sonra elde ettikleri yapılar ile karbon fiberleri kaplayarak üç boyutlu nanokompozit yapıları elde etmişlerdir. Elde edilen yapıların elektrokimyasal özelliklerini incelemişlerdir. Sonuç olarak, yapıların elektrolit ömrünün 4000 döngüde %88,5 kapasitans tutma özelliğine sahip olduğu görülmüştür. Çalışma sonunda, elde edile bu yapıların kapasitör uygulamaları için umut vadetmektedir [29].

2019 yılında Song ve arkadaşları tarafından yapılan başka bir çalışmada başlangıç malzemesi olarak glikozdan HTC yöntemi ile 200 °C 6 saat'te karbon fiberler üzerine hidroçar kaplama işlemi gerçekleştirmişlerdir. Elde ettikleri yapılara ısı işlem uygulayarak hidroçar kaplı karbon fiber örgüleri elde etmişlerdir. Elde edilen yapıların yüzey pürüzlülüğün kontrolünü pH değeri ile ayarladıklarını belirtmişlerdir. Sentez sonucunda, hidroçar kaplı fiber örgülerin mekanik özellikleri ve ıslanabilirliğini araştırmışlardır. Araştırma sonucunda, akma dayanımının 0,044 MPa'dan 0,235 MPa'a çıktığı ve basınç dayanımının 0,198 MPa'dan 1,113 MPa'a çıktığını ve mükemmel emme kabiliyetine sahip olduğunu bildirmişlerdir [26].

Yapılan başka bir çalışmada, karbon elyafların yüzeyi hidroçarlar ile kaplanarak yüzey modifikasyonu sağlamışlardır. Başlangıç malzemesi olarak kullandıkları glikozu farklı oranlarda (2, 10, 15, 40 g) ekleyerek glikoz oranının karbon fiberlerin üzerindeki kaplamaya etkisini araştırmışlardır. Glikoz konsantrasyonunun artmasıyla kaplama kalınlığının arttığını belirtmişlerdir. Elde edilen yapıların, yüksek yüzey enerjili, geniş yüzey alanına sahip ve fazlaca fonksiyonel grup içerdikleri görülmüş ve çok iyi ıslatma kabiliyetine sahip olmaları sebebiyle bu yapıların kompozit malzemelerin arayüzeyini iyileştirmede önemli potansiyellerinin olduğunu rapor etmişlerdir [30].

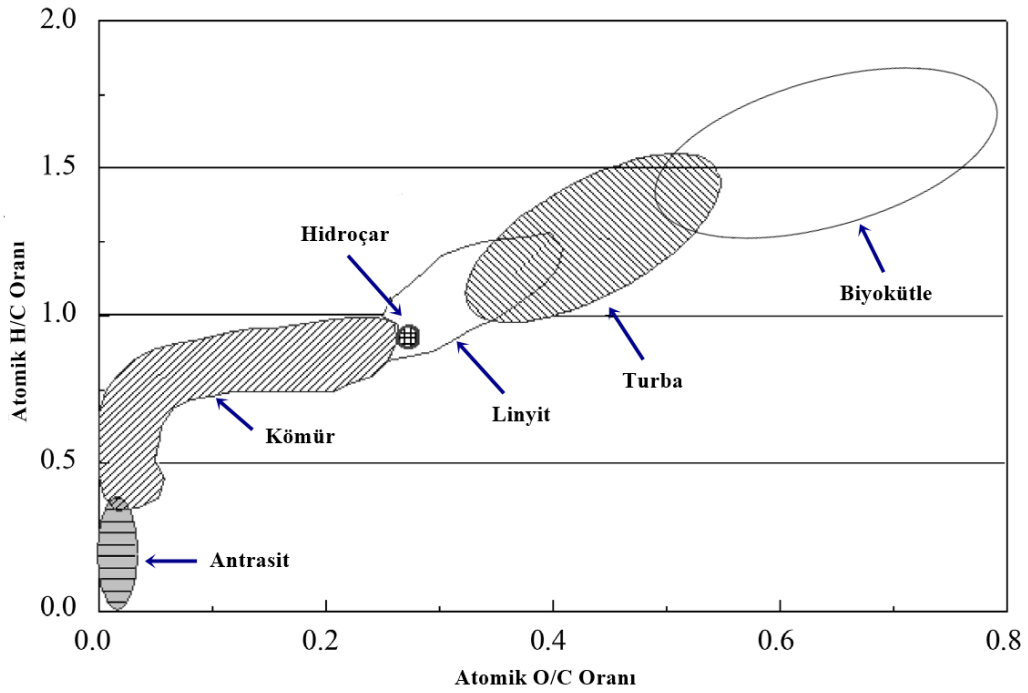
BÖLÜM 4

HİDROTERMAL KARBONİZASYON

Hidrotermal, sıcak suyun sirkülasyonu işlemidir. Karbonizasyon yöntemi, çevreye zararı olmayan, maliyeti düşük ve yenilenebilir enerji olarak adlandırılan biokütleyle, üretimi amaçlanan termo- kimyasal tekniktir. Karbonizasyon yöntemi diğer termokimyasal biyokütle dönüşüm tekniklerde olduğu gibi planlanan deneylerin değişkenlikleri neticesinde ürünün verimi ve özelliklerini belirler. Belli bir reaksiyon sıcaklığında ortamdaki suyun oluşturduğu yüksek basınç altında yapılan karbonizasyon işlemine hidrotermal karbonizasyon denir [31].

18. yüzyıla kadar uzanan hidrotermal karbonizasyon işlemi ile ilgili çeşitli çalışmalar yapılmıştır. Bergius ve arkadaşları 1913 yılında laboratuvar ortamında hidrotermal karbonizasyon yöntemi kullanarak selülozdan kömür ve benzeri karbon malzeme üretmişlerdir. 1932 yılında ise daha sistematik bir çalışma ile farklı sıcaklık aralıklarında (150 - 350 °C) çalışılarak sıcaklık parametresinin etkisi incelenmiştir[32]. Yapılan bu çalışmalar Bergius 1931 yılında kimya alanında Nobel ödülü kazandırmıştır. Schuhmacher vd. pH faktörünün hidrotermal karbonizasyon yönteminde C/H/O elementlerindeki bozunma mekanizmalarının etkisi incelemiştir [33]. Literatürde, Hidrotermal karbonizasyon yönteminin sürecini tanımlamak için Van Krevelen diyagramı kullanılmaktadır [34].

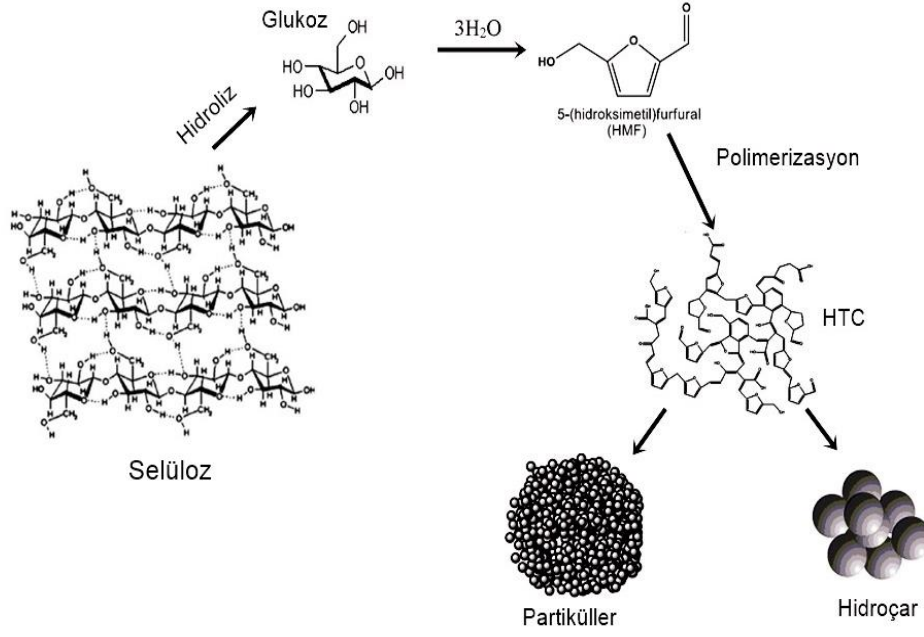
Van Krevelen diyagramı, hidrotermal karbonizasyon yönteminde zamanın ve sıcaklığın etkileriyle H/C ve H/O oranlarına bağlı olarak biyokütleden kömürleşme sürecini tanımlamaktadır [35]. Van Krevelen diyagramı atomik H/C – O/C oranları şekil 4.1.'de sunulmuştur. HTC yönteminde sıcaklığın artışı ile biyokütlenin içeriğinden oksijen uzaklaşacağından O/C oranında azalma meydana gelmektedir [36].



Şekil 4.1. Van Krevelen diyagramı [37].

Ulbrich ve arkadaşları 2017 yılında yapmış oldukları çalışmada, HTC yönteminde reaksiyon süresinin (5-12 saat) ve sıcaklığın (180-280 °C) elde edilen hidrotermal karbonlara etkisini incelemiştir. Düşük sıcaklıklarda gerçekleştirilen HTC işlemine reaksiyon zamanından az oranda etkilendiğini ancak 230-280 aralığında sıcaklıklarda oksijen içerisinde azalmasıyla reaksiyon süresinin elde edilen Hidroçara etkisinin arttığını bildirmişlerdir. Ayrıca kalma süresi ve sıcaklığın artmasıyla artan reaksiyon şiddetinin kütle ve enerji verimliliğini olumsuz yönde etkilediklerini belirtmişlerdir. [38].

Hidrotermal karbonizasyon yöntemi yüksek sıcaklık (300 – 800 °C) ve düşük (300 °C altında) sıcaklıklarda gerçekleştirilir. Nano boyutta karbon malzemeler elde etmek için yüksek sıcaklıklar kullanılır. Düşük sıcaklıklarda ise nano boyutta elde edilen karbon gibi ürünlerin yanı sıra kömür ve benzeri ürünlerde ortaya çıkmaktadır. HTC işlemi sonrasında genellikle elde edilen katı ürün karbon malzeme olarak adlandırılmaktadır. Bu işlem sonucu elde edilen katı ürünün kimyasal yapısı ile yüzey morfolojisi, karbonizasyon şartlarına ve biyokütlenin türüne bağlıdır. Bu termokimyasal işlem sırasında basınç kendiliğinden oluşmaktadır [39]. Hidrotermal karbonizasyon prosesinin üretim şeması şekil 4.2’de görülmektedir.



Şekil 4.2. Hidrotermal karbonizasyon yönteminin aşamaları [40].

Falco ve arkadaşları yaptıkları çalışmada, selülozun biyokömür elde edilme mekanizmasını hidroliz, dehidrasyon, polimerizasyon ve molekül içi (kondenzasyon) sıralamasıyla açıklamışlardır [41]. Bu sıralamaya göre selülozdan hidroliz tepkimesi ile glikoz oluşmaktadır. Glikozun hidrolizi ile HMF (5-Hidroksimetil furfural) oluşumu gerçekleşmektedir. HMF molekülünün polimerizasyon tepkimesi sonucu zincirli bir yapı meydana getirmektedir. Reaksiyon gerçekleştiği esnada sıcaklığa bağlı olarak dehidrasyon tepkimesiyle molekül içi polimerleşmesi sonucu karbonil ve karboksil yapıları biyokömür elde edilir.

Hidrotermal karbonizasyon yönteminin düşük enerji ve kısa zamanda gerçekleşmesi ve nem oranı fazla olan biyokütlelerin kullanılması için önemli bir yöntemdir. Bu önemli avantajları ve yöntemin kolay olması HTC yöntemine olan ilginin artmasına neden olmaktadır.

Yapılan bu çalışmada tasarlanan polimer kompozitin çeşitli biyokütlelere örnek olması için D-glukoz ile deneyler gerçekleştirilmiştir [36,37]. Hidrotermal karbonizasyonun genel olarak avantajları diğer termokimyasal tekniklere göre şu şekilde sıralanabilir;

- Planlanan işlem diğer biyokütle yöntemlerine nazaran tek seferde gerçekleştirilir,
- Karbonlaştırmanın çalışma şartı ve enerji miktarı çok azdır,
- Zehirli ayrıştırıcılar (çözücü) yerine sulu ortamda sentez yapılmaktadır,
- Karbon bir malzeme elde etmek için yenilenebilir ve çevre dostu olan biyokütleler kullanılır,
- Düşük sıcaklıklar gerçekleştiği için maliyeti düşüktür,
- Sıcaklık sebebiyle ek bir soğutma işlemine ihtiyaç yoktur,
- Üretilen karbon malzemeler için ayrıştırma işlemine gerek yoktur,
- Makro boyutta üretim yapılmasına izin vermektedir [39].

Literatürde, hidrotermal karbonların, makro, mikro ve nano boyutta üretimi, işlevselliği ve uygulamaları açısından bir çok çalışma mevcuttur.

Bağ ve Tekin çalışmalarında, HTC yöntemi ile meşe talaşı (biyokütle) kullanarak mikro boyutta karbon küreler üretmişlerdir. Karbonlaşma miktarını yüksek sıcaklığın ve reaksiyon süresinin arttığını açıklamışlardır. Elde edilen ürünlerin yüzeyindeki lif yapıların ve heterojen kürelerin olduğu, bu kürelerin çaplarındaki artışın sıcaklığın yükseltimesine ve reaksiyonun süresinin arttırılmasına bağlı olduğunu belirtmişlerdir [43].

Titirici vd. 180 °C sıcaklıkta glukoz, sükroz, nişasta gibi biyokütelleri karbon kaynağı olarak kullanmış ve oluşan HTC'lerin morfolojik özellikleri rapor edilmiştir [14]. Hidrotermal karbonizasyon ile üretilen karbonların yapısında farklılıklar gözlemlendiği, heksoz tabakasında bulunan şekerlerin, hidroksimetil furfurala bozunduğu ve kimyasal bileşiminin aynı morfolojik özelliğe sahip karbonlara benzediği bildirilmiştir. Bu sebeple karbonların yenilenebilir enerjide kullanılması için önünün açıldığı ve enerji sektöründe karbonlaştırılmanın ilk basamağını azaltacağı belirtilmiştir.

Şimşir ve arkadaşları 2017 yılında yapmış oldukları çalışmada, hidrotermal karbonizasyon yönteminde farklı girdi malzemelerinden (glikoz, kitin, kitosan, selüloz) 200 °C'de hidroçar sentezi gerçekleştirmişlerdir. Elde edilen yapılar üzerinde reaksiyon zamanının etkisi inlemişler ve glikozdan 12 saat gibi bir süre içerisinde

hidroçar sentezi gerekleřtirildiđini rapor etmiřlerdir. Ayrıca 48 saat sonunda glikozun karbon oranının %88 olduđu selüloz, kitosan ve talařın ise %44-73 arasında olduđunu belirtmiřlerdir. Elde edilen sonulara gre karbonlařma oranının reaksiyona gre en iyi sonucu glikozun verdiđini bildirmiřlerdir [44].

Cheng ve arkadařları 2019 yılında yapmıř oldukları alıřmada, hidrotermal karbonizasyon yntemi ile karbon fiberin yzeyini kontrol edilebilir bir řekilde przsz olarak hidrotermal karbon ile kaplanabileceđini bildirmiřlerdir. Ayrıca elde edilen yapıların, arayzeyi iyileřtirildiđini ve elde edilen yapı ile elektrokimyasal kapasitans zelliklerinin glendirilebileceđini rapor etmiřlerdir [26].

Bařka bir alıřmada, HTC yntemi ile karbon fiberlerin yzeyinin dikey olarak ZnO nanoteller ile modifiye edildiđi grlmektedir. Yapılan alıřmada, modifiye edilmiř karbon fiberlerin kaplama yapılmamıř fiberlere kıyasla tribolojik zelliklerinin geliřtiđini ve ařınmasının %33 oranında azaldıđını bildirmiřlerdir [25]. Yapılan alıřmalar, hidrotermal karbonizasyon yntemi ile karbon fiberlerin hidrotermal karbonlar ile kaplanması, malzemelerin mekanik zelliklerinde iyileřtirme sađlayabileceđi ve yeni mkemmел zellikler kazandırılabilceđi grlmektedir [24]. Bu durum, yeni fikirlerin oluřumuna ve birok uygulama alanında iyileřtirme ve geliřtirmeye olanak sađlayacađı dřnlmektedir.

BÖLÜM 5

MATERYAL VE YÖNTEM

Bu çalışmada, HTC kaplı-CF ile takviyeli termoplastik polietilen (TPE) kompozitler elde edilerek, mekanik ve termal özellikleri incelenmiştir. HTC kaplı-CF malzemenin hazırlanma işleminde D(+) - Glikoz çözeltisine kırılmış karbon fiber takviye edilmiştir. Hazırlanan glikoz ve karbon fiber çözeltisi otoklavlara yerleştirilmiştir. Daha sonra hidrotermal karbonizasyon yöntemi kullanılarak karbon fiberler HTC kaplanmıştır. HTC-CF malzeme yüzeyine HTC'nin daha iyi tutunması için KOH (Potasyum Hidroksit) takviyesi yapılmıştır. Bu bölümde deneysel işlemler ve bu işlemler sırasında kullanılan malzemeler ile cihazlar anlatılmıştır.

5.1. KULLANILAN MALZEMELER VE EKİPMANLAR

CF'lerin yüzeylerine kaplama işleminde kullanılan D(+) - Glukoz Merck firmasından, kırılmış karbon elyaflar Dost Kimya A.Ş.'den ve KOH (Potasyum Hidroksit) Zag Kimya (Marmara Bölgesi Yerel Üretici) firmasından tedarik edilmiştir. Deneyler Karabük Üniversitesi Demir Çelik Enstitüsü Enerji ve Çevre Laboratuvarı'nda yapılmıştır. Ekstrüzyon ve enjeksiyon kalıplama işlemleri ODTÜ Polimer Laboratuvarı'nda yapılmıştır.

Çizelge 5.1. Kırılmış karbon fiberin özellikleri

Çekme Dayanımı	3800 MPa
Elastisite Modülü	228 GPa
Elektrik İletkenliği	0,00155 ohm-cm
Özgül Ağırlık	1,81 gr/cc
Elyaf Çapı	7,2 mikron
Karbon Yüzdesi	95%
Elyaf Uzunluğu	3 mm – 6 mm – 12 mm

5.2. HİDROTERMAL KARBONİZASYON İLE MODİFİYE EDİLMİŞ KARBON FİBERLERİN SENTEZİ

50 ml hacimli boş teflon kaba 20 ml su ile birlikte 1 g Glukoz ve 0,5 g kırılmış karbon fiber eklenmiştir. Teflon kap daha sonra paslanmaz çelikten imal edilmiş olan otoklav içerisine yerleştirilmiştir. Şekil 5.1’de hazırlanan otoklavlar 180 °C’de 15 saat boyunca ısı işleme tabi tutulmuştur. Isıl işlemden sonra otoklav içerisinden teflon kap çıkarılmıştır. Üretilen HTC–CF malzeme teflon içerisinden alınarak filtre kağıdı üzerine bırakıldıktan sonra deiyonize su ile yıkanmıştır



Şekil 5.1. Teflon hazneli paslanmaz çelik ceketli otoklav.

Hidrotermal Karbonizasyon yöntemi 15 kez tekrar edilmiş ve 25 g HTC–CF kompozit malzeme üretilmiştir. Üretilen malzeme ısı işlem süresine göre HTC–CF olarak isimlendirilmiştir. Kullanılan karbon fiberlerin sentez öncesi ve sonrası görüntüsü Şekil 5.2’de gösterilmiştir.



Şekil 5.2. a) Saf CF, b) HTC-CF.

5.3. POTASYUM HİDROKSİT(KOH) AKTİVASYONU

500 ml'lik beher içine 320 ml deiyonize su eklenmiştir. Hazırlanan deiyonize su içerisine katı halde bulunan 80 g KOH ilave edilmiştir. Manyetik karıştırıcı üzerinde 10 dakika boyunca 600 rpm karıştırma hızında katı halde bulunan KOH homojen çözelti haline getirilmiştir. Hazırlanan KOH çözeltisine 20 g HTC – CF ilave edilmiş ve 12 saat bekletilmiştir. KOH ile modifiye edilen HTC – CF malzeme 650 °C sıcaklıkta 2 saat boyunca ısı işleme tabi tutulmuştur. Daha sonra elde edilen 20 g HTC – CF numuneleri ultra saf su ile yıkanmıştır. Elde edilen KOH/HTC-CF kompozitleri saf PE'e katılarak PE/KOH-HTC-CF polimer kompozit malzeme elde edilmiştir.

5.4. KARBON ELYAF POLİMER KOMPOZİT MALZEMELERİN ÜRETİMİ

HTC kaplı karbon fiberler saf PE ile 200 °C sıcaklıkta 100 rpm'de 5 dakika boyunca şekil 5.3'de gösterilen mikro ekstrüderde karıştırılmıştır. Kompozitler saf PE ile %5, %10, %20 karbon kaplı fiber ile namlu sıcaklığının 210 °C, kalıp sıcaklığının 30 °C ve enjeksiyon basıncının 5 bar olduğu ortamda şekil 5.4'de gösterilen enjeksiyon makinesinde HTC kaplı-CF takviyeli polimer kompozitler üretilmiştir. Üretilen numuneler yüzdelere göre PE-CF ve PE/ KOH-HTC-CF olarak isimlendirilmiştir.



Şekil 5.3. Laboratuvar ölçekli çift vidalı ekstrüder [27].



Şekil 5.4. Mikro enjeksiyon makinesi [27].

5.5. KARAKTERİZASYON YÖNTEMLERİ

Bu çalışmada, HTC-CF ve KOH/HTC-CF kompozitlerin morfolojik özelliklerinin incelenmesi için SEM ve ATR/FTIR analizleri yapılmıştır. Saf PE, PE-CF polimer kompozitleri ve HTC yöntemiyle elde edilen HTC-CF'lere yüzey gözenekliliği oluşması için KOH aktivasyonu yapıldıktan sonra KOH/HTC-CF'lerle ekstrüder ve enjeksiyon kalıplama ile üretilen PE/KOH-HTC-CF'lere çekme testi, termogravimetrik analiz (TGA) uygulanmıştır.

5.5.1. Alan Emisyonlu Taramalı Elektron Mikroskobu (FESEM)

HTC- CF, KOH/HTC-CF kompozitler ile saf PE, PE- CF , PE/KOH-HTC-CF polimer kompozitlerin yüzey morfolojisi ve kaplama kalınlığının ölçülmesi için Şekil 5.5’de gösterilen Carl Zeiss Ultra Plus Gemini marka taramalı elektron mikroskobu kullanılmıştır. SEM görüntüleri, x1000, x5000, x10000 ve x20000 büyütmede alınmıştır.



Şekil 5.5. Alan etkili taramalı elektron mikroskobu (FESEM) [45].

5.5.2. ATR/FTIR Analizi

HTC, CF, HTC CF ve KOH-HTC-CF polimer kompozitin FTIR analizi IR-Spektrometresi şekil 5.6’da gösterilen BRUKER ALPHA FT-IR SPEKTROMETRE VE MİKROSKOBU ile 4500 - 500 cm^{-1} dalga boyu aralığında yapılmıştır.



Şekil 5.6. FT-IR Spektrometre cihazı [45].

5.5.3. Aşınma Testi

PE, PE - CF ve PE/ KOH - HTC – CF polimer kompozitlerin ASTM G133 standartına uygun şekil 5.7’de gösterilen tribometer test cihazında 5 N yük uygulanmıştır. Stroke 10 mm ve kayma mesafesi 20 m ileri – geri olacak şekilde uygulanmıştır.



Şekil 5.7. UTS Tribometer T10 aşınma cihazı [45].

5.5.4. Çekme Testi

PE, PE-CF, PE/KOH-HTC-CF polimer kompozitlerin çekme testleri için farklı konsantrasyonlarda standartlara göre 5 c_{mdk}⁻¹ çekme hızında 5 kN yük altında testleri yapılmıştır.

5.5.5. DTA – Termogravimetrik Analiz

Hitachi STA3700 isimli TGA cihazında 10 C/dak ısıtma hızında 25 - 600 °C aralığında, PE, PE-CF ve PE/KOH-HTC-CF polimer kompozitlerin analizleri yapılmıştır.



Şekil 5.8. Termogravimetrik analiz cihazı [45].

BÖLÜM 6

DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Hidrotermal karbonizasyon yöntemi ile elde edilen HTC – CF’lerin KOH aktivasyonu öncesinde ve sonrasında elde edilen numunelerin yüzeyleri alan emisyonlu taramalı elektron mikroskopisi (FESEM) ile incelenmiştir. Elde edilen görüntü analizlerinde yüzey modifikasyonu değerlendirilmiştir. PE, PE-CF ve PE/KOH-HTC-CF polimer kompozitlerin mekanik özelliklerini incelemek için çekme testi yapılmıştır. PE, PE-CF ve PE/KOH-HTC-CF polimer kompozitlerinin aşınma testi ile tribolojik özellikleri belirlenmiştir.

6.1. HTC-CF ve KOH-HTC-CF MORFOLOJİK ÖZELLİKLERİ

6.1.1. HTC-CF ve KOH-HTC-CF Yüzey Modifikasyonu

Hidrotermal karbonizasyon yöntemi ile üretilen HTC-CF kompoziti ile yüzey gözenekliliğinin artırılması için yapılan KOH aktivasyonu sonrasında elde edilen HTC-CF ve KOH/HTC-CF kompozitlerin SEM ve FTIR analizleri incelenmiştir.

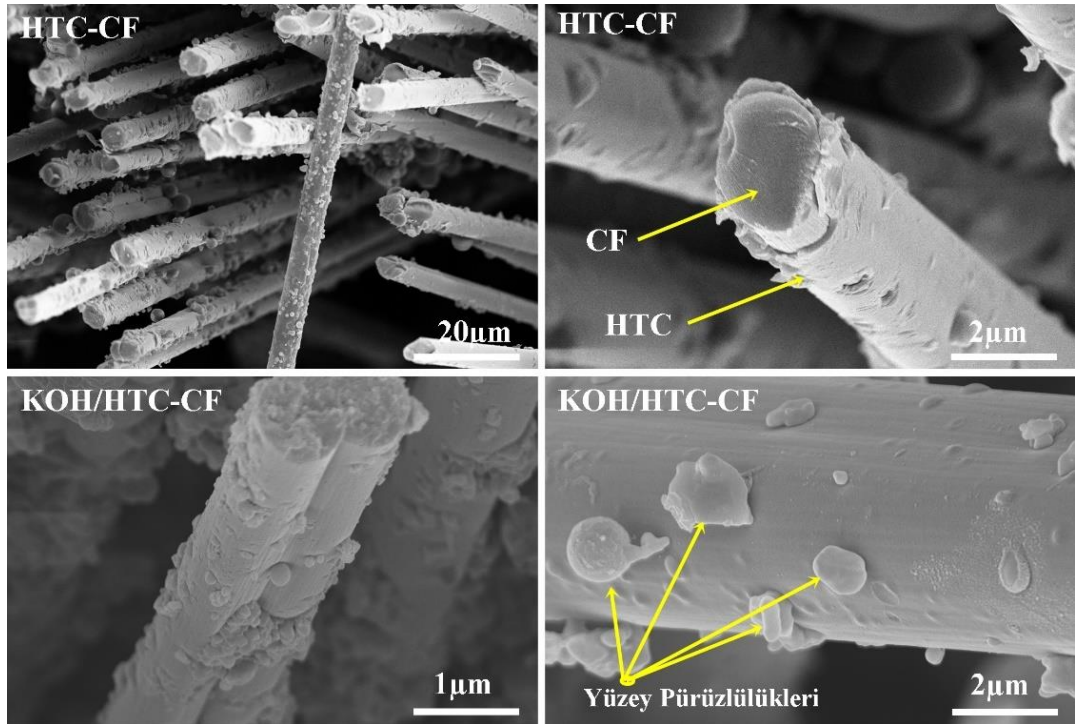
6.1.1.1. FESEM Analizi

Hidrotermal karbonizasyon yöntemi ile kaplanan Karbon fiberlerin yüzey özelliklerini incelemek için HTC kaplı-CF numunelerin FESEM analizleri yapılmıştır. Şekil 6.1’de elde edilen analiz görüntülerinde hidrotermal karbonların CF’lerin yüzeyini kapladığı gözlenmiştir. Ayrıca HTC kaplama kalınlığının 300- 400 nm arasında olduğu, karbon fiberlerin çapının 5-6 µm arasında olduğu hesaplanmıştır.

KOH ile HTC kaplanan fiberlere karbon küreler iyi tutunması için yüzeyi modifiye edilen HTC-CF karbon fiber numunelerin FESEM analizleri yapılmıştır. Şekil 6.1’de

elde edilen analiz görüntülerinde KOH bileşiğinin hidrokarbon küreler ve karbon fiberlerin yüzeyini tamamen kapladığı gözlenmiştir. Kaplama kalınlığının 350 – 500 nm olduğu hesaplanmıştır.

KOH aktivasyonu öncesi ve sonrasında HTC tabakasındaki değişim incelendiğinde, KOH aktivasyonu sonrasında HTC kabuğun üzerinde pürüzlülüğün arttığı anlaşılmaktadır.

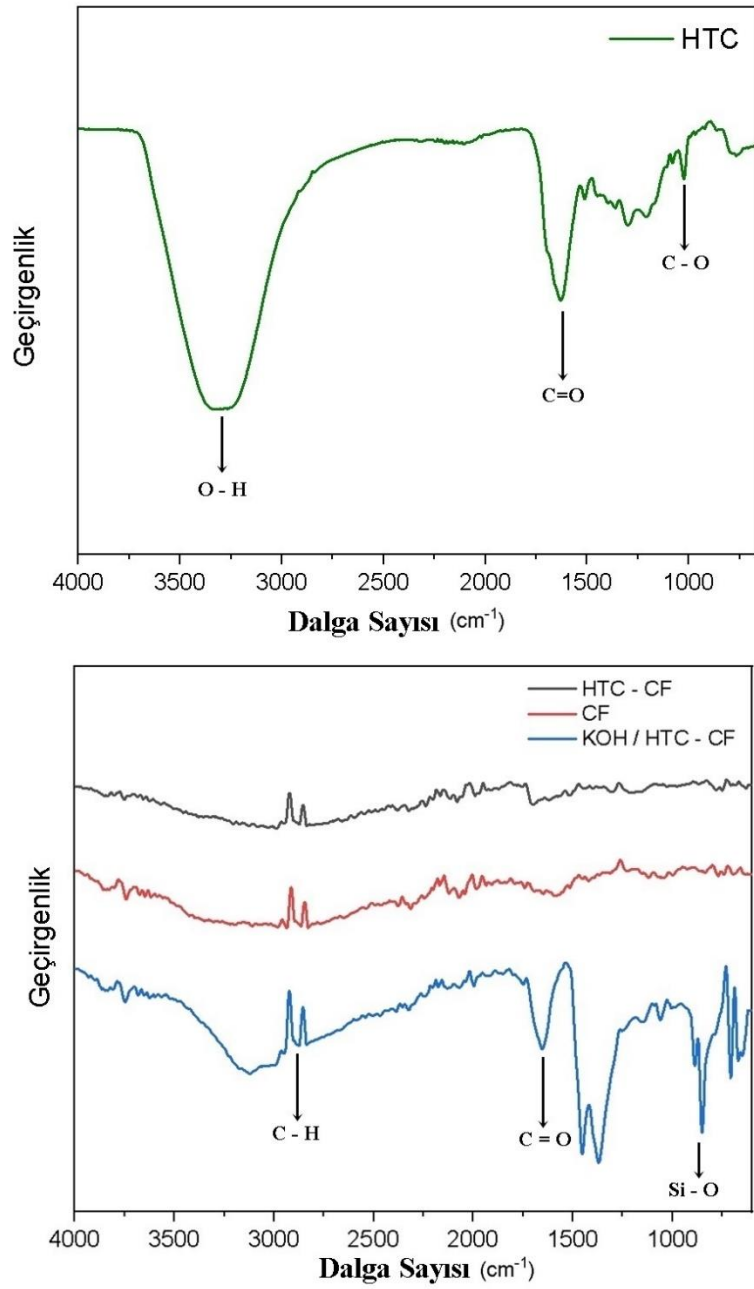


Şekil 6.1. HTC-CF ve KOH/ HTC-CF FESEM analiz görüntüleri

6.1.1.2. ATR/ FTIR Analizi

Hidrotermal karbonizasyon yöntemi sonucunda elde edilen HTC'ler şekil 6.2a'da görülen FTIR spektrumları incelendiğinde, HTC yapısındaki O-H bağının pik şiddeti (3260 cm^{-1}) görülmektedir. Literatüre göre -CH gerilme titreşimleri 2920 cm^{-1} 'de gözlenmemiştir. HTC yapısında C=O bağına ait pikler 1629 cm^{-1} 'de gözlenmiştir. FTIR spektrumlarında görülen piklerde oksijen bağlarının artışı ile yapıda hidroçarların olduğu anlaşılabilir [46].

Şekil 6.2’de elde edilen CF ve HTC - CF FTIR Spektrumları incelendiğinde; HTC-CF yapısındaki piklere bakıldığında literatüre göre -OH grubu pikinin 3650 cm^{-1} ’de olduğu gözlenmiştir. -CH gerilimine ait pikler 2950 cm^{-1} ’ de gözlemlenmiştir. C=O grubuna ait pik 1650 cm^{-1} ’de gözlenmiştir. Si-O grubuna ait pikler 750 cm^{-1} ’de gözlenmiştir. Bu piklerin varlığı, CF - HTC kompozit yüzeyinde belirgin olmayan oksit tabakanın uzaklaştırıldığı esnada bıraktığı kalıntılar olduğu anlaşılmıştır [28].



Şekil 6.2. a) HTC, b) CF, c)HTC -CF ve d) KOH/ CF-HTC FTIR spektrumları.

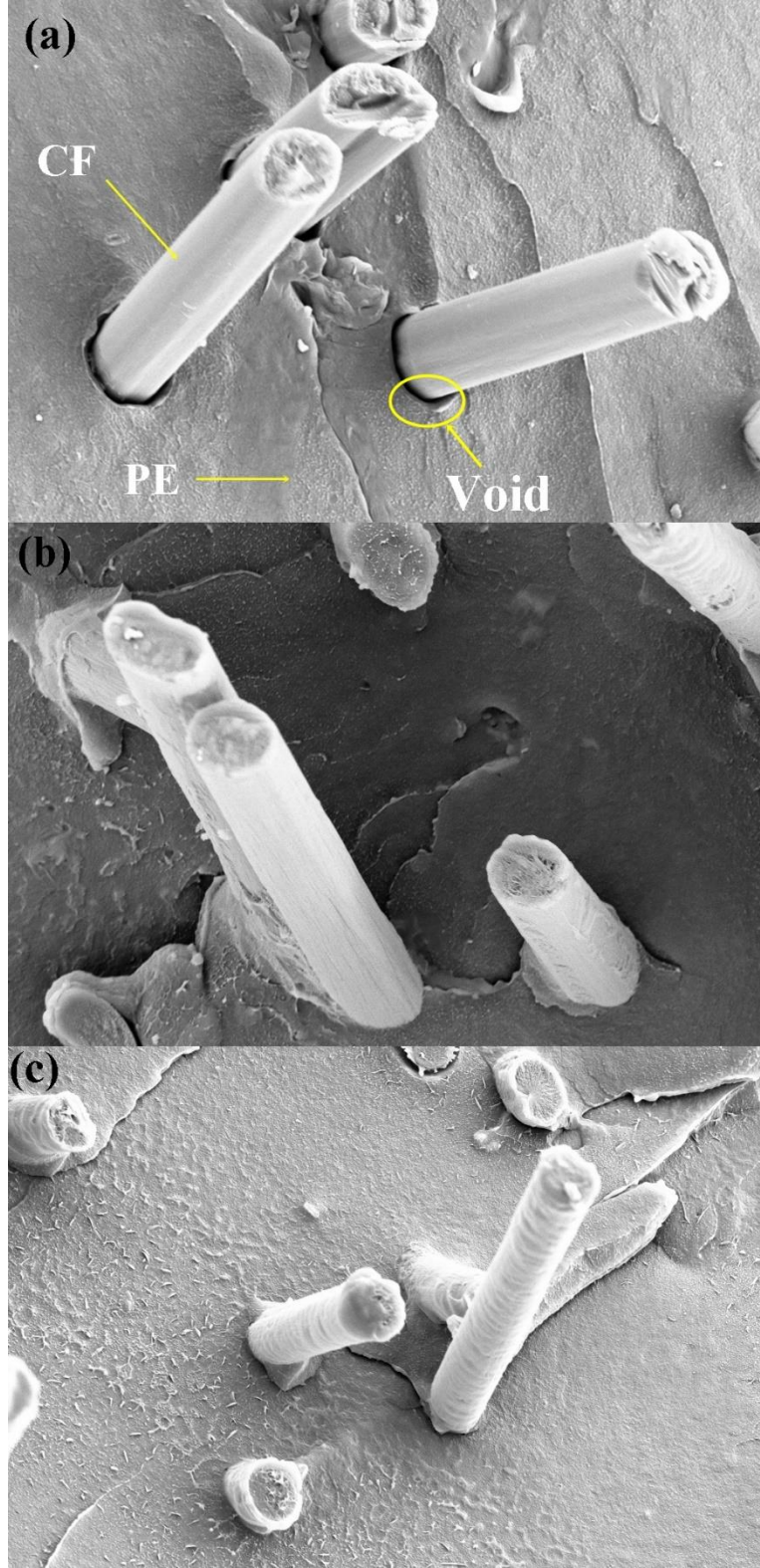
6.2. PE - CF ve PE/KOH – CF - HTC KOMPOZİTLERİN MEKANİK TERMAL VE MORFOLOJİK ÖZELLİKLERİ

6.2.1. PE-CF ve PE/KOH-HTC-CF Kompozitlerin Yüzey Modifikasyonu

Hidrotermal karbonizasyon yöntemi ile üretilen HTC-CF kompoziti ile yüzey pürüzlülüğünün artırılması için yapılan KOH aktivasyonu sonrasında elde edilen HTC-CF ve KOH/HTC-CF kompozitler enjeksiyon makinesinde HTC kaplı-CF takviyeli polimer kompozitler üretilmiştir. Elde edilen polimer kompozitlerin SEM ve FTIR analizleri incelenmiştir.

6.2.1.1. PE-CF Polimer Kompozitlerin FESEM Analizi

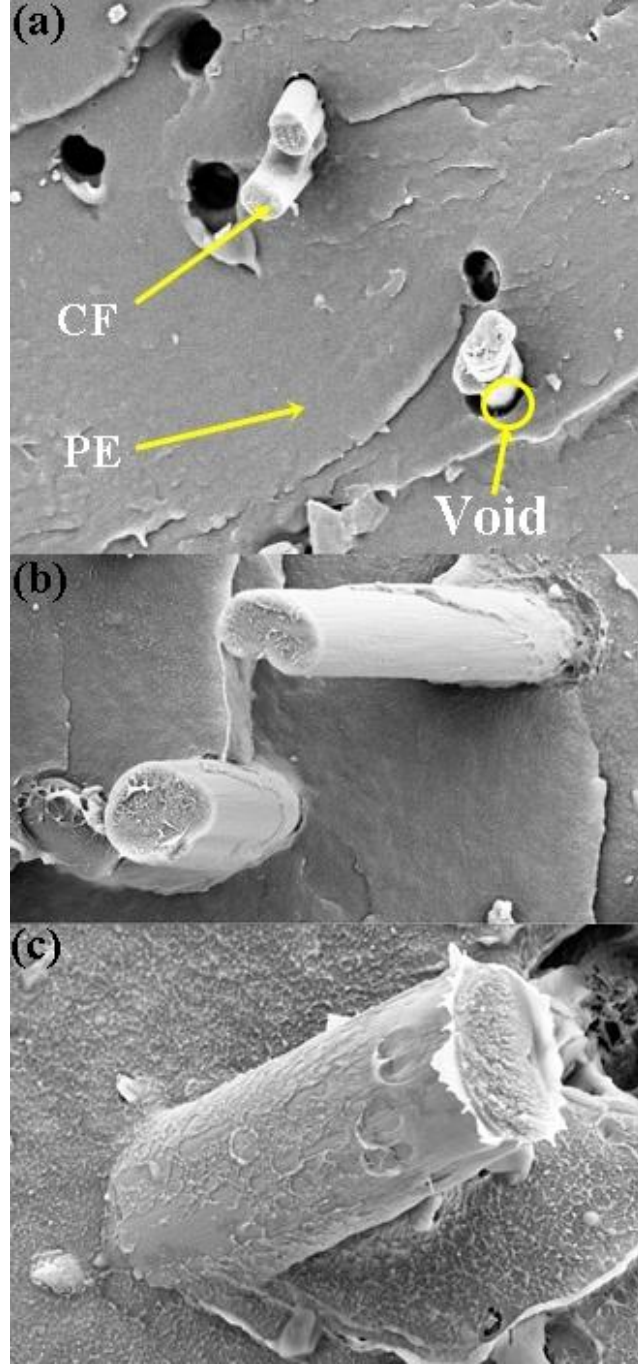
Kalınlığı 7,2 μm , uzunlukları 3-12 mm arasında olan yüzeyi işlem görmemiş karbon fiberler (CF) ile karıştırılan PE'lerin yüzeylerinin incelemesi için FESEM analizleri yapılmıştır. Şekil 6.3 (a) 'da elde edilen analiz görüntülerinde %5 PE-CF polimer kompozit malzeme yüzeyinde, fiberlerin polietilen ile arayüzey birleşmesinin zayıf olduğu gözlenmiştir. Şekil 6.3 (b)'deki %10 PE - CF polimer kompozit yüzeyinde fiber ve polietilen arasındaki bağların arttığı görülmüştür. Bağların artması ve arayüzey birleşmesinin güçlü olması sebebiyle polietilenin fiber yüzeyine tamamen yapmış olduğu gözlenmiştir. Şekil 6.3 (c)'deki %20 PE-CF polimer kompozit yüzeyinde ise matris ve karbon fiber arasındaki bağın güçlenmiş olduğu görülmüştür.



Şekil 6.3. a) %5 PE-CF, b) %10 PE-CF ve c) %20 PE-CF FESEM analiz görüntüleri.

6.2.1.2. PE/ KOH-HTC-CF FESEM Analizi

Şekil 6.4’de elde edilen FESEM analiz görüntülerinde HTC kaplanmış CF ile karıştırılan PE’lerin yüzey analizleri yapılmıştır.



Şekil 6.4. a) %5 PE/KOH-HTC-CF, b) %10 PE/KOH-HTC-CF ve c) %20 PE/KOH-HTC-CF FESEM analiz görüntüleri.

Şekil 6.4’de elde edilen analiz görüntülerinde %5, %10 ve %20 PE/KOH -HTC-CF polimer kompozit malzemelerin yüzeyinde, CF miktarının artırılmasıyla HTC ve PE ara yüzeyindeki bağların kuvvetli olduğu görülmüştür. HTC kaplama işleminden sonra yapılan KOH aktivasyonu ile yüzeyde oluşturulan pürüzlülüğün etkisi incelendiğinde; PE arayüzeyi ile HTC arayüzeyindeki bağların kuvvetli olabileceği değerlendirilmiştir. Bu nedenle polimer kompozit malzemede CF miktarının artışına göre KOH/ HTC-CF arayüzeyinin uyumlu olduğu görülmektedir.

6.2.2. PE-CF ve PE/ KOH-HTC-CF Kompozitlerin Mekanik Özellikleri

Bu kısımda saf PE polimer matris ile PE-CF ve PE/KOH-HTC-CF polimer kompozitlere yapılan çekme testi, aşınma testi ve termogravimetrik analiz sonuçları incelenmiştir.

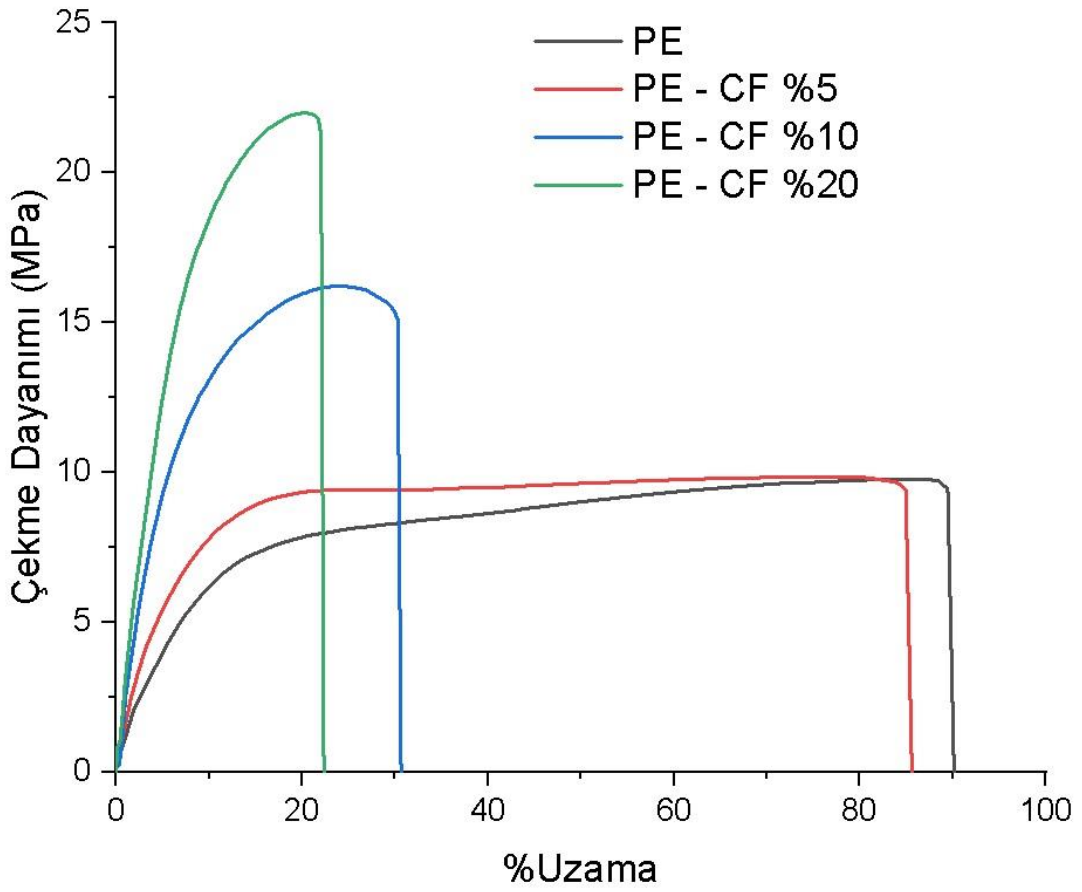
6.2.2.1. PE, PE-CF ve PE/KOH-HTC-CF Kompozitlerin Çekme Testi

Şekil 6.5’de ve şekil 6.6’da çekme testi sonucu çekme dayanımı ve yüzde uzama grafikleri gösterilmiştir. Grafikleri ait çekme testi verileri çizelge 6.1’de verilmiştir.

Çizelge 6.1. PE, PE-CF ve PE/ KOH-HTC-CF Polimer kompozitlerin mekanik özellikleri.

Numuneler	Çekme Dayanımı (MPa)	Kopma Uzaması (%)	Young Modülü (MPa)
PE	9,77	89,74	226,88
PE-CF %5	9,85	85,25	278,04
PE-CF %10	16,22	30,3	486,34
PE-CF %20	22	21,91	579,01
PE/KOH-HTC-CF %5	9,72	79,25	239,65
PE/KOH-HTC-CF %10	11,4	39,28	359,48
PE/KOH-HTC-CF %20	16,27	21,13	704,54

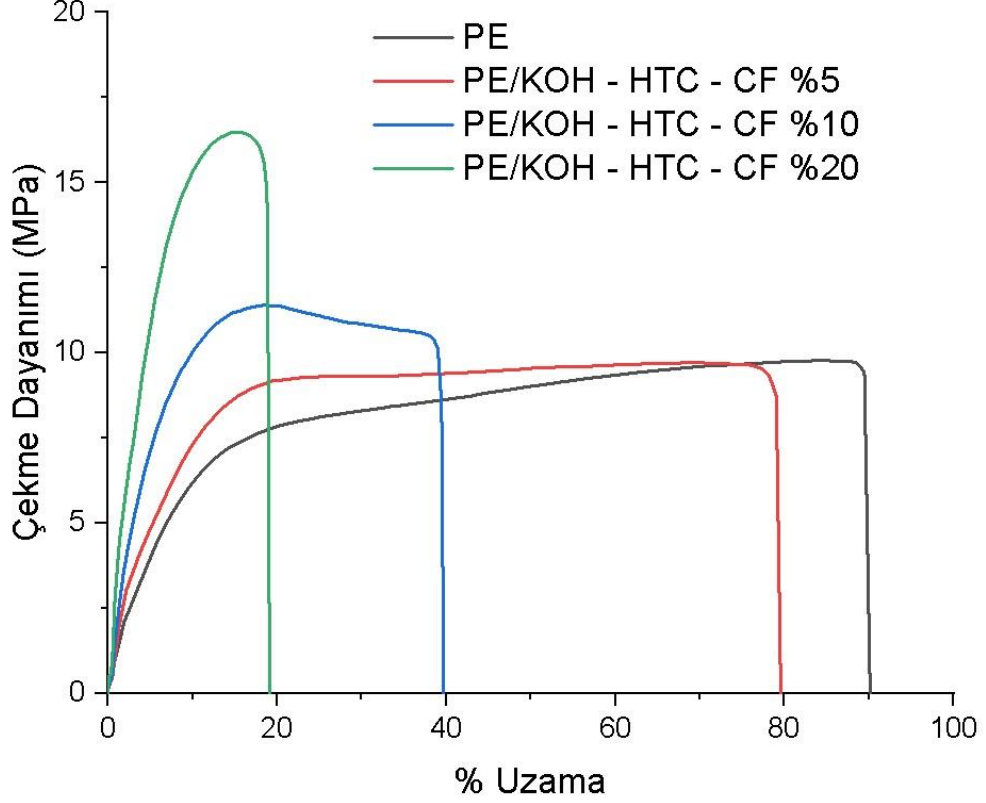
Adıvar ve arkadaşları 2003 yılında yapmış oldukları çalışmada, Karbon fiberlerin çaplarının, uzunluklarının, yüzey modifikasyonlarının ve matris içindeki homojen dağılımların polimer kompozitin performansını etkileyen faktörler arasında yer aldığını göstermektedir. Düşük yarı çaplı CF'lerin matris içinde iyi dağılması ve hacmini azaltması sonucunda polimer matris-CF etkileşimini arttırdığı bilinmektedir [47].



Şekil 6.5. PE-CF polimer kompozitlerin çekme diyagramı.

Şekil 6.5'deki grafik ve Çizelge 6.1'deki veriler dikkate alındığında, matris olarak kullanılan saf PE içine farklı konsantrasyonlara (%5,%10 ve %20) sahip modifiye edilmemiş CF'lerin çekme dayanımını arttırdığı, yüzde uzama miktarını 6 kat azalttığı, young modülünü CF miktarına göre 5 kata kadar arttırdığı gözlenmiştir. Takviye elemanı olarak kullanılan CF'lerin konsantrasyonlarının artması ile birlikte saf TPE polimer matrisinin çekme mukavemetini arttırdığı ve CF'lerin matris içerisinde

homojen dağıldığı gözlenmiştir. Ayrıca bu sonuçlara göre matris- fiber arayüzey etkileşiminin iyi olduğu değerlendirilmektedir.

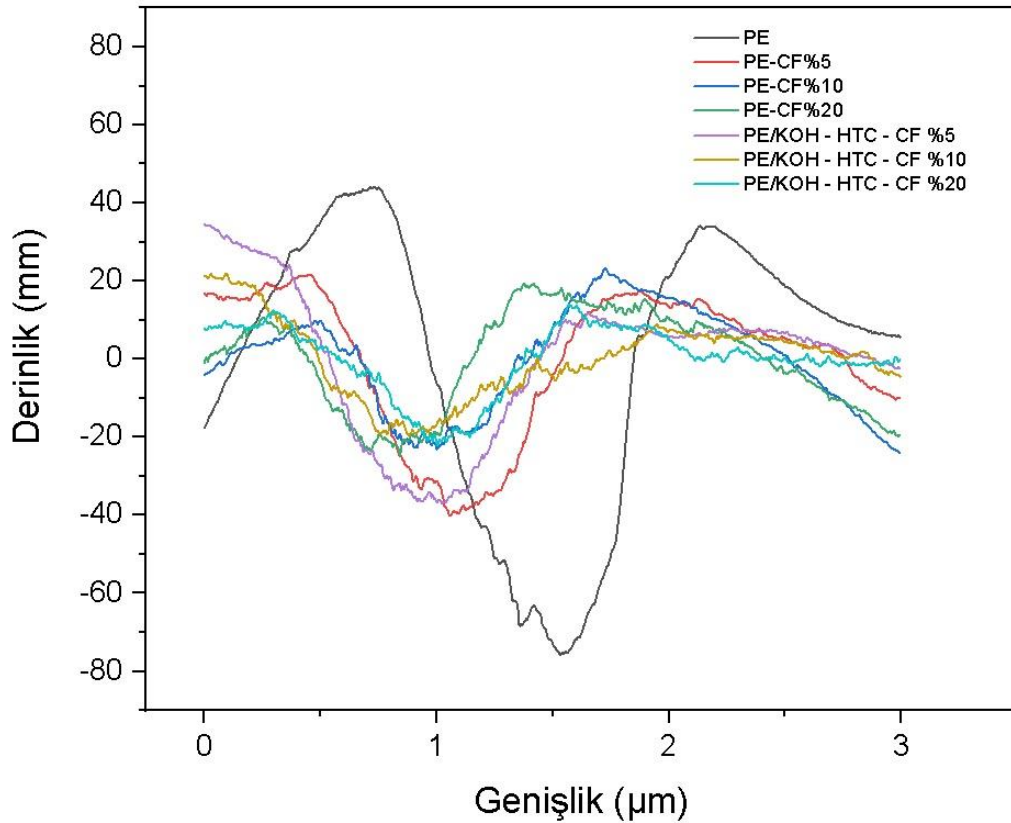


Şekil 6.6. PE/KOH-HTC-CF polimer kompozitin çekme diyagramı.

Şekil 6.6'daki grafik ve çizelge 6.1'deki verilere istinaden saf PE içerisine eklenen KOH aktivasyonu uygulanmış HTC kaplı-CF'lerin çekme dayanımının arttırdığı, yüzde uzama miktarını 6 kat azaldığı, young modülünü ise 7 kat arttırdığı gözlenmiştir. Bu sonuçlara göre young modülünün CF konsantrasyonu ile arttığı, bu artışın matris içerisindeki CF miktarının artışına bağlı olduğunu göstermektedir. CF miktarının artması ile HTC modifiyeli CF'lerin PE/KOH-HTC-CF arası arayüzeylerine bağlı olarak PE-CF arası hidrojen bağlarının arttığını göstermektedir. Hidrojen bağlarının artması young modülünün artmasına sebep olmaktadır [48]. PE/KOH-HTC-CF polimer kompozitlerin PE'ye göre sünekliliğinin azalması CF yüzdesinin artış miktarına bağlı olduğunu göstermektedir.

6.2.2.2. PE-CF ve PE/KOH-HTC-CF Kompozitlerin Aşınma Özellikleri

PE, PE-CF ve PE/ KOH-HTC-CF polimer kompozitlerin aşınma yüzeylerine ait yüzey alan grafiği şekil 6.5 gösterilmektedir. Şekil 6.5 de gösterilen grafikte saf polietilenin spesifik aşınma oranının yüksek olduğu bu nedenle aşınma direncinin düşük olduğu gözlenmiştir. Saf polietilene modifiye edilmemiş saf karbon fiberlerin %5, %10 ve %20 oran ile katılmasıyla, katılma oranı arttıkça spesifik aşınma oranının azaldığı ve bu azalmayı takiben aşınma dirençlerinin arttığı gözlenmiştir. HTC ile yüzeyi kaplanan KOH aktivasyonu uygulanmış HTC kaplı-CF'lerin saf polietilene karıştırılma oranları (%5, %10 ve %20) arttıkça yüzey derinliğinin azaldığı gözlenmiştir. Şekil 6.5 de kırmızı, mavi ve yeşil renk ile gösterilen eğrilerde HTC-CF karıştırma miktarına göre spesifik aşınma oranının azalması sebebiyle aşınma direncinin arttığı anlaşılmıştır.



Şekil 6.7. PE, PE-CF ve PE/KOH-HTC-CF kompozitlerin aşınma yüzey alanları grafiği.

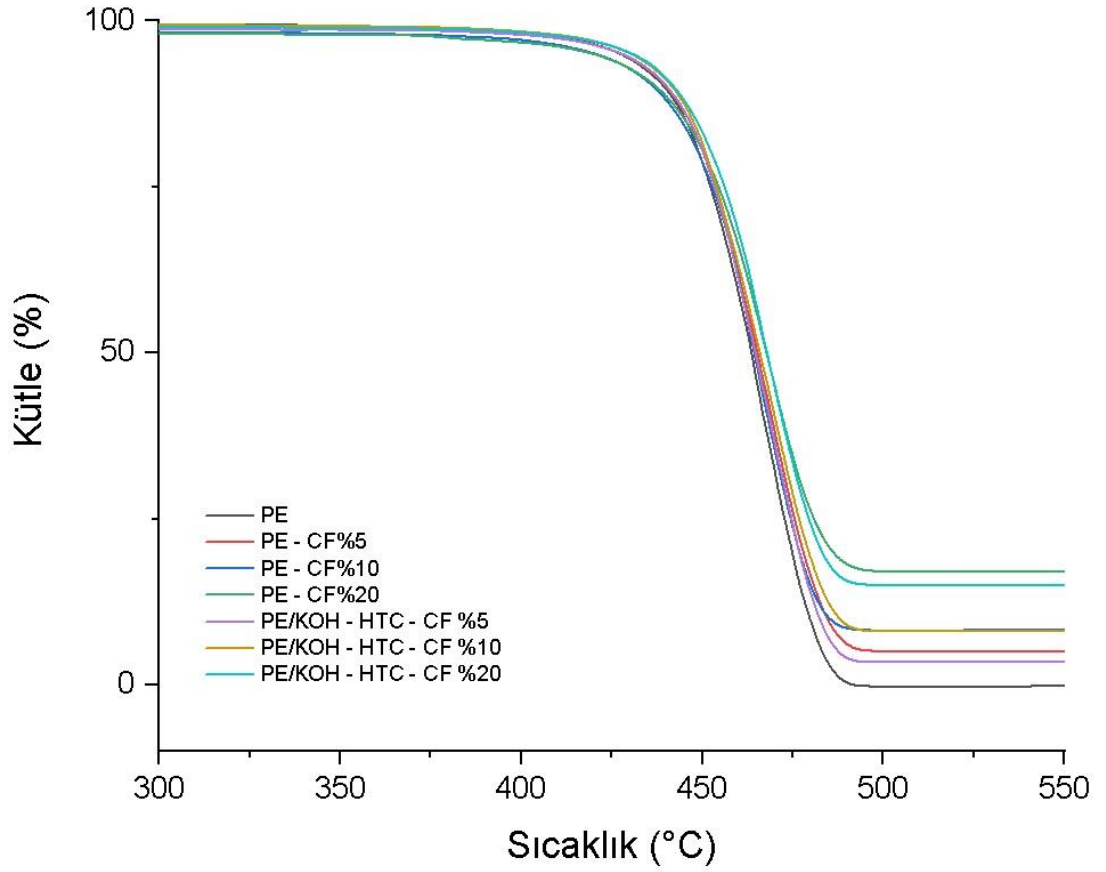
Çizelge 6.2’de PE, PE-CF ve PE/KOH-HTC-CF kompozitlerin aşınma değerleri incelendiğinde, saf polietilenin spesifik aşınma oranının modifiye edilen polimer kompozite karşı yüksek olduğu görülmüştür. Spesifik aşınma oranı arttıkça aşınma direnci azalmaktadır [49]. Bu sebeple PE-CF ve PE/KOH-HTC-CF kompozitlerin polietilene katılan karbon fiberlerin katılım yüzdesi arttığında spesifik aşınma oranlarının azaldığı ve aşınma direncinin yükseldiği gözlenmiştir.

Çizelge 6.2. PE, PE-CF ve PE/ KOH-HTC-CF Kompozitlerin aşınma özellikleri.

Numune	Stroke (mm)	Aşınma Yüzey Alanı (mm ²)	Aşınma Hacmi (mm ³)	Spesifik Aşınma Oranı (mm ³ /Nm)
PE	10	0.08	0.8	0.008
PE-CF %5	10	0.041	0.41	0.0041
PE-CF %10	10	0.023	0.23	0.0023
PE-CF %20	10	0.019	0.19	0.0019
PE/KOH-HTC-CF %5	10	0.037	0.37	0.0037
PE/KOH-HTC-CF %10	10	0.032	0.32	0.0032
PE/KOH-HTC-CF %20	10	0.014	0.14	0.0014

6.2.2.3. PE-CF ve PE/KOH-HTC-CF Kompozitlerin Termogravimetrik Analiz

Farklı CF konsantrasyonlarda üretilen PE-CF ve PE/ KOH-HTC-CF kompozitlerin ısı kararlılığı TGA cihazında yapılan analiz sonucunda tespit edilmiştir. Şekil 6.11’de ve çizelge 6.3’ de saf PE, PE-CF ve PE/KOH-HTC-CF kompozitlerin termogravimetrik analizleri (TGA) ve bozunma sıcaklıkları gösterilmektedir. Karbon fiberlerin ısı direncinin yüksek olması, yapısında bulunan karbon miktarının yüksek olmasından kaynaklanmaktadır[50]. Bu sebeple CF’lerin takviye elemanı olarak kullanılması matriste meydana gelen kütle kaybını azaltmaktadır.



Şekil 6.8. Saf PE, PE-CF ve PE/KOH-HTC-CF Polimer kompozitlerin TGA eğrileri.

Çizelge 6.3'e göre, polimer kompozitlerin ısıl kararlılıkları yüksek sıcakları doğru artmaktadır. Saf PE ve PE-CF %20 arasındaki bozunma sıcaklığının %15 kütle kaybında sıcaklık farkının 232 °C olduğu, saf PE ve PE/KOH-HTC-CF %20 arasındaki bozunma sıcaklığının %15 kütle kaybında sıcaklık farkının 161 °C olduğu görülmüştür. Bu sonuçlara göre PE-CF polimer kompozitin CF miktarı arttıkça yüksek sıcaklıklara dayanıklılığı artmaktadır. PE/KOH-HTC-CF kompozitinde KOH'un pürüzlü bir yüzey oluşturarak O₂ gazını absorbe etmesi neticesinde yüksek sıcaklıklara dayanıklılığını arttırmaktadır [51].

Çizelge 6.3. Saf PE, PE-CF ve PE/KOH-HTC-CF Polimer kompozitlerin TGA verileri.

Numune	Bozunma Sıcaklıkları (°C)		
	%15 Kütle Kaybı	%50 Kütle Kaybı	%90 Kütle Kaybı
PE	476	463	435
PE-CF %5	481	464	440
PE-CF %10	479	466	436
PE-CF %20	708	467	437
PE/KOH-HTC-CF %5	478	462	438
PE/KOH-HTC-CF %10	482	465	441
PE/KOH-HTC-CF %20	637	467	442

BÖLÜM 7

SONUÇLAR

Bu çalışmada, takviye elemanı olarak seçilen CF'lerin yüzeyinin hidrotermal koşullarda HTC ile kaplanması ve KOH aktivasyonu uygulanmasının, saf TPE'nin yüzey morfolojisine ve mekanik özelliklerine olan etkileri araştırılmıştır. Saf TPE'nin yüzeyine CF-HTC'lerin daha iyi tutunmasını sağlamak amacıyla arayüzeydeki pürüzlülüğün artırılması için KOH aktivasyonu yapıldı. Hazırlanan KOH/HTC-CF'ler saf PE ile ekstrüde edilerek polimer kompozitler hazırlandı.

1. SEM analizlerine göre;

- HTC-CF kompozitinin yüzeyinde HTC ile CF arayüzeyini güçlü olduğu gözlenmiştir. KOH aktivasyonu ile KOH/HTC-CF kompozitlerin, yüzeylerinde oluşan pürüzlülüğün iyi olduğu anlaşılmıştır.
- Saf TPE ve saf CF ile elde edilen polimer kompozitlerde; PE-CF%5 polimer kompozitin arayüzey birleşmesinin zayıf olduğu, PE-CF%10 polimer kompozitin arayüzey birleşmesinde iyileşme olması sebebiyle polietilenin fiber yüzeyine tamamen yapmış olduğu, PE-CF%20 polimer kompozit arayüzeyinde güçlü bir bağ olduğu görülmüştür. En iyi arayüzey etkileşimin CF %20 konsantrasyonunda olduğu tespit edilmiştir.
- Saf TPE'e farklı konsantrasyonlarda katılan KOH aktivasyonu uygulanmış olan HTC kaplı- CF'ler ile elde edilen PE/KOH-HTC-CF polimer kompozitlerin yüzeylerinde yapılan incelemelerde, CF miktarının artışına göre PE ile KOH-HTC-CF arayüzeyinin PE-CF arayüzeyine göre daha uyumlu olduğu görülmektedir.

2. Çekme testi sonuçları incelendiğinde; yüzeyi modifikasyonu yapılmamış CF'lerin saf TPE'e karıştırılma oranlarının artmasıyla çekme dayanımının ve young modülünün arttığı görülmüştür. HTC kaplı-CF'lerin saf termoplastik PE'nin çekme dayanımını 9,77 MPa'dan 16,27 MPa'ya çıkardığı gözlenmiştir. HTC kaplı-CF'lerin saf TPE'nin young modülünü 226,88 MPa'dan 704,54 MPa'a çıkardığı gözlenmiştir. HTC kaplı-CF'lerin young modülünün yüksek olması saf PE'nin mekanik özelliklerine iyi bir rijitlik kattığı anlaşılmıştır.
3. Aşınma sonuçlarına göre, saf TPE'ye modifiye edilmemiş saf CF'lerin farklı konsantrasyonlarda (%5, %10 ve %20) karıştırılması ile CF miktarı arttıkça spesifik aşınma oranının azaldığı ve bu azalmayı takiben aşınma dirençlerinin arttığı gözlenmiştir. Hidrotermal Karbonizasyon yöntemiyle yüzeyi kaplanan ve bu kaplama sonucu KOH ile yüzeylerde pürüzlülük oluşturulan kırılmış karbon fiberlerin saf TPE'ye karıştırılma oranları (%5, %20) arttıkça yüzey derinliğinin azaldığı gözlenmiştir. KOH/ HTC-CF karıştırma miktarına göre spesifik aşınma oranının azalması sebebiyle aşınma direncinin arttığı anlaşılmıştır.
4. TGA analizlerinde, saf PE ile PE-CF %20 arasındaki %15 kütle kaybına ait bozunma sıcaklarında sıcaklık farkının 232 °C olduğu, %50 ve %90 kütle kaybında bu sıcaklık değerinin düştüğü gözlenmiştir. saf PE ve PE/KOH-HTC-CF %20 arasındaki bozunma sıcaklığının %15 kütle kaybında sıcaklık farkının 161 °C olduğu görülmüştür. Literatüre göre yapılan arştırmalarda; HTC kaplı-CF'lere uygulanan KOH aktivasyonu ile yüzeyde oluşturulan pürüzlülüklerin O₂ gazını absorbe ettiği, bu absorbe neticesinde PE/KOH-HTC-CF polimer kompozitin yüksek sıcaklıklara dayanıklılığını artırmıştır. Bu verilere göre HTC kaplı-CF'lerin saf PE'nin ısıl kararlılığına etkisinin iyi yönde olduğu anlaşılmıştır.

5. Bu çalışma neticesinde; HTC kaplı-CF'lerin saf TPE'e katılma oranının düşük olması ile saf TPE'nin mekanik ve morfolojik özelliklerinin iyileştirildiği anlaşılmıştır. PE/KOH-HTC-CF polimer kompozitlerin, mühendislik alanlarında, havacılık, uzay ve otomotiv sanayisinde kaliteli ve dayanıklı malzemelerin üretiminde uygulama alanları bulabileceği öngörülmektedir.

KAYNAKLAR

1. Chen, B., Wang, J., Liu, N., and Yan, F., “Synergetic effect of lubricant additive and reinforcement additive on the tribological behaviors of PEEK-based composites under seawater lubrication”, *Tribol. Trans.*, 56 (4): 672–680 (2013).
2. Swolfs, Y., Meerten, Y., Hine, P., Ward, I., Verpoest, I., and Gorbatikh, L., “Introducing ductility in hybrid carbon fibre/self-reinforced composites through control of the damage mechanisms”, *Compos. Struct.*, 131: 259–265 (2015).
3. Sharma, M., Gao, S., Mäder, E., Sharma, H., Wei, L. Y., and Bijwe, J., “Carbon fiber surfaces and composite interphases”, *Compos. Sci. Technol.*, 102: 35–50 (2014).
4. Titirici, M. M., Thomas, A., Yu, S. H., Müller, J. O., and Antonietti, M., “A direct synthesis of mesoporous carbons with bicontinuous pore morphology from crude plant material by hydrothermal carbonization”, *Chem. Mater.*, 19(17): 4205–4212 (2007).
5. Yurdakul, K., “Kalsiyum Karbonat (Caco3) Dolgulu Polietilen Filmlerin Hazirlanmasi Ve Geçirgenlik Özelliklerinin Incelenmesi”, 114: (2015).
6. Callister, W. D. J., “Fundamentals of Materials Science and Engineering” (2007).
7. Şahin, Y., “Kompozit Malzemelere Giriş”, (2000).
8. Beşergil, B., “Polimer Kimyası”, *Gazi Kitabevi*, (2003).
9. Demirel, A., “Karbon Elyaf Takviyeli Epoksi Kompozit Malzemelerin Karakterizasyonu,” Yüksek Lisans Tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilim. Enstitüsü, Kim. Mühendisliği Ana Bilim Dalı*, (2007).
10. Yıldızhan, H., “Polimer Matrisli Kompozitlerin Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, *Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilim. Enstitüsü*, (2008).
11. Korkmaz, N., “Karbon Elyaf Takviyeli Dokuma Kumaş İçeren Kompozit Malzeme Üretimi Ve Mekanik Özelliklerinin Belirlenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, *Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı*, 1–143 (2014).

12. Gülmez, S., “Otomotiv Endüstrisinde Kullanılan Polimer Matrisli Kompozit Malzemeler”, Tezsiz Yüksek Lisans Projesi, **Pamukkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Mühendisliği Anabilim Dalı**, 1–73 (2018).
13. Saçak, M., “Polimer Kimyası,” **Polimer Kimyasına Giriş**, (2010).
14. Dokur, M. M., “Karbon Fiber Esaslı Polimerik Matrisli Kompozitlerin Üretimi Ve Karakterizasyonu”, Yüksek Lisans Tezi, **İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı**, 1–69 (2009).
15. Çengel, Ö., “Peroksitlerin Alçak Yoğunluklu Polietilen (Aype) Üzerine Etkisi , Mekanik Ve Fiziksel Özellikleri”, Yüksek Lisans Tezi, **Celal Bayar Üniversitesi Fen Bilim. Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı**, 1–54 (2013).
16. Çetin, H., “Modifiye Edilmiş Silika İle Hazırlanan Polipropilen Kompozit Filmlerin Sentezi Ve Karakterizasyonu”, Yüksek Lisans Tezi, **Balikesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı**, 1–64 (2015).
17. Akgül, Y., “Ortopedik Uygulamalar İçin Polimer Matrisli Kompozit Malzeme Üretimi Ve Karakterizasyonu”, Doktora Tezi, **Karabük Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Met. ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı**, 128: (2020).
18. Khanam, P. N., and AlMaadeed, M. A. A., “Processing and characterization of polyethylene-based composites”, **Adv. Manuf. Polym. Compos. Sci.**, 1 (2): 63–79 (2015).
19. Kaya, A. İ., “Kompozit Malzemeler ve Özellikleri,” **Poliüretan ve Kompoz. Sanayi Derg.**, 8 (45): (2016).
20. Demirel, A., “Karbon Elyaf Takiveli Epoksi Kompozit Malzemelerin Karakterizasyonu”, Yüksek Lisans Tezi, **Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü**, 135: (2007).
21. Pınar, E., “Plastik Enjeksiyon Yöntemiyle İmalatta Hataların Tespiti Ve Proses Şartlarının Optimizasyon Uygulaması,” Yüksek Lisans Tezi, **İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Mühendisliği Ana Bilim Dalı** 1–75 (2010).
22. Ekşi, O., “Plastik Esaslı Malzemelerin Isıl Şekil Verme Özelliklerinin İncelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, **Trakya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Mühendisliği Ana Bilim Dalı**, (2007).
23. Mazumdar, S. K., "Composites Material Engineer and Science", (2002).

24. Song, J., *et al.*, “Constructing hydrothermal carbonization coatings on carbon fibers with controllable thickness for achieving tunable sorption of dyes and oils via a simple heat-treated route”, *J. Colloid Interface Sci.*, 559: 263–272 (2020).
25. Xie, F., Hu, W., Ning, D., Zhuo, L., Deng, J., and Lu, Z., “ZnO nanowires decoration on carbon fiber via hydrothermal synthesis for paper-based friction materials with improved friction and wear properties”, *Ceram. Int.*, 44(4): 4204–4210 (2018).
26. Fang, C., Hu, P., Dong, S., Song, J., and Zhang, X., “An efficient hydrothermal transformation approach for construction of controllable carbon coating on carbon fiber from renewable carbohydrate”, *Appl. Surf. Sci.*, 491: 478–487 (2019).
27. Tayfun, Ü., “Influence Of Surface Treatment Of Fillers On The Mechanical Properties Of Thermoplastic Polyurethane Composites,” *Grad. Sch. Nat. Appl. Sci. Middle East Tech. Univ.*, 11–16 (2015).
28. Lim, Y. S., Lai, C. W., and Abd Hamid, S. B., “Porous 3D carbon decorated Fe₃O₄ nanocomposite electrode for highly symmetrical supercapacitor performance”, *RSC Adv.*, 7(37): 23030–23040 (2017).
29. Lv, X. *et al.*, “Novel freestanding N-doped carbon coated Fe₃O₄ nanocomposites with 3D carbon fibers network derived from bacterial cellulose for supercapacitor application,” *J. Electroanal. Chem.*, 810: 18–26 (2018).
30. Xi, X. *et al.*, “A multiscale hydrothermal carbon layer modified carbon fiber for composite fabrication,” *RSC Adv.*, 8(41): 23339–23347 (2018).
31. Hu, B., Wang, K., Wu, L., Yu, S. H., Antonietti, M., and Titirici, M. M., “Engineering carbon materials from the hydrothermal carbonization process of biomass”, *Adv. Mater.*, 22(7): 813–828 (2010).
32. Berl, E., “About the origin of the coals.”, 32:17–519 (1992).
33. Bo, H., Shu-Hong, Y., Kan, W., Lei, L., and Xue-Wei, X., “Functional carbonaceous materials from hydrothermal carbonization of biomass: an effective chemical process”, *J. Chem. Soc. Dalton Trans.*, 9226(40): 5501–5506, (2008).
34. Seyedsadr, S., Al Afif, R., and Pfeifer, C., “Hydrothermal carbonization of agricultural residues: A case study of the farm residues -based biogas plants,” *Carbon Resour. Convers.*, 1(1): 81–85 (2018).
35. Reza, M. T., *et al.*, “Hydrothermal Carbonization of Biomass for Energy and Crop Production”, *Appl. Bioenergy*, 1(1):11–29, (2014).
36. Maniscalco, M. P., Volpe, M., and Messineo, A., “Hydrothermal carbonization as a valuable tool for energy and environmental applications: A review”, *Energies*, 13: 15 (2020).

37. Ge, Y., Zhang, W., Xue, G., and Rao, P., “Hydrothermal Carbonization of Nonylphenol Ethoxylates Waste Liquid for Energy Source Generation”, *Am. J. Anal. Chem.*, 6(13): 1059–1066 (2015).
38. Ulbrich, M., Preßl, D., Fendt, S., Gaderer, M., and Spliethoff, H., “Impact of HTC reaction conditions on the hydrochar properties and CO₂ gasification properties of spent grains”, *Fuel Process. Technol.*, 167: 663–669 (2017).
39. Aydınçak, K., “Hidrotermal Karbonizasyon Yöntemiyle Gerçek Ve Model Biyokütlelerden Karbonküre Sentezi Ve Karakterizasyonu”, Yüksek Lisans Tezi, *Ankara Üniversitesi Fen Bilim. Enstitüsü*, (2012).
40. Cheng, F., and Li, X., “Preparation and application of biochar-based catalysts for biofuel production”, *Catalysts*, 8(9):1–35 (2018).
41. Falco, C., Baccile, N., and Titirici, M. M., “Morphological and structural differences between glucose, cellulose and lignocellulosic biomass derived hydrothermal carbons”, *Green Chem.*, 13(11): 3273–3281 (2011).
42. Wang T., *et al.*, “Acetic Acid and Sodium Hydroxide-Aided Hydrothermal Carbonization of Woody Biomass for Enhanced Pelletization and Fuel Properties”, *Energy and Fuels*, 31(11): 12200–12208 (2017).
43. Bağ, Ö., and Tekin, K., “Production and characterization of hydrothermal carbon from waste lignocellulosic biomass,” *J. Fac. Eng. Archit. Gazi Univ.*, 35(2):1063–1076 (2020).
44. Simsir, H., Eltugral, N., and Karagoz, S., “Hydrothermal carbonization for the preparation of hydrochars from glucose, cellulose, chitin, chitosan and wood chips via low-temperature and their characterization”, *Bioresour. Technol.*, 246: 82–87 (2017).
45. Karabük Üniversitesi, “Demir Çelik Enstitüsü Margem,” 2020, <http://dce.karabuk.edu.tr/index.aspx>.
46. Shin, S., Jang, J., Yoon, S. H., and Mochida, I., “A study on the effect of heat treatment on functional groups of pitch based activated carbon fiber using FTIR”, *Carbon N. Y.*, 35(12):1739–1743 (1997).
47. Sánchez-Adsuar, M. S., Linares-Solano, A., Cazorla-Amorós, D., and Ibarra-Rueda, L., “Influence of the nature and the content of carbon fiber on properties of thermoplastic polyurethane-carbon fiber composites”, *J. Appl. Polym. Sci.*, 90(10): 2676–2683(2003).
48. Haseein Abed, G., “Effects of temperature on the adhesive bonding in steel beams reinforced with CFRP composites”, *Thesis, Univ. Southamp.*, (2012).

49. Tewari, U. S., Bijwe, J., Mathur, J. N., and Sharma, I., “Studies on abrasive wear of carbon fibre (short) reinforced polyamide composites”, *Tribol. Int.*, 25(1): 53–60 (1992).
50. Akgün, H., “Poliüretan-Karbon Fiber Kompozitlerin Hazırlanması Ve Karakterizasyonu”, *İstanbul Tek. Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü İleri Teknol. Malzeme Bilim. ve Mühendisliği Anabilim Dalı*, (2008).
51. Ken, B.S., and Nandi, B.K., “Effect of some operational parameters on desulphurization of high sulphur Indian coal by KOH leaching”, *Energy Explor. Exploit.*, 36(6):1674–1691(2018).

ÖZGEÇMİŞ

Emircan KORAL, İlköğretim ve liseyi İzmir’de okudu. 2008 yılında Selçuk Üniversitesi Seydişehir Meslek Yüksekokulu Makina Bölümünde öğrenimine başladı. 2010 yılında ön Lisans öğrenimi tamamladıktan sonra 2012 yılında Karabük Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği bölümüne başladı. 2017 yılında Lisans eğitimini tamamladıktan sonra 2018 yılında Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalında Yüksek Lisans eğitimine başlamıştır.