



**POLİMER MATRİSLİ KEMİK TOZU TAKVİYELİ
KOMPOZİT MALZEMELERİN ÜRETİMİ,
KARAKTERİZASYONU VE TRİBOLOJİK
PERFORMANSININ İNCELENMESİ**

**2023
DOKTORA TEZİ
MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ**

Sena KABAVE KILINÇARSLAN

**Tez Danışmanları
Prof. Dr. Refik POLAT
Doç. Dr. Muhammet Hüseyin ÇETİN**

**POLİMER MATRİSLİ KEMİK TOZU TAKVİYELİ KOMPOZİT
MALZEMELERİN ÜRETİMİ, KARAKTERİZASYONU VE TRİBOLOJİK
PERFORMANSININ İNCELENMESİ**

Sena KABAVE KILINÇARSLAN

Tez Danışmanları

Prof. Dr. Refik POLAT

Doç. Dr. Muhammet Hüseyin ÇETİN

T.C.

Karabük Üniversitesi

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü

Makine Mühendisliği Anabilim Dalında

Doktora Tezi

Olarak Hazırlanmıştır

KARABÜK

Eylül 2023

Sena KABAVE KILINÇARSLAN tarafından hazırlanan “POLİMER MATRİSLİ KEMİK TOZU TAKVİYELİ KOMPOZİT MALZEMELERİN ÜRETİMİ, KARAKTERİZASYONU VE TRİBOLOJİK PERFORMANSININ İNCELENMESİ” başlıklı bu tezin Doktora Tezi olarak uygun olduğunu onaylarım.

Prof. Dr. Refik POLAT

Tez Danışmanı, Makine Mühendisliği Anabilim Dalı

Bu çalışma, jürimiz tarafından Oy Birliği ile Makine Mühendisliği Anabilim Dalında Doktora tezi olarak kabul edilmiştir. 11/09/2023

Ünvanı, Adı SOYADI (Kurumu) İmzası

Başkan : Doç. Dr. Fuat KARTAL (KÜ)

Üye : Prof. Dr. Refik POLAT (KTMÜ)

Üye : Doç. Dr. Recep DEMİRSÖZ (KBÜ)

Üye : Doç. Dr. Yasin KANBUR (KBÜ)

Üye : Dr. Öğr. Üyesi Mehmet Emin ÇETİN (NEÜ)

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

Doç. Dr. Zeynep ÖZCAN

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.”

Sena KABAVE KILINÇARSLAN

ÖZET

Doktora Tezi

POLİMER MATRİSLİ KEMİK TOZU TAKVİYELİ KOMPOZİT MALZEMELERİN ÜRETİMİ, KARAKTERİZASYONU VE TRIBOLOJİK PERFORMANSININ İNCELENMESİ

Sena KABAVE KILINÇARSLAN

Karabük Üniversitesi

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü

Makine Mühendisliği Anabilim Dalı

Tez Danışmanları:

Prof. Dr. Refik POLAT

Doç. Dr. Muhammet Hüseyin ÇETİN

Eylül 2023, 87 sayfa

Bu çalışmada, yüzeyi modifiye edilmiş sığır kemiği tozu takviyeli kompozitlerin üretimi, karakterizasyonu, mekanik ve tribolojik performansı araştırılmıştır. Yüzey modifiyeli kemik tozu takviyesinin polimer malzemenin mukavemetini, aşınma ve ısı direncini arttıracak hipotezi kurulmuştur. Çalışmanın metodolojisi, üretim, karakterizasyon ve ball-on-disk aşınma deneyleri şeklinde oluşturulmuştur. Üretim aşaması, bileşen seçimi, yüzey modifikasyon işlemleri, tozların karakterizasyonu, karıştırma ve kalıplama adımlarından oluşmaktadır. Matris malzemesi olarak termoplastik bir polimer olan polipropilen seçilmiştir. Kemik tozuna silan ve stearik asit olmak üzere iki yüzey modifikasyon ajanı uygulanmıştır. Kemik tozu, Fourier dönüşümü kızılötesi spektroskopisi (FTIR), taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve enerji dağılımlı x-ışını spektroskopisi (EDX) analizleri ile karakterize edilmiştir.

Karakterizasyon aşamasında mekanik (sertlik ve çekme testi), termal (termogravimetrik analiz, diferansiyel taramalı kalorimetre) ve morfolojik incelemeler gerçekleştirilmiştir. Son aşamada ise full faktöriyel deney tasarımı geliştirilerek kompozitlerin tribolojik performansları incelenmiştir. Giriş parametreleri olarak dört malzeme, 2 seviyeli yük (10 N ve 20 N) ve 2 seviyeli kayma hızı (750 mm/sn ve 1500 mm/sn) belirlenmiştir. Sürtünme katsayısı ve ağırlık kaybı sonuçları varyans analizi, main faktör analizi, regresyon analizi ve etkileşim grafikleri ile istatistiksel olarak analiz edilmiştir. Aşınma izleri SEM, EDX, 2D ve 3D topografya analizleri ile görselleştirilmiştir. Karakterizasyon ve aşınma testleri sonucunda yüzeyi modifiye edilmiş kemik tozu takviyesinin polimerin mekanik, termal ve aşınma direncini arttırdığı belirlenmiştir. Yüzey modifikasyon yöntemleri arasında silanlama işleminin en iyi sonuçları verdiği görülmüştür. Silanlama işlemi sayesinde takviye ile matris arasındaki uyum artmıştır. Yüzey modifikasyon işlemi sonucunda camsı geçiş sıcaklığı %45,54 oranında, kristalleşme %2,93 oranında, sertlik %2,70 oranında, çekme mukavemeti ise %9,26 oranında artmıştır. Termal bozunma miktarında önemli bir fark meydana gelmemiştir. Main faktör analizine göre yüzey modifikasyon işlemi sonucunda sürtünme katsayısı %16,60 oranında, ağırlık kaybı ise %40,0 oranında azalmıştır. Yapılan morfolojik analizler bu sonuçları destekleyici niteliktedir.

Anahtar Sözcükler : Polimer kompozitler, Sığır kemiği tozu, Yüzey modifikasyonu, Karakterizasyon, Tribolojik performans

Bilim Kodu : 91417

ABSTRACT

Ph. D. Thesis

INVESTIGATION OF THE PRODUCTION, CHARACTERIZATION AND TRIBOLOGIC PERFORMANCE OF BONE POWDER-REINFORCED POLYMER MATRIX COMPOSITE MATERIALS

Sena KABAVE KILINÇARSLAN

Karabük University

Institute of Graduate Programs

Department of Mechanical Engineering

Thesis Advisors:

Prof. Dr. Refik POLAT

Assoc. Prof. Dr. Muhammet Hüseyin ÇETİN

September 2023, 87 pages

This study investigated the production, characterization, mechanical and tribological performance of surface-modified cow bone powder-reinforced composites. It was hypothesized to increase the material's mechanical strength, wear, and heat resistance with surface-modified bone powder reinforcement. The methodology was divided into production, characterization, and ball-on-disc wear experiments. The production stage consisted of component selection, surface modification processes, characterization of powders, mixing, and molding steps. Polypropylene, a thermoplastic polymer, was chosen as the matrix material. Two surface modification agents, silane, and stearic acid were applied to the bone powder. The powders were characterized by Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), scanning electron microscopy (SEM), and energy dispersive x-ray spectroscopy (EDX) analyses. Mechanical (hardness and

tensile test), thermal (thermogravimetric analysis, differential scanning calorimetry analysis), and morphological examinations were performed during the characterization stage. In the last stage, the tribological performance of the composites was investigated by developing a full factorial experimental design. As input parameters, four materials, 2-level load (10 N and 20 N), and 2-level sliding speed (750 mm/s and 1500 mm/s) were determined. The friction coefficient and weight loss results were analyzed statistically by analysis of variance, main factor analysis, regression analysis, and interaction graphs. Wear marks were visualized by SEM, EDX, 2D, and 3D topography analyses. As a result of the characterization and wear tests, it was determined that the surface-modified bone powder reinforcement increased the mechanical, thermal, and wear resistance of the polymer. Among the surface modification methods, it was seen that the silanization process gave the best results. The compatibility between the reinforcement and the matrix has increased thanks to the silanization process. It increased the glass transition temperature by 45.54%, crystallization by 2.93%, hardness by 2.70%, and tensile strength by 9.26% compared to the unmodified bone powder reinforcement. There was no significant improvement in thermal degradation. In addition, it reduced the friction coefficient and weight loss by 16.60% and 40.0%, respectively, according to the main factor analysis. Morphological analyses supported these results.

Key Word : Polymer composites, Cow bone powder, Surface modification, Characterization, Tribological performance

Science Code : 91417

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 danışman hocalarım Prof. Dr. Refik POLAT ve Doç. Dr. Muhammet Hüseyin ÇETİN'e sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Bu tez çalışmasının araştırma ve yürütülmesi esnasında bana destek olan hocalarım Doç. Dr. Yasin KANBUR ve Dr. Öğr. Üyesi Sedef ŞİŞMANOĞLU'na, mesai arkadaşlarım Arş. Gör. Muhammed Salih GÜL ve Arş. Gör. Bilgehan KONDUL'a teşekkürlerimi sunarım.

Maddi ve manevi her konuda yanımda olan sevgili eşim Enes KILINÇARSLAN'a, bu süreçte dünyaya gelen ve bize umut ışığı olan kızım Reyhan KILINÇARSLAN'a tüm kalbimle teşekkür ederim. Bugünlere gelmemi sağlayan başta annem ve babam olmak üzere tüm KABAVE ve KILINÇARSLAN aile bireylerine teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
KABUL.....	ii
ÖZET	iv
ABSTRACT	vi
TEŞEKKÜR.....	viii
İÇİNDEKİLER.....	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ	xii
ÇİZELGELER DİZİNİ	xv
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ.....	xvi
BÖLÜM 1	1
GİRİŞ	1
BÖLÜM 2	9
KOMPOZİT MALZEMELER.....	9
2.1. POLİMER MATRİSLİ KOMPOZİT MALZEMELER.....	9
2.1.1. MATRİS MALZEMELERİ	9
2.1.1.1. Polipropilen	12
2.1.2. TAKVİYE MALZEMELERİ.....	13
2.1.2.1. Kemik Tozu.....	14
2.1.3. YÜZEY MODİFİKASYON İŞLEMLERİ.....	15
2.1.4. TERMOPLASTİK POLİMER MATRİSLİ KOMPOZİT MALZEMELERİN ÜRETİM YÖNTEMLERİ	16
2.1.4.1. Enjeksiyon Kalıplama Yöntemi	17
BÖLÜM 3	18
TRİBOLOJİ.....	18
3.1. SÜRTÜNME.....	19
3.1.1. Kuru Sürtünme.....	20
3.1.2. Yarı-Sıvı Sürtünme	21
3.1.3. Sıvı Sürtünme	21
3.2. AŞINMA.....	22
3.2.1. Aşınma Mekanizmaları	23

	<u>Sayfa</u>
3.2.1.1. Abrasiv Aşınma	23
3.2.1.2. Adhesiv Aşınma	24
3.2.1.3. Yorulma Aşınması	24
3.2.1.4. Korozif Aşınma	24
3.2.1.5. Eroziv Aşınma.....	25
3.2.2. Aşınmaya Etki Eden Faktörler	25
BÖLÜM 4	26
MATERYAL VE METOT.....	26
4.1. KOMPOZİT MALZEMELERİN ÜRETİMİ	26
4.1.1. Bileşen Seçimi	26
4.1.2. Yüzey Modifikasyonu İşlemleri	27
4.1.2.1. Silanlama İşlemi ile Yüzey Modifikasyonu	29
4.1.2.2. Stearik Asit ile Yüzey Modifikasyonu.....	29
4.1.3. Polipropilen ile Karıştırma İşlemleri.....	29
4.1.4. Enjeksiyon Kalıplama İşlemleri.....	32
4.2. KOMPOZİT MALZEMELERİN KARAKTERİZASYON İŞLEMLERİ	33
4.2.1. Mekanik Testler	33
4.2.1.1. Sertlik Ölçümleri	33
4.2.1.2. Çekme Testi.....	33
4.2.2. Fiziksel, Kimyasal ve Termal Özelliklerin İncelenmesi	34
4.2.2.1. ATR-FTIR Analizi.....	34
4.2.2.2. Termogravimetrik Analiz.....	34
4.2.2.3. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre Analizi	35
4.2.3. Morfolojik İncelemeler.....	35
4.3. TRİBOLOJİK PERFORMANS DENEYLERİ.....	35
4.3.1. Ball-on-disk Aşınma Deneyleri	35
4.3.2. İstatiksel Analiz	37
BÖLÜM 5	38
DENEYSEL BULGULAR VE TARTIŞMA.....	39
5.1. KEMİK TOZUNUN YÜZEY MODİFİKASYONU	39
5.1.1. ATR-FTIR Analizi	39

	<u>Sayfa</u>
5.1.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi	42
5.2. MEKANİK TEST SONUÇLARI.....	44
5.2.1. Sertlik Ölçümleri.....	44
5.2.2. Çekme Testi Sonuçları	45
5.3. MORFOLOJİK ANALİZLER	49
5.3.1. Kompozit Kırılma Yüzeylerinin Morfolojik Analizi	49
5.4. FİZİKSEL, KİMYASAL VE TERMAL ÖZELLİKLER.....	52
5.4.1. Kompozit Malzemelerin Termogravimetrik Analizi	52
5.4.2. Kompozit Malzemelerin Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DTK) Analizi.....	53
5.5. TRİBOLOJİK PERFORMANS DENEYLERİ.....	56
5.5.1. Ball-on-disk Aşınma Deneyleri	56
5.5.1.1. Sürtünme Katsayısı Sonuçları	57
5.5.1.2. Ağırlık Kaybı Sonuçları.....	61
5.5.1.3. Optimizasyon.....	65
5.5.2. Aşınma Yüzeylerinin Morfolojik Analizi	66
5.5.2.1. İki Boyutlu (2D) Yüzey Profili	66
5.5.2.2. Aşınma İzlerinin SEM Analizi	69
5.5.2.3. Aşınma İzlerinin 3D Topoğrafya Analizi	73
5.5.2.4. Yüzey Modifikasyon Etkisi ve Takviye/Matris Etkileşimi.....	75
BÖLÜM 6	78
SONUÇLAR.....	78
KAYNAKLAR.....	81
ÖZGEÇMİŞ.....	87

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa

Şekil 1.1. Çalışma kapsamında yürütülecek metodolojinin şematik gösterimi.....	7
Şekil 1.2. Deneysel kurulum aşamaları.....	8
Şekil 2.1. Kemik Tozu.	14
Şekil 2.2. Enjeksiyon kalıplama mekanizması.	17
Şekil 3.1. Tribolojik sistem.	19
Şekil 3.2. Kuru sürtünme.	20
Şekil 3.3. Yarı-sıvı (sınır) sürtünme.	21
Şekil 3.4. Sıvı sürtünme.	22
Şekil 3.5. Aşınma-zaman ilişkisi.	23
Şekil 4.1. Yüzey modifikasyonu işlem adımları.....	28
Şekil 4.2. Yüzey modifikasyonsuz ve yüzey modifikasyonlu toz numunelerinin görüntüleri: a) kemik tozu (KT), b) silanlı kemik tozu Si_KT, c) stearik asitli kemik tozu (St_KT).....	28
Şekil 4.3. Karıştırma işlemi sonucu elde edilen numuneler: a) PP, b) %30 KT + %70 PP, c) %30 Si_KT + %70 PP, d) %30 St_KT + %70 PP.....	30
Şekil 4.4. Brabender / W50 EHT + Plastograph EC Plus Mikser.	31
Şekil 4.5. Karıştırma işlemleri sonucu elde edilen Plastogram eğrileri: a) PP, b) %30 KT + %70 PP, c) %30 Si_KT + %70 PP, d) %30 St_KT + %70 PP.....	31
Şekil 4.6. Kalıplama düzeneği; a) thermo Scientific Haake Mini Jet II Enjeksiyon cihazı, b) enjeksiyon kalıbı, c) çekme numuneleri.	32
Şekil 4.7. Çekme cihazı.....	34
Şekil 4.8. Sürtünme katsayısı grafik örneği.	36
Şekil 4.9. Aşınma test cihazı.	36
Şekil 5.1. KT ve Si_KT tozlarının FTIR spektrumu (4000-500 cm ⁻¹ aralığı).....	40
Şekil 5.2. Silanlama mekanizması.	41
Şekil 5.3. KT ve St_KT tozlarının FTIR spektrumu (3500-500 cm ⁻¹ aralığı).....	42
Şekil 5.4. Yüzey modifikasyonsuz ve yüzey modifikasyonlu tozların SEM görüntüleri: a) KT tozu 15000x yakınlaştırma b) KT tozu 20000x yakınlaştırma, c) Si_KT tozu 15000x yakınlaştırma, d) Si_KT tozu 20000x yakınlaştırma, e) St_KT tozu 15000x yakınlaştırma, f) St_KT tozu 20000x yakınlaştırma.	43

Şekil 5.5. Yüzey modifikasyonsuz ve yüzey modifikasyonlu tozların EDX analizleri: a) KT tozu EDX analiz alanı, b) KT tozu EDX analizi, c) Si_KT tozu EDX analiz alanı, d) Si_KT tozu EDX analizi, e) Silan ajanının kimyasal formülü, f) St_KT tozu EDX analiz alanı, g) St_KT tozu EDX analizi, h) Stearik asitin kimyasal formülü.....	44
Şekil 5.6. PP çekme eğrisi.	45
Şekil 5.7. KT_PP çekme eğrisi.	46
Şekil 5.8. Si_KT_PP çekme eğrisi.	47
Şekil 5.9. St_KT_PP çekme eğrisi.	47
Şekil 5.10. Tüm malzemeler için elde edilen çekme eğrisi.....	49
Şekil 5.11. Kompozit kırılma yüzeylerinin SEM görüntüleri: a) 5000x yakınlaştırma oranı ile KT katkılı kompozit, b) 10000x yakınlaştırma oranı ile KT katkılı kompozit, c) 5000x yakınlaştırma oranı ile Si_KT katkılı kompozit, d) 10000x yakınlaştırma. oranı ile Si_KT katkılı kompozit, e) 5000x yakınlaştırma oranı ile St_KT katkılı kompozit, f) 10000x yakınlaştırma oranı ile St_KT katkılı kompozit.....	51
Şekil 5.12. Kompozit malzemelerin TGA eğrileri.....	53
Şekil 5.13. DTK analizi sonucu elde edilen kristalleşme sıcaklıkları.	55
Şekil 5.14. DTK analizi sonucu elde edilen erime sıcaklıkları.	55
Şekil 5.15. Sürtünme katsayısı için elde edilen regresyon eğrileri.....	58
Şekil 5.16. Sürtünme katsayısı için elde edilen faktör etkisi grafikleri.	60
Şekil 5.17. Sürtünme katsayısı için elde edilen 3 boyutlu etkileşim grafikleri.	61
Şekil 5.18. Ağırlık kaybı için elde edilen regresyon eğrileri.....	63
Şekil 5.19. Ağırlık kaybı için elde edilen faktör etkisi grafikleri.	64
Şekil 5.20. Ağırlık kaybı için elde edilen 3 boyutlu etkileşim grafikleri.....	65
Şekil 5.21. Optimizasyon sonuçları.	66
Şekil 5.22. Aşınma izlerinin 2D görüntüsü; a) PP, b) KT_PP, c) Si_KT_PP, d) St_KT_PP.....	68
Şekil 5.23. Aşınma izlerinin makro boyutta SEM görüntüleri; a) PP, b) KT_PP, c) Si_KT_PP, d) St_KT_PP.	70
Şekil 5.24. Aşınma bölgelerinin SEM görüntüleri; a)1000x yakınlaştırma oranı ile PP, b) 5000x yakınlaştırma oranı ile PP, c) 1000x yakınlaştırma oranı ile KT_PP, d) 5000x yakınlaştırma oranı ile KT_PP, e) 1000x yakınlaştırma oranı ile Si_KT_PP, f) 5000x yakınlaştırma oranı ile Si_KT_PP, g) 1000x yakınlaştırma oranı ile St_KT_PP, h) 5000x yakınlaştırma oranı ile St_KT_PP.....	72
Şekil 5.25. Aşınma izlerinin EDX analizi; a) PP, b) KT_PP, c) Si_KT_PP, d) St_KT_PP.....	73

Sayfa

Şekil 5.26. Aşınma izlerinin 3D topoğrafya görüntüleri; a) PP, b) KT_PP, c) Si_KT_PP, d) St_KT_PP.	75
Şekil 5.27. Yüzey modifikasyon etkisi ve takviye/matris etkileşimi.....	77

ÇİZELGELER DİZİNİ

Sayfa

Çizelge 2.1. Polipropilen malzemesinin fiziksel ve kimyasal özellikleri.	13
Çizelge 4.1. Çalışma kapsamında kullanılan PP matrisine ait özellikler.	26
Çizelge 4.2. Aşındırıcı bilyenin mekanik özellikleri.	36
Çizelge 4.3. Full faktöryel deney tasarımı.	38
Çizelge 5.1. KT ve Si_KT tozları için gözlemlenen ve literatürde verilen pikler.	40
Çizelge 5.2. KT ve St_KT tozları için gözlemlenen ve literatürde verilen pikler.	42
Çizelge 5.3. Kompozit malzemelerin sertlik ölçüm sonuçları.	45
Çizelge 5.4. PP ve kompozitler için elde edilen çekme dayanımı ve yüzde uzama değerleri.	49
Çizelge 5.5. PP ve kompozit malzemelerin DTK analiz sonuçları.	56
Çizelge 5.6. Aşınma deney sonuçları.	57
Çizelge 5.7. Sürtünme katsayısı için varyans analiz sonuçları.	58
Çizelge 5.8. Ağırlık kaybı için elde edilen varyans analiz sonuçları.	62

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

SİMGELER

μm	: Mikrometre
%	: Yüzde
N	: Newton
mm/sn	: Hız birimi
g/cm^3	: Yoğunluk birimi
$^{\circ}\text{C}$: Derece santigrat
MPa	: Mega paskal
μ_s	: Sürtünme katsayısı
F_s	: Sürtünme kuvveti
CaCO_3	: Kalsiyum karbonat
OH	: Hidroksit
rpm	: Dakikadaki devir sayısı
dk	: Dakika
sn	: Saniye
ml	: Mililitre
gr	: Gram
mm	: Milimetre
cm	: Santimetre
bar	: Basınç birimi
mm/dk	: Hız birimi
mg	: Miligram
HV	: Vickers sertlik birimi
R-sq	: Regresyon katsayısı
p	: İstatistiksel anlam
F	: İstatistiksel test oranı
C	: Karbon

H	: Hidrojen
O	: Oksijen
N	: Azot
PO ₄	: Fosfat
CH ₂	: Metilen
mW	: Mega watt
J/g	: Öz ısı
Ra	: Yüzey pürüzlülüğü

KISALTMALAR

PP	: Polipropilen
TPS	: Termoplastik nişasta
PPS	: Polifenilen sülfid
TPU	: Termoplastik poliüretan
PE	: Polietilen
PA	: Poliamid
PVC	: Polivinilklorür
PS	: Polistren
PET	: Polietilen Tereftalat
DMA	: Dinamik Mekanik Analiz
MFI	: Melt Flow Index (Eriyik Akış İndeksi)
SEM	: Scanning Electron Microscope (Taramalı Elektron Mikroskobu)
ATR-FTIR	: Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektrometresi
EDX	: Enerji Dağılımı X-Işını Analizi
TGA	: Termogravimetrik Analiz
DTK	: Diferansiyel Taramalı Kalorimetre
KT	: Kemik Tozu
Si	: Silan
St	: Stearik Asit
2D	: 2-Dimensional (2 Boyutlu)
3D	: 3-Dimensional (3 Boyutlu)

Adj SS : Sum of Squares (Kareler Toplamı)
Adj MS : Mean Squares (Kareler Ortalaması)
DF : Degrees of Freedom (Serbestlik Derecesi)

BÖLÜM 1

GİRİŞ

Mühendislik malzemelerinin seçiminde yüksek dayanım, düşük maliyet, hafiflik ve işlevsellik gibi kriterler ön plana çıkmaktadır. Hedeflenen bu kriterlerin tek bir malzemede toplanması kompozit üretimi ile mümkün olabilmektedir. Kompozit üretimi ile geleneksel malzemelere ilave edilen dolgu ve takviyeler sayesinde malzemeye istenen nitelikler kazandırılmaktadır. Son yıllarda polimer matrisli kompozit malzemeler, ileri teknolojinin kullanıldığı havacılık ve uzay sektörü dahil tüm mühendislik alanlarını yakından ilgilendirmektedir. Bu malzemeler sahip oldukları yüksek mukavemet/yoğunluk oranı, korozyon direnci, hafiflik ve işlevsellik özellikleri sayesinde birçok metalik malzemenin yerini almaya başlamıştır [1,2]. Ayrıca bu malzemelerin ilave yağlamaya ihtiyaç duymaması, sürtünme ve aşınmaya maruz makine elemanlarındaki kullanımlarını yaygınlaştırmıştır [3]. Polimer matrisli kompozit malzemeler özellikle rulman, makara, conta, dişli, kam mili, tekerlek, piston halkası ve transmisyon kayışı gibi tribolojik etkiye maruz uygulamalarda giderek daha fazla kullanım alanı bulmaktadır [3-5].

Polimer matrisli kompozit malzemelerin sahip oldukları avantajların yanısıra sürdürülebilir kullanımlarının sağlanması da önem taşımaktadır. Günümüzde global çevre kirliliğinin ciddi boyutlara ulaşması, bu malzemelerin geri dönüşümünü ve biyolojik olarak parçalanmasını destekleyecek etkili çözümleri gerekli kılmaktadır [6]. Polimer matrisli kompozit malzemelerin biyo-bozunabilirliğinin sağlanması için genel olarak iki yöntem geliştirilmiştir. Birinci yöntemde biyo-bazlı polimer matris ile doğal kaynaklı takviyeler birleştirilerek doğada tamamen çözünebilen kompozit malzemeler elde edilmektedir. İkinci üretim yönteminde ise sentetik polimer matris ile doğal kaynaklı takviyeler birleştirilerek doğada kısmi çözünebilen kompozit malzemeler elde edilmektedir. Bu yöntemde takviye edilen doğal lifler/parçacıklar yıllar içerisinde parçalanarak malzemenin ayrışmasını kolaylaştırmaktadır. Yalnızca çevresel faktörler

söz konusu olduğunda tamamen ayrışabilen kompozit malzemeler daha avantajlı olarak gözükmektedir. Ancak mekanik dayanım söz konusu olduğunda biyo-polimerlerin sentetik polimerlere kıyasla yetersiz kaldığı tespit edilmiştir [6,7]. Ayrıca biyo-bazlı kompozit malzemelerde kullanılan matris ve takviye malzemelerinin hidrofilik yapıya sahip olması, malzemenin ıslak uygulama alanlarında daha hızlı bozunması ile sonuçlanmaktadır [6]. Her ne kadar doğada çözünebilir yapıya sahip olsa da kullanım ömrünü tamamlayamamış ürünler doğada yeni atıkların oluşumuna sebep olacaktır. Bu sebeple mekanik yüklere maruz alanlarda çevresel faktörlerin yanısıra yüksek dayanıma sahip malzemelerin araştırılması gerekmektedir. Bu doğrultuda kısmi çözünebilir kompozit malzemeler, tamamen sentetik veya tamamen çözünebilir malzemelere kıyasla daha avantajlı durumdadır. Sanjay vd. (2017), hazırladıkları derlemede, dünyada temiz ve sürdürülebilir malzemelere duyulan ihtiyacın, doğal elyaf takviyeli polimer matrisli kompozitlerin üretimine yol açtığı ve bu durumun son zamanlarda en çok araştırılan konulardan biri haline geldiğini bildirmişlerdir. Doğal elyaf takviyeli kompozit malzemelerin zararlı sentetik malzemeler yerine bir alternatif olduğunu ve kirlilik sorunlarının kontrol edilmesine yardımcı olacağını ifade etmişlerdir. Ayrıca bu kompozit malzemelerin üretimde daha düşük enerjiye ihtiyaç duyulduğunu, çevresel atıkların kullanılmasını sağlayarak sürdürülebilir üretime katkı sağlayacağını vurgulamışlardır [8].

Kompozit malzemelerin üretiminde sürdürülebilirliği sağlamak için mekanik, fiziksel ve kimyasal özellikler dikkate alınarak en uygun matris/takviye kombinasyonunun seçilmesi gerekir. Matris malzemesi seçiminde malzemenin mekanik dayanımı, aşınma direnci, korozyon direnci, su direnci ve termal stabilitesi gibi faktörler dikkate alınmalıdır [9]. Takviye malzemesi seçiminde ise polimer matrisin mekanik dayanımını arttırmak için karbon, kalsiyum ve silisyum esaslı bileşiklerin varlığı aranabilir [10,11]. Bu bileşiklerin mukavemeti arttırmasının yanısıra malzemenin aşınma direnci ve yağlayıcılık özelliklerini de geliştirdiği literatürde vurgulanmıştır [12]. Literatürde bu bileşikleri barındıran doğal takviye malzemeleri olarak odun kömürü, kemik tozu, midye kabuğu, yumurta kabuğu kullanılmaktadır [10,13,14]. Sahin vd. (2020), polifenilen sülfite (PPS) matrisine farklı konsantrasyonlarda (ağırlıkça %0, %1, %3, %5 ve %10) midye kabuğu tozu takviye ederek ürettikleri malzemelerin mekanik ve tribolojik özelliklerini incelemişlerdir. Karakterizasyon

sonuçlarına göre midye kabuğu takviyesi, PPS'nin elastik modülünü, mukavemetini, sertliğini, aşınma direncini ve gevrekliğe dönüşme davranışını arttırmıştır [15]. Bootklad ve Kaewtatip (2013), termoplastik nişasta (TPS) matris malzemesine yumurta kabuğu ve kalsiyum karbonat tozunu ayrı ayrı takviye ederek ürettikleri kompozit malzemesinin su direnci, termal stabilite ve biyo-bozunabilirlik özelliklerini incelemişlerdir. Elde ettikleri sonuçlara göre yumurta kabuğu takviyesi malzemenin termal kararlılığını ve su direncini iyileştirmiş, kalsiyum karbonat takviyesine göre daha hızlı bozunma performansı sağlamıştır [16]. Kamalbabu vd. (2014), farklı parçacık boyutları ve ağırlık oranlarına sahip epoksi matrise mürekkep balığı kemiği tozu (koralin kalsiyum karbonat) takviye ederek kompozit malzeme üretmişlerdir. Mürekkep balığı kemiği tozunun kristal yapısı, termal davranışı ve bileşimini incelemek amacıyla X-ışını kırınımı, termogravimetrik analiz ve Fourier dönüşümü kızılötesi spektroskopi spektrumlarını kullanmışlardır. Üretilen kompozitlerin çekme dayanımı ve morfolojik özelliklerini de incelemişlerdir. Çalışmalarında, daha küçük parçacık boyutuna sahip dolgu takviyeli kompozitlerin daha iyi dağılıma sahip olduğu ve mekanik dayanımı arttırdığı sonucuna varmışlardır [17]. Leong (2016), yaptığı çalışmada yumurta kabuğu tozunun yüksek kalsiyum karbonat içeriği nedeniyle geleneksel mineral dolguların yerini alma konusunda büyük bir potansiyele sahip olduğunu ifade etmiştir. Çalışmasında farklı dolgu oranlarına sahip yumurta kabuğu tozu dolgulu PP kompozitlerinin gerilme ve termal özelliklerini araştırmıştır. Tavuk yumurtası kabuğu tozunun PP matrisine eklenmesi ile termal kararlılığının arttığını, kompozitlerin kristalinite değerlerinin düştüğünü, erime sıcaklıklarında ise dikkate değer bir değişim gerçekleşmediğini vurgulamıştır. Dolgu oranı arttıkça çekme mukavemetinin arttığını ifade etmiştir. Ayrıca yüzeyi modifiye edilmemiş takviyeli kompozitlerin kopma uzamasının, yüzeyi modifiye edilmiş takviyeli kompozitlerden daha yüksek sonuç verdiğini belirtmiştir [18].

Kısmi çözünebilen kompozit malzemelerin sürdürülebilir üretimini sağlamak için hammaddelerin ulaşılabilir kaynaklardan tedarik edilmesi oldukça önemlidir. Biyo-çözünür takviye malzemelerinin çoğu doğada az miktarda bulunmakta veya ulaşılması zor kaynaklardan elde edilmektedir. Takviye malzemelerinin seçiminde büyük ölçeklerde tedarik edilebilecek ekolojik kaynaklar dikkate alınmalıdır. Kısmi çözünebilen kompozit malzemelerde dikkat edilmesi gereken bir diğer husus da

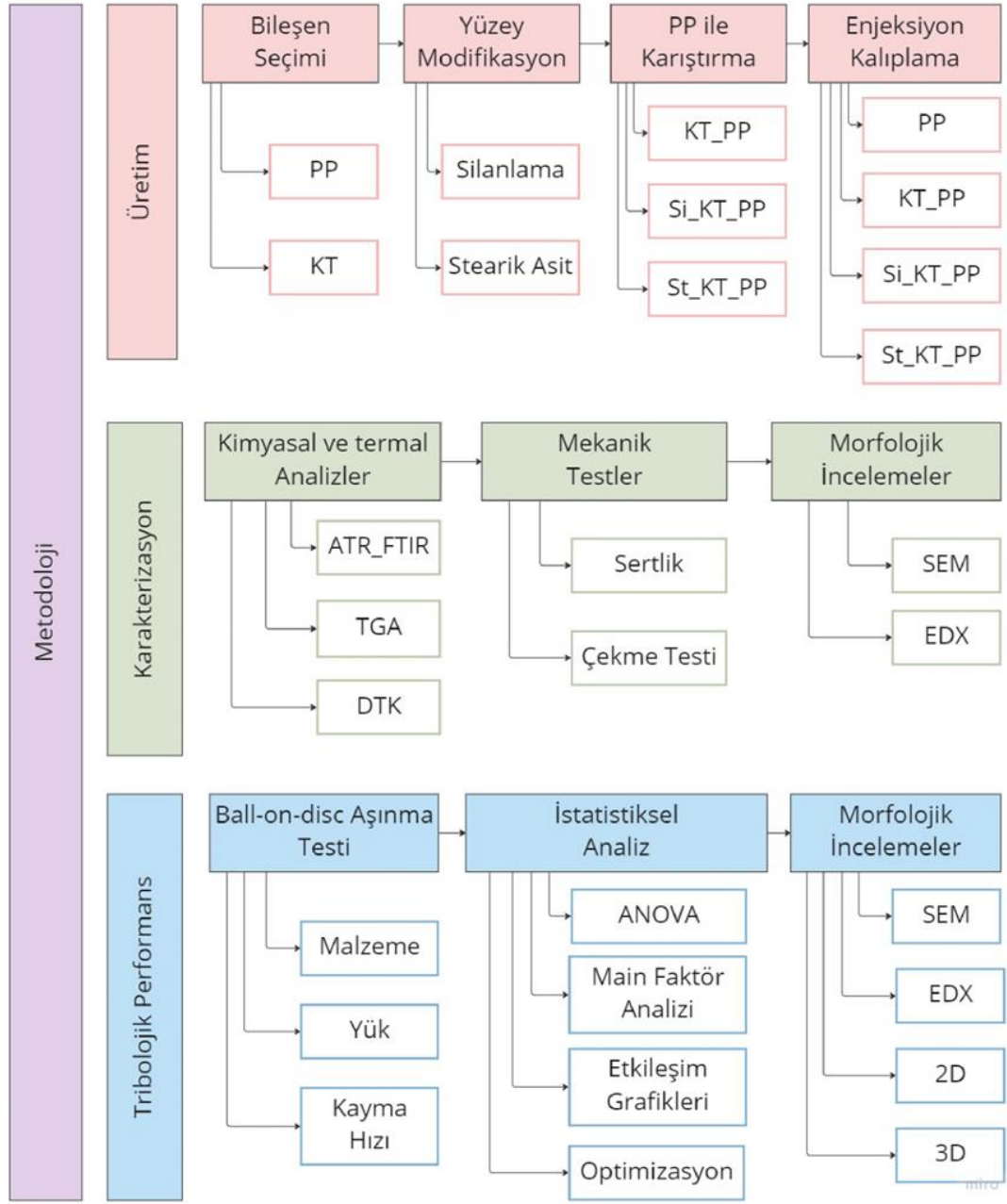
hidrofobik yapıdaki sentetik polimer ile hidrofilik yapıdaki doğal katkıların arasında oluşan uyumluluk sorunları ve kimyasal bileşimdeki tutarsızlıklardır [6,7]. Matris ve takviye bileşenleri arasındaki ara yüzey bağlarının geliştirilmesi amacıyla bir takım yüzey modifikasyon işlemleri yapılmaktadır [19]. Bu işlemlerde kullanılan ajanların yapısında bulunan fonksiyonel gruplar, hidrofilik yapıdaki malzemenin OH grubuna bağlanarak malzemeyi hidrofobik yapıya dönüştürmekte ve bir nevi moleküler köprü oluşturmaktadır [20]. Bu sayede takviye bileşeninin matris malzemesine kararlı bir şekilde bağlanması sağlanarak kompozit malzemede meydana gelecek dengesiz yük dağılımının önüne geçilebilir. Sismanoğlu vd. (2019), termoplastik poliüretan (TPU) matris malzemesi ile hurma çekirdeği takviyesi arasındaki uyumluluğu arttırmak üzere hurma çekirdeği tozuna alkali ve silan yüzey modifikasyon işlemleri uygulamışlardır. Ürettikleri kompozitleri çekme deneyi, sertlik testi, su emme testi, dinamik mekanik analiz (DMA), eriyik akış indeksi (MFI) testi, termogravimetrik analiz ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile karakterize etmişlerdir. Çalışmaları sonucunda silan yüzey modifikasyon işlemleri sonucu ürettikleri kompozit malzemelerin mekanik performanslarının dikkate değer bir şekilde arttığını bildirmişlerdir [21]. Kucuk vd. (2020), çalışmalarında TPU matris ve diatomit takviyesi arasındaki ara yüzey bağını arttırmak için diatomit yüzeyini amino, epoksi, triamin ve oktil fonksiyonel gruplara sahip dört farklı silan bağlama ajanı ile modifiye etmişlerdir. Mekanik özellikler bakımından en iyi sonuçları epoksi-silan modifiyesi ile elde etmişlerdir [22]. Cao vd. (2016), kalsiyum karbonat (CaCO_3) içerikli takviyelerin polaritesini azaltmak amacıyla sıklıkla stearik asit ile işlendiğini ifade etmiştir. Farklı yöntemlerle stearik asit kullanılarak uygulanan yüzey modifikasyon işlemleri sonucu elde ettikleri kompozitleri taramalı elektron mikroskobu, boşluk içeriği, yoğunluk, ıslanabilirlik, diferansiyel taramalı kalorimetre ve çekme testleri ile karakterize etmişlerdir. Çalışma sonucunda, yüzey modifikasyon işlemleri sonucu kompozitlerin daha yüksek yoğunluğa, daha az boşluk içeriğine ve daha yüksek çekme mukavemetine sahip olduğu vurgulanmıştır. Takviye/matris etkileşiminin artması sayesinde bu sonuçları elde ettikleri ifade etmişlerdir [23]. Metin vd. (2004), doğal zeolit takviyeli polipropilen kompozitlerin ara yüzey etkileşimlerinin mekanik özellikleri üzerindeki etkisini kuru ve ıslak koşullar altında araştırmışlardır. Doğal zeolit uyumluluğunu arttırmak ve kompozitlerin mekanik özelliklerini geliştirmek amacıyla ağırlıkça %3 polietilen glikol ve üç farklı tipte silan birleştirme maddesi (3-

aminopropiltrioksisilan, metiltrioksisilan ve 3-merkaptopropiltrimetoksisilan) kullanarak yüzey modifikasyon işlemleri gerçekleştirmiştir. Silanlama uygulamasının kompozitlerin mekanik özellikleri üzerinde önemli iyileşmeler gösterdiğini ifade etmişlerdir. Çalışma sonuçlarına göre en iyi mekanik performansın %1 oranında 3-aminopropiltrioksisilan ile işlenmiş zeolit içeren PP kompozitlerde elde edildiği belirtilmiştir. Ayrıca silanlama işlemi sonucunda daha iyi takviye dağılımının sağlandığı vurgulanmıştır [24]. Literatürden elde edilen sonuçlara göre, günümüzde nitelikli bir polimer matrisli kompozit malzemesinin üretilebilmesi için, yüksek dayanıma ve kararlılığa sahip polimer matrisin yanında, mekanik özellikleri arttıran sürdürülebilir doğal bir takviye malzemesi seçilmeli, uygun yüzey modifikasyon işlemleri ile bileşenler arasındaki uyumsuzluklar giderilmelidir.

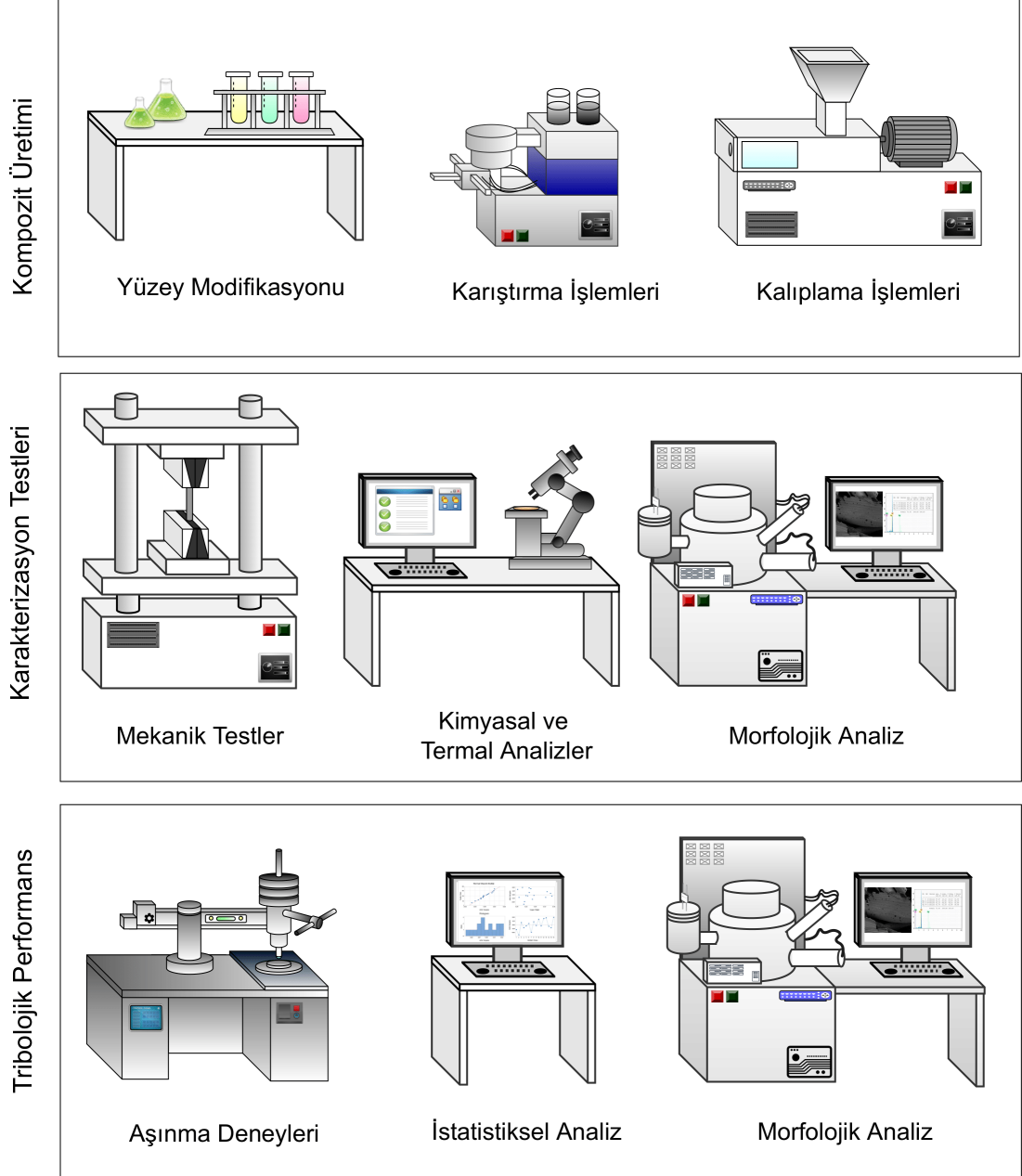
Polimerlerin mekanik özelliklerini artırma ve bozunmayı hızlandırma kriterlerini karşılayan sürdürülebilir malzemeler arasında kemik tozu son yıllarda oldukça dikkat çekmektedir [13,25–28]. Oladele ve Isola (2016), biyomedikal uygulamalarında kullanılmak üzere, ağırlıkça %2, %4, %6, %8, %10, %12, %14, %16, %18 ve %20 oranında kemik tozu takviyesinin epoksi matris malzemesinin mekanik özelliklerine etkisini incelemişlerdir. Ürettikleri kompozit malzemelerin sertlik özellikleri ile çekme, eğilme ve aşınma davranışlarını irdelemişlerdir. Çalışmaları sonucunda en iyi gerilme, eğilme ve sertlik değerlerini ağırlıkça %16 oranında kemik tozu ile üretilen kompozit malzeme vermiştir [25]. Asuke vd. (2012), karbonlaştırılmış ve karbonlaştırılmamış (ağırlıkça %5 – 25) kemik tozu takviyesinin polipropilen matrisli kompozit malzemelerin mikro yapı ve mekanik özellikleri üzerindeki etkisini araştırmışlardır. Çalışmaları sonucunda karbonize edilmiş kemik tozunun saf kemik tozuna kıyasla basma dayanımında %53, sertlik değerinde %45, çekme dayanımında ise %35 oranında daha iyi performans gösterdiği bildirilmiştir [4]. Igwe vd. (2012), 0,150 µm, 0,30 µm, 0,420 µm partikül boyutlarına sahip ağırlıkça %0 - 40 oranlarında yumurta kabuğu ve balık kılçığı tozu takviyeli polipropilen matrisli kompozit malzemelerin mekanik özelliklerini incelemişlerdir. Referans dolgu maddesi olarak 0,150 µm partikül boyutuna sahip talk kullanmışlardır. Polipropilene yumurta kabuğu ve balık kılçığı tozunun eklenmesi sayesinde kompozitlerin çekme mukavemetinin, çekme modülünün, eğilme ve darbe mukavemetinin iyileştiğini bildirmişlerdir. Ayrıca bu özelliklerin, dolgu oranındaki artış ve partikül boyutlarındaki azalma ile arttığını

ifade etmişlerdir [27]. Literatür araştırması sonucunda kemik tozunun, polimer esaslı makine elemanlarının mekanik ve tribolojik özelliklerinin geliştirilmesine büyük katkı sağlayacağı düşünülmektedir. Polimer kompozit malzemelerinin makine elemanları uygulamalarında kullanılabilmesi için kapsamlı bir araştırmanın yapılması gerekmektedir.

Bu çalışmanın özgün değeri, yüzeyi modifiye edilmiş kemik tozu takviyeli polimer matrisli kompozit malzemelerin üretimi, karakterizasyonu, mekanik ve tribolojik performansının incelenmesidir. Yapılan literatür araştırmaları sonucunda yüzey modifikasyonu yapılmış kemik tozunun, malzemenin mukavemetinin yanısıra aşınma ve ısı direncini de arttıracığı hipotezi kurulmuştur. Ayrıca bu takviye sayesinde malzemenin doğada çözünebilirlik seviyesi artacaktır. Bu doğrultuda çalışmanın metodolojisi 3 ana bölüme ayrılmıştır (Şekil 1.1 ve Şekil 1.2). Bu aşamalar üretim, karakterizasyon ve tribolojik performans deneylerinden oluşmaktadır. Üretim aşaması, bileşen seçimi, yüzey modifikasyon işlemleri, tozların karakterizasyonu, karıştırma ve kalıplama adımlarından oluşmaktadır. Matris malzemesi olarak termoplastik bir polimer olan polipropilen seçilmiştir. Kemik tozuna silan ve stearik asit olmak üzere iki farklı yüzey modifikasyon ajanı uygulanmıştır. Tozların karakterizasyonu Fourier dönüşümü kızılötesi spektroskopisi (ATR-FTIR), taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve enerji dağılımlı x-ışını spektroskopisi (EDX) analizleri ile gerçekleştirilmiştir. Karakterizasyon aşamasında mekanik (sertlik ve çekme testi), termal (termogravimetrik analiz (TGA) ve diferansiyel taramalı kalorimetre (DTK)) ve morfolojik incelemeler yapılmıştır. Son aşamada ise full faktöriyel deney tasarımı geliştirilerek kompozitlerin tribolojik performansları incelenmiştir. Giriş parametreleri olarak 4 farklı malzeme, 2 seviyeli yük (10 N ve 20 N) ve 2 seviyeli kayma hızı (750 mm/sn ve 1500 mm/sn) belirlenmiştir. Malzeme türleri şu şekildedir; Polipropilen (PP), Kemik tozu + polipropilen (KT_PP), Silan + kemik tozu + polipropilen (Si_KT_PP) ve stearik asit + kemik tozu + polipropilen (St_KT_PP). Deneyler sonucunda elde edilen sürtünme katsayısı ve ağırlık kaybı sonuçları, varyans analizi (ANOVA), ana faktör analizi, regresyon analizi ve etkileşim grafikleri ile istatistiksel olarak analiz edilmiştir. Aşınma izleri SEM, EDX, 2D ve 3D topografya analizleri ile görsel olarak incelenmiştir.



Şekil 1.1. Çalışma kapsamında yürütülecek metodolojinin şematik gösterimi



Şekil 1.2. Deneysel kurulum aşamaları.

BÖLÜM 2

KOMPOZİT MALZEMELER

2.1. POLİMER MATRİSLİ KOMPOZİT MALZEMELER

Kompozit malzemeler iki veya daha fazla bileşenin üstün özellikleri dikkate alınarak, belirli oran ve kombinasyonlarda hazırlanmış ileri mühendislik malzemeleridir. Kompozit malzemeler, farklı endüstri alanlarında hafiflik, dayanıklılık, mukavemet gibi istenilen özellikleri elde etmek için üretilir. Kompozit malzemeler matris ve takviye fazı olmak üzere iki temel bileşenden meydana gelmektedir. Matris ve takviye bileşenleri mikroskobik ölçekte bir arayüz ile birbirlerinden ayrı kimyasal faza sahiptirler [19]. Matris bileşeni genellikle malzeme daha yüksek oranda bulunur. Dolayısıyla takviye fazını bir arada tutan, malzeme üzerine etki eden yükü takviye üzerine dağıtan ve malzemeye esneklik katan bir yapıya sahiptir. Matris malzemesi olarak polimer, seramik ve metalik malzemeler kullanılabilir. Takviye bileşeni ise genellikle matris malzemesinden daha sert yapıda, mekanik ve fiziksel özellikleri artırıcı özelliklere sahiptir. Takviye bileşenlerinin geometrisi, boyutları ve diziliş biçimleri kompozit malzemenin mekanik performansı üzerinde belirleyici rol oynamaktadır. Takviye bileşenleri lif, tabaka ve parçacık formunda uygulanabilmektedir. Takviye bileşenlerinin arayüz özellikleri matris-takviye arasındaki etkileşimi belirlemektedir. Bu sebeple kompozit üretiminde matris-takviye etkileşimi dikkate alınması gereken bir parametredir [19].

2.1.1. Matris Malzemeleri

Kompozit malzemelerin sürdürülebilir, rijit ve kararlı bir malzeme özelliği gösterebilmesi için matris malzemesinin yerine getirmesi gereken birtakım görevler bulunmaktadır. Bu görevler şu şekilde sıralanabilir [29]:

1. Takviye bileşenini bir arada tutma ve düzgün bir dağılım sağlama: Matris fazının birincil görevi malzeme içerisinde bulunan takviye bileşenlerini verimli bir şekilde ıslatarak, bileşenlerin bir arada durmasını sağlamaktır. Bu sayede malzeme üzerine etki eden yükü takviye bileşenlerine homojen bir şekilde dağıtarak, bileşenlerin malzeme içerisinde ayrılmadan malzemenin dayanımının artması sağlanır. Bu doğrultuda matris-takviye etkileşiminin yüksek olması, malzemenin rijitliği ve dayanıklılığı açısından oldukça önemlidir.
2. Malzemeyi kimyasal ve mekanik etkilerden koruma: Matris fazının ikincil görevi ise malzemeyi kimyasal reaksiyonlardan ve mekanik deformasyonlardan korumaktır. Bu korumanın gerçekleşmemesi durumunda malzeme yüzeyinde kusurların meydana gelmesi, malzemenin mekanik ve yorulma dayanımını olumsuz etkileyecektir. Dolayısıyla kompozit üretiminde bileşen seçimi gerçekleştirilirken matris malzemesinin kimyasal reaksiyonlara, sıcaklığa ve mekanik yüklere göstereceği dayanım büyük önem taşımaktadır.
3. Malzemeye şekil kazandırma ve rijitliğini sağlama: Kompozit malzemenin kullanılacağı alana bağlı olarak bir geometri ve boyuta sahip olması gerekmektedir. Ayrıca malzemenin kullanım esnasında rijit ve kararlı bir yapıya sahip olması gerekmektedir. Malzemeye bu fiziksel özellikleri kazandıran bileşen matris malzemesidir.
4. Malzemede çatlak ilerlemesini engelleme ve yorulma dayanımını artırma: Kompozitler mikro ölçekte bileşenlerin karıştırılması ile elde edilen malzemelerdir. Matris fazı takviye bileşenlerinin topaklanmasını engelleyerek aralarını doldurur ve homojen bir dağılım sağlar. Dolayısıyla takviye bileşeni tek bir noktada zarar görmüş olsa bile, kompozitin genel dayanıklılığı birbirine yakın çok sayıda bileşenin zarar görmesine kadar etkilenmez. Bu durum malzemede çatlak ilerlemesini yavaşlatarak malzemenin hızlı bir şekilde deforme olmasını engeller.

Matris malzemesinin üstlendiği görevleri verimli bir şekilde yerine getirebilmesi için takviye-matris ara yüzey bağ kuvvetinin oldukça yüksek olması gerekmektedir. Bu malzemenin içerisinde bulunan takviye bileşenlerinin topaklanmaması, aralarında boşlukların oluşmaması, malzeme içerisinde çökme meydana gelmemesi açısından

oldukça önemlidir [22]. Kompozit malzemelerin sahip olduđu genel dayanım büyük ölçüde takviye-matris etkileşiminden etkilenmektedir [21]. Malzeme içerisinde takviye fazının matris tarafında iyi bir şekilde ıslatılabilmesi, takviye bileşenlerinin yük etkisi altında yerinden kolayca ayrılmaması malzemenin dayanımını ve rijitliğini belirlemektedir.

Matris malzemeleri genel olarak seramik, metal ve polimer malzemelerden seçilmektedir. Ancak günümüzde polimer matrisli kompozit malzemeler özellikle ileri mühendislik uygulamalarında oldukça sık bir şekilde kullanılmaktadır. Polimer matrisli kompozit malzemelerin sahip olduđu yüksek mukavemet/yoğunluk oranı, korozyon direnci, hafiflik ve işlevsellik gibi özellikler sayesinde kullanım yelpazesi oldukça geniştir [1,2]. Polimer malzemeler termoset, termoplastik ve elastomer olmak üzere temelde üç sınıfa ayrılır.

Termoset malzemeler kimyasal olarak sertleştikten sonra sıcaklık etkisi altında tekrar erime ve yumuşama davranışı göstermeyen polimer malzemelerdir. Bu özelliğın sebebi termoset malzemelerin moleküler yapısında bulunan uzun zincirlerin çapraz bağlarla birbirine sıkı bir şekilde bağlanmış olmasıdır. Bu bağlar, ısı verildiğinde zincirlerin birbirlerinin üzerinde kayma yeteneklerini kaybetmelerine neden olur [29]. Termoset malzemeler yüksek sıcaklık ve basınç altında son şekillerine sahip olurlar. Kimyasal ve termal olarak dirençli ve kararlı malzemelerdir. Mühendislik alanında kullanılan termoset malzemeler epoksi, fenolik ve polyester reçineler, silikon, poliimid ve poliüretan şeklinde sıralanabilir [29,30].

Termoplastik malzemeler sıcaklık etkisi altında yumuşayarak eriyebilen ve tekrar şekillendirilebilen polimer malzemelerdir. Termoplastik malzemelerin moleküler zincirleri arasında kovalent bağların yanı sıra, zayıf Van der Waals kuvvetleri veya hidrojen bağları gibi düşük enerjili bağlar bulunmaktadır. Bu zayıf bağlar, sıcaklık etkisi altında polimer zincirlerin serbestçe hareket etmesini sağlar. Dolayısıyla termoplastik malzemeler yüksek sıcaklıkta ergiyebilir ve şekil değiştirebilirler. Yeniden geri dönüştürülerek üretime kazandırılabilir ve kaynak edilebilirler [30,31]. Termoplastik malzemeler amorf veya yarı kristalin olmak üzere iki farklı yapıya sahip olabilirler. Amorf yapıdaki moleküller yüksek yoğunluğa sahip, rastgele dizili, çapraz

bağlar gibi davranan karmaşık bir yapıya sahiptirler. Bu malzemeler viskoz davranış gösterdiği camsı geçiş sıcaklığı (Tg) ile karakterize edilmektedir [31]. Yarı kristalin yapıya sahip termoplastikler ise moleküller daha düzenli bir şekilde kristal bölgelerde dizilirler. Mühendislik uygulamalarında sıklıkla kullanılan termoplastik malzemeler polietilen (PE), polipropilen (PP), poliamid (PA), polivinilklorür (PVC), polistiren (PS), polietilen tereftalat (PET) şeklinde sıralanabilir [30].

2.1.1.1. Polipropilen

Polipropilen (PP), makine elemanları, otomobil bileşenleri, ev aletleri, boru ürünleri, petro-kimya ve gıda endüstrisinde kullanılan termoplastik bir malzemedir [30]. PP, düşük yoğunluğa (0.9 g/cm^3), rijitliğe, kimyasal dirence, yorulma ve aşınma dayanıma sahip bir malzemedir. Yaklaşık $165 \text{ }^\circ\text{C}$ 'de eriyen polipropilen, $100 \text{ }^\circ\text{C}$ 'lik sıcaklıklara ulaşan uygulamalarda kullanılabilir [32]. Oda sıcaklığında mekanik özellikleri iyidir. Kolay üretilebilir olması sebebiyle endüstride kullanım alanı oldukça geniştir. Enjeksiyon, ekstrüzyon ve döküm gibi işlemlerle üretilebilir. Polipropilenin sahip olduğu üstün özellikler şu şekilde sıralanabilir:

1. Hafiflik ve düşük yoğunluk
2. Yüksek mukavemet/yoğunluk oranı
3. Kimyasal Dayanım
4. Termal Dayanım
5. Elektriksel yalıtım
6. Kolay üretim ve geri dönüşüm
7. Uygun maliyet

PP malzemesine ait bazı fiziksel ve kimyasal özellikler Çizelge 2.1'de verilmiştir [33].

Çizelge 2.1. Polipropilen malzemesinin fiziksel ve kimyasal özellikleri.

Özellikler	Polipropilen (C ₃ H ₆) _n
Sembol	PP
Elastisite Modülü	1400 MPa
Çekme Mukavemeti	40 MPa
Uzama	% 10-500
Ergime Sıcaklığı	176 °C
Özgül Ağırlığı	0,9 g/cm ³

2.1.2. Takviye Malzemeleri

Kompozit malzemelerde takviye elemanları malzemeye etki eden yükü karşılamak, malzemenin mekanik, tribolojik, termal ve kimyasal dayanımını artırmak üzere kullanılır [29,30]. Kompozit malzemelerde hedeflenen özelliklere ulaşmak için uygun takviye bileşenlerinin seçilmesi, uygun konsantrasyon miktarı ile gerekli düzen ve dağılımın gerçekleştirilmesi gerekmektedir. Polimer matrisli kompozit malzemelerin üretiminde genellikle sert, mukavemeti yüksek ve hafif takviye bileşenleri seçilmektedir. Bu doğrultuda cam ve karbon fiberler polimer matrisli kompozit malzemelerin üretiminde en çok tercih edilen takviye bileşenleridir [30]. Ancak elyaf takviyeli kompozit malzemelerin üretim şeklinin sınırlı olması, mekanik dayanımın yalnızca lif doğrultusu boyunca iyileşmesi gibi sebepler kompozit üretiminde farklı form ve boyutlarda takviyelerin kullanımını gerekli kılmıştır. Takviye elemanları, boyutlarına göre makro, mikro veya nano ölçekte, morfolojilerine göre tabakalı, elyaf veya partikül formunda, malzemelerine göre ise seramik, metal veya polimer olabilmektedir. Partikül formundaki takviyeler malzemenin mekanik dayanımının yanısıra aşınma dayanımı, termal ve kimyasal kararlılığı, iletkenlik veya yalıtkanlık gibi özelliklerin iyileştirilmesinde kullanılmaktadır [29,30]. Takviye bileşenlerinin üstelendiği görevleri yerine getirebilmesi için matris/takviye ara yüzey bağlarının kuvvetli olması gerekmektedir. Aksi takdirde matris malzemesi, takviye bileşenlerini yeterli seviyede ıslatamayacak, takviye bileşenlerinin matris içerisinde homojen bir dağılım gösterememesine sebep olacaktır. Matris/takviye arasındaki etkileşim, bileşenler arası yüzey kimyası, yüzey morfolojisi ve dağılım gibi faktörlere dayanmaktadır.

2.1.2.1. Kemik Tozu

Mekanik (yük taşıma ve aşınmaya maruz) alanlarda kullanılacak kompozit malzemeler için termal, mekanik ve tribolojik dayanımını arttıracak takviye bileşenlerin uygulanması gerekmektedir. Bu doğrultuda kullanılacak takviye elemanında karbon, kalsiyum ve silisyum esaslı bileşiklerin varlığı aranabilir [10,11]. Bu bileşiklerin kompozit malzemenin mukavemetini arttırmasının yanısıra malzemenin aşınma direnci ve yağlayıcılık özelliklerini de geliştirdiği literatürde vurgulanmaktadır [10,12,34]. Bununla birlikte sürdürülebilir ve temiz bir kompozit üretiminin sağlanması açısından çevre kirliliğine sebep olmayan, tedarik edilmesi kolay, maliyeti düşük ve doğal kaynaklı takviyelerin seçilmesi oldukça önemlidir. Bu doğrultuda son yıllarda polimer kompozitlerde yumurta kabuğu tozu, kemik tozu (Şekil 2.1) ve midye kabuğu tozu gibi takviyelerin kullanımı yaygınlaşmıştır [10,13,14,19,35]. Bu takviyelerde bulunan CaCO_3 ve diğer bileşikler kompozit malzemelerin mekanik ve aşınma dayanımını artırmanın yanısıra kompozit malzemenin doğada çözünme seviyesinin artmasına katkıda bulunmaktadır. Ayrıca bu takviyeler insan vücudu ile biyolojik olarak uyumlu olması sebebiyle biyomedikal ve diş hekimliği gibi alanlarda oldukça sık bir şekilde kullanılmaktadır. Ancak bu takviyelerin polimer matrise uygulanmadan önce yüzey modifikasyon işlemlerinin gerçekleştirilip, matris/takviye arayüzünün uyumlu hale getirilmesi gerekmektedir.



Şekil 2.1. Kemik Tozu.

2.1.3. Yüzey Modifikasyon İşlemleri

Kompozit malzemelerin rijit ve kararlı bir yapıda, sahip oldukları performansı en iyi şekilde sergileyebilmeleri için üretim esnasında matris/takviye etkileşiminin dikkate alınması gerekmektedir. Matris/takviye etkileşimi fiziksel anlamda matrisin takviye bileşenini ıslatması ile gerçekleşir. Islatma, bir sıvının katı bir yüzey üzerinde ne kadar yayıldığını belirleyen faktördür. Yüzeyin mekanik davranışı, yüzey gerilimi ve yüzey enerjisi gibi parametrelerle belirlenir [32,36]. Bir katı yüzeyin sıvı tarafından ıslatılıp ıslatılmayacağını belirleyen şey, kohezyon ve adhezyon kuvvetleri arasındaki etkileşimdir. Adhezyon, karşılıklı iki madde arasındaki moleküler çekim kuvvetini ifade ederken, kohezyon, aynı madde içindeki moleküler çekim kuvvetini ifade eder. Sıvı-katı yüzey arayüzünde, sıvı molekülleri katı yüzeyin moleküllerini çekerse (adhesiv kuvvet > kohesiv kuvvet), yüzey ıslanır. Eğer sıvı molekülleri birbirlerini çekerse (kohesiv kuvvet > adhesiv kuvvet), sıvı yüzeyi ıslatamaz ve yüzeyde damla formunu alır [32,36]. Matris malzemesinin takviye bileşenini ıslatması ile bileşenlerin birbirine temas ettiği ara yüzeyde kimyasal ve fiziksel bağlar meydana gelir. Takviye bileşeninin yüzeyindeki kimyasal gruplar ile matris içindeki kimyasal gruplar reaksiyona girerek yeni kimyasal bağlar oluşturur. Bu kimyasal bağlar, Van der Waals çekim kuvvetleri, hidrojen bağları ve elektrostatik etkileşimler şeklinde meydana gelebilir. Arayüz etkileşimi, takviye bileşeninin matris bölgesine temas ettiği noktada başlar, takviye-matris arayüzünde boyunca devam eder ve matrisin takviyeden ayrıldığı yığın bölgede sona erer [32,36].

Takviye/matris etkileşimini artırmak ve takviye bileşenlerinin yüzey özelliklerini iyileştirmek amacıyla yüzey modifikasyon işlemleri gerçekleştirilmektedir. Bu işlemler temelde takviye yüzeyinin fiziksel veya kimyasal olarak değiştirilmesi şeklindedir. Yüzey işlemleri sayesinde takviyenin sahip olduğu orijinal yüzey fiziksel olarak değiştirebilir veya yeni kimyasal gruplar ekleyerek, yapısal ve kimyasal bir köprü oluşturabilir [19]. Özellikle doğal takviyelerin yüzeylerinde bulunan hidroksil grupları, hidrofobik yapıda olan termoplastik matrisle bağ oluşturmayı zorlaştırır. Bu durum, takviye/matris etkileşiminin yetersiz olmasına ve bileşenler arası zayıf düzeyde yapışmanın gerçekleşmesine sebep olur. Yapışmayı artırmak için, matris ve takviye arasında köprü işlevi görebilecek, özel kimyasal gruplar içeren bir bağlayıcı

madde ile takviye yüzeylerinin modifiye edilmesi gerekir. Kompozit malzemelerin mekanik özellikleri matrisin takviye bileşenini yeterli seviyede ıslatmasına, takviye bileşenlerinin de malzeme içerisinde homojen bir şekilde dağılmasına bağlıdır. Homojen dağılım malzeme içerisinde topaklanma, çökme, boşluk ve çentik etkisi gibi kusurların oluşumunu engeller. Bu sayede matris malzemesi gerilimi takviye üzerine dağıtarak malzemenin mekanik performansının artmasına katkıda bulunur. Bu özellikleri geliştirmek için üretim sırasında takviye bileşenleri, silan ve/veya kaplama maddeleri karışımıyla işlenirler [19]. Silan bağlayıcı ajanlar, biri organik moleküllerle reaksiyona girebilen, diğeri ise sağlam bir bağ oluşturmak için inorganik yüzeylerle adsorbe olabilen iki farklı fonksiyonel gruba sahip bir tür kimyasal değiştiricidir [20,24]. Hidroliz reaksiyonu sonucu oluşan fonksiyonel gruplar, dolgu yüzeyinde bulunan hidroksil (OH) grupları ile reaksiyona girerek siloksan bağları (kovalent bağ) meydana getirir [37]. Bu reaksiyonların bir sonucu olarak bileşenler arasında bir bağlantı oluşarak, arayüz değişir. Bu kimyasal işlem dolgu maddesinin yüzeyinde hidrofobik bir tabaka meydana getirir bu da dolgu/matris arasında uygun kimyasal yapıya sahip bir köprü görevi üstlenir. Bu kimyasal köprü parçacık-parçacık etkileşimini azaltır ve matris/dolgu maddesinin yapışmasını artırır. Aynı şekilde yüzey aktif madde olarak stearik asit, CaCO_3 içerikli takviye bileşenlerinin hidrofobik özelliklerini geliştirmek için sıklıkla kullanılır. Yapılan çalışmalar stearik asit ile yüzey işleminin CaCO_3 içerikli kompozitlerinin fiziksel, termal ve mekanik özellikleri üzerinde iyileştirme sağladığını göstermektedir [23]. Yüzey modifikasyon işlemi esnasında stearik asit ile kalsiyum katyonu arasında kimyasal reaksiyon meydana gelir. Reaksiyon sonucu stearik asit, CaCO_3 parçacıklarının yüzeyine adsorbe edilir. Bu işlem sonucunda CaCO_3 parçacıklarının yüzeyi hidrofobik moleküllerden oluşan bir film ile kaplanmış olur [23]. Bu durum parçacıklar arasındaki etkileşimi azaltarak, topaklanma ve boşluk gibi kusurların azalmasını, dolayısıyla matris/takviye arasındaki etkileşimin artmasını sağlar.

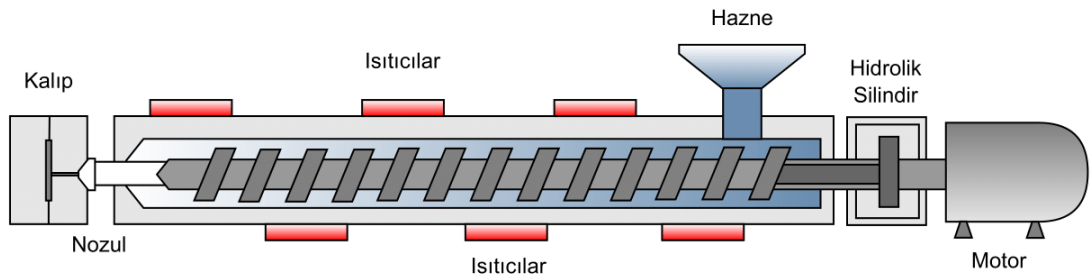
2.1.4. Termoplastik Polimer Matrisli Kompozit Malzemelerin Üretim Yöntemleri

Polimer matrisli kompozit malzemelerin üretim yöntemleri, sıcaklık ve basınç gibi faktörlerin yanısıra matris malzemesinin termoset veya termoplastik olmasına, fiberin

geometrisine ve boyutlarına, elde edilecek ürünün son geometrisine bağlı olarak belirlenmektedir [19]. Polimer matrisli kompozit malzemelerin üretim aşamaları karıştırma, kalıba yerleştirme, kalıpta sıkıştırma, soğuma veya kürleşme ve kalıptan çıkarma şeklinde sıralanabilir. Termoplastik matrisli kompozit malzemelerin üretim yöntemlerinde matris-takviye karışımı, belirli bir sıcaklık, basınç ve süre zarfında kalıpların içine doldurulur. Bu yöntemler ekstrüzyon, enjeksiyon kalıplama, basınçlı kalıplama ve döner kalıplama şeklinde sıralanabilir.

2.1.4.1. Enjeksiyon Kalıplama Yöntemi

Enjeksiyon kalıplama yöntemi kısa fiber ve parçacık formundaki takviyeli kompozitlerin üretiminde kullanılan bir yöntemdir. Bu yöntem karmaşık ve zor geometriye sahip parçaların üretilmesine, büyük üretim miktarlarına, seri üretime ve geri dönüşüme uygundur. Temelde plastik granül veya tozların ısı ve basınç altında kalıba enjekte edilerek istenilen boyut ve geometride parçanın üretilmesini sağlar. Üretim aşamaları malzeme hazırlığı, ısıtma, enjeksiyon, soğuma ve kalıptan çıkarma şeklinde sıralanabilir. Çalışma mekanizması ısıtıcılar, barel, hidrolik silindir, nozul ve kalıp gibi bileşenlerden meydana gelir (Şekil 2.2). Sürekli dönen sonsuz bir vida içerisinde takviye ve matris malzemesi karıştırılır. Bu dönme hareketi belirli bir sıcaklık ve süre içinde takviye ile matrisin homojen bir şekilde karışmasını sağlar. Homojen karışım, basınç etkisi altında kalıp boşluğuna itilir ve soğuma gerçekleşir. Malzeme kalıp içerisinde katılarak istenilen boyut ve geometride ürün elde edilmiş olur [30,38].

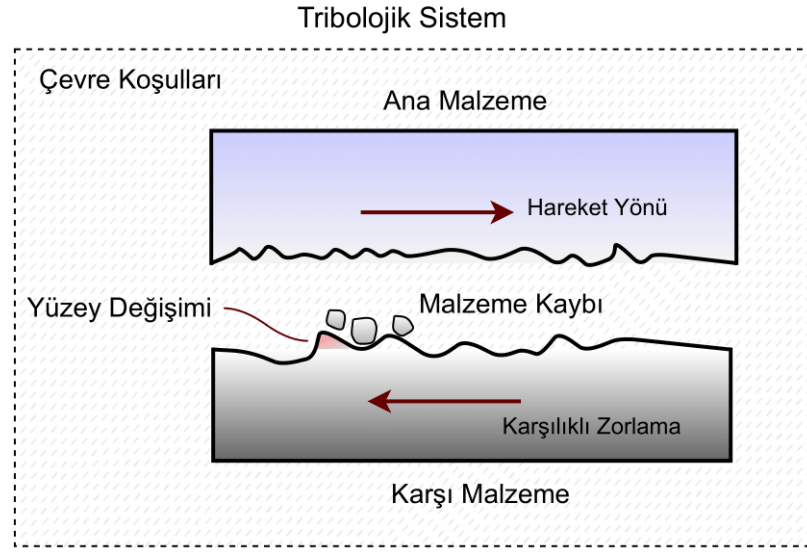


Şekil 2.2. Enjeksiyon kalıplama mekanizması.

BÖLÜM 3

TRIBOLOJİ

Triboloji, birbirine karşı bağıl hareket gerçekleştiren temas halindeki yüzeylerin sürtünme, aşınma ve yağlama davranışlarını inceleyen bilim dalıdır. Sürtünme, aşınma ve yağlama faktörlerini ve bu faktörlerin teknik uygulamalarını inceler, bununla birlikte sürtünme kuvvetini azaltmayı ve aşınmayı kontrol etmeyi amaçlar. Malzemelerin tribolojik performanslarının incelenmesi ürünlerin servis ömrünün artırılması, enerji tüketiminin azalması ve işletme maliyetlerinin düşürülmesi açısından oldukça önemlidir. İçerisinde sürtünme, aşınma ve yağlama gerçekleşen mekanik sistemler tribolojik sistem olarak adlandırılır. Tribolojik sistemde gerçekleşen aşınma ve sürtünme olayları bir bütün olarak ele alınır. Tribolojik sistemi ana malzeme, karşı malzeme, ara malzeme, yük, hareket ve çevre meydana getirir (Şekil 3.1). Aşınan ve aşındırıcı malzeme aşınma çiftini oluşturur. Belirli bir yük altında birbirlerine temas ederek hareket ettikleri anda aşınma olayı başlar [33,39]. Ana malzeme katı bir cisim olmakla beraber aşındırıcı malzeme katı, sıvı veya gaz olabilir. Aşınan ve aşındırıcı malzeme arasında yağ, su, aşınma parçacıklar, vb. maddeler bulunabilir veya hiç ara malzeme bulunmayabilir. Ara malzeme aşınmayı azaltıcı veya artırıcı etkide bulunabilir. Aşındırıcı çift üzerine etki eden yüklenme darbeli, darbesiz, sabit, değişken veya bunların birkaçının aynı anda etki etmesi şeklinde gerçekleşebilir. Cisimler arasındaki bağıl hareket ise kayma veya yuvarlanma şeklinde gerçekleşebilir [33,39]. Yüzeylerde meydana gelen aşınma birden fazla mekanizma halinde ortaya çıkabilir. Bu mekanizmalar adhesiv aşınma, abrasiv aşınma, yorulma aşınması, korozyon aşınma ve erozyon aşınması şeklinde sıralanabilir.



3.1. SÜRTÜNME

Birbirine temas eden iki yüzeyin bağıl harekete karşı koydukları dirence sürtünme adı verilir. Sürtünme kuvveti cisimler üzerine etki eden normal kuvvet ile doğru orantılıdır ancak temas alanından ve kayma hızından bağımsızdır. Sürtünen yüzeyler arasında sürtünme katsayısı adı verilen sabit bir oran bulunmaktadır (Eşitlik 3.1). Sürtünme katsayısı, kayma mesafesi, kayma süresi, malzemelerin sertliği ve yüzey kalitesi gibi çeşitli faktörlerden etkilenir. Sürtünme eylemi, temas halinde bulunan yüzeylerin pürüz noktalarında başlamaktadır. Gerilme etkisi altında pürüz noktalarında malzemenin akma dayanımı aşılar ve malzeme deforme olur. Bu deformasyon aşınmayı ifade etmektedir [33].

Sürtünme hareket türüne göre ve yüzeyler arasında yağlayıcı bulunup bulunmamasına göre iki ana başlıkta incelenebilir. Hareket türüne göre statik sürtünme ve kinetik sürtünme olmak üzere ikiye ayrılır. Statik sürtünmede cisimler hareketli değildir ve konum değiştirmezler. Yüzeyler arasındaki sürtünme katsayısı sebebiyle oluşan kuvvet, hareketi sağlayacak kuvvetten büyük olduğu takdirde cisimler hareket edemezler [40]. Kinetik sürtünme ise hareket halindeki cisimlerin temas eden yüzeyleri arasında meydana gelen sürtünmedir. Duran bir cismi harekete geçirmek, hareket halindeki bir cismin ivmesini arttırmaktan zara zor olmasından dolayı statik

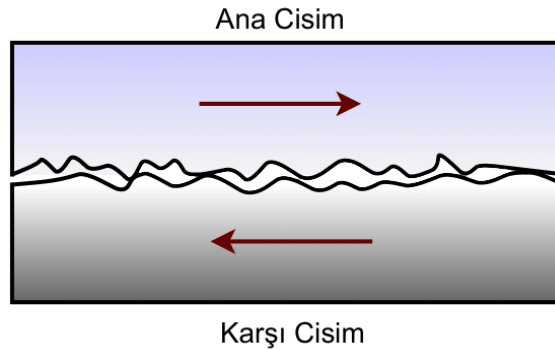
sürtünme kuvveti kinetik sürtünme kuvvetinden daima büyüktür [40]. Yüzeyler arasındaki kinetik sürtünme, kayma sürtünmesi, yuvarlanma sürtünmesi veya her iki sürtünmenin birleşimi şeklinde gerçekleşebilir. Kayma sürtünmesi yüzeyler arasında kayma hareketinin bulunduğu, yuvarlanma sürtünmesi ise yüzeyler arasında yuvarlanma hareketinin bulunduğu sürtünme şeklidir. Cisimlerin kayma hareketine karşı gösterdiği direnç, yuvarlanma hareketine karşı gösterdiği dirence göre daha fazladır. Dolayısıyla kayma sürtünmesi, yuvarlanma sürtünmesi göre daha büyük bir değere sahiptir.

$$\mu_s = F_s / N \quad (3.1)$$

Sürtünme, sürtünen yüzeyler arasında yağlayıcı bir madde bulunup bulunmamasına göre ise kuru sürtünme, sınır sürtünme ve sıvı sürtünme şeklinde üç grupta incelenebilir.

3.1.1. Kuru Sürtünme

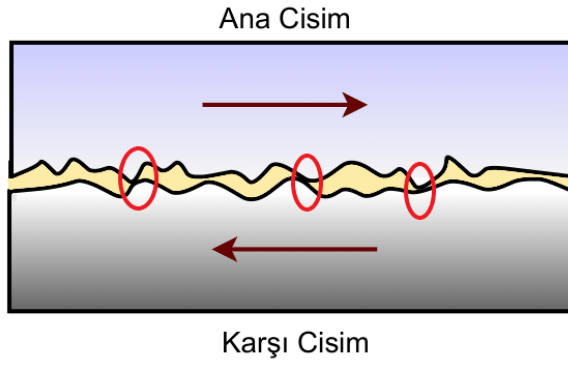
Kuru sürtünme temas eden yüzeyler arasında herhangi bir akışkanın bulunmadığı durumda meydana gelen sürtünmedir (Şekil 3.2). Her iki cismin yüzey pürüzlülükleri karşılıklı olarak temas eder. Yüzey kalitesi ve yüzey sertliği kuru sürtünmeyi en çok etkileyen faktörlerdir. Özellikle ağır yük koşulları altında yüzey kalitesi düşük cisimler arasında yüksek oranda deformasyon (aşınma) meydana gelmektedir.



Şekil 3.2. Kuru sürtünme.

3.1.2. Yarı-Sıvı Sürtünme

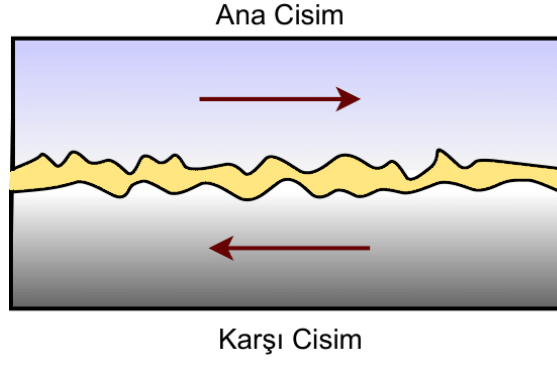
Temas eden yüzeyleri tamamen ayıran bir tabakanın bulunmadığı, yalnızca pürüzlülük noktalarını azaltacak bir yağlamanın yapıldığı durumlarda meydana gelen sürtünmedir (Şekil 3.3). Aynı zamanda sınır sürtünme olarak da bilinen bu sürtünme rejiminde yüzeyler arasındaki basıncın bir bölümü yağlayıcı tarafından karşılanır [40]. Dolayısıyla meydana gelecek aşınma az da olsa kontrol edilebilmektedir.



Şekil 3.3. Yarı-sıvı (sınır) sürtünme.

3.1.3. Sıvı Sürtünme

Temas eden yüzeyleri tamamen ayıran bir yağlayıcı tabakasının bulunduğu ve etki eden basıncın tamamen yağlayıcı tarafından karşılandığı sürtünme şeklidir (Şekil 3.4). Yüzeylerin tam olarak birbirinden ayrılması akışkanın oluşturduğu basıncın dış basınç ile dengelendiği noktada oluşur. Sıvı sürtünme rejiminde yağ filmi cisimlerin hareketi sonucunda oluşuyorsa hidrodinamik, yağlama dışarıdan bir pompa yoluyla sağlanıyorsa hidrostatik yağlama söz konusudur [39]. Sıvı sürtünme rejiminde yağlayıcının viskozite değeri oldukça önemlidir. Ayrıca yağlayıcının yüzeyi ıslatma kabiliyeti de yüzeydeki yağlama performansını etkileyen faktörlerden bir tanesidir. Sıvı sürtünme rejiminde yüzeyler arasında bir yağlayıcının bulunması ile aşınmanın minimizasyonunu sağlamaktadır.

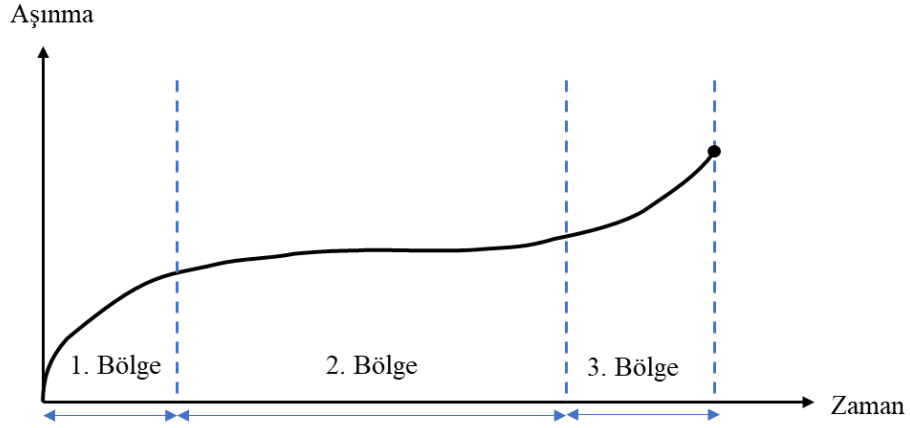


Şekil 3.4. Sıvı sürtünme.

3.2. AŞINMA

Aşınma, sürtünmeye maruz yüzeylerde meydana gelen deformasyon ve bunun sonucunda oluşan yüzey hasarları ve malzeme kayıplarıdır. Aşınmaya maruz kalan malzemeler zamanla işlevlerini yerine getiremeyecek duruma gelir dolayısıyla istenmeyen bir durumdur. Ancak mühendislik malzemelerinin çalışmaları esnasında aşınmaya uğramaları kaçınılmazdır. Bu sebeple aşınmanın minimize edilmesi, malzemelerin servis ömrü, boyut hassasiyeti ve enerji kaybı açısından oldukça önemlidir. Mühendislik malzemelerinde meydana gelen deformasyonun aşınma olarak değerlendirilmesi için temas eden yüzeylerin arasında mekanik bir etkinin bulunması, sürtünme eyleminin gerçekleşiyor olması, deformasyonun yavaş ve devamlı olması ve malzeme yüzeyinde değişikliğe sebep olması gerekmektedir [33]. Aşınma sonucundan malzeme termal etkilere maruz kalarak mikroyapısının değişmesi, kimyasal etkilere maruz kalarak oksitlenmesi veya mekanik etkilere maruz kalarak malzeme kaybına uğraması söz konusu olabilmektedir.

Aşınma-zaman ilişkisi incelendiğinde aşınmanın zamana bağlı olarak üç aşamada gerçekleştiği görülmektedir (Şekil 3.5) [33]. Birinci aşamada temas eden yüzeylerin birbirini üzerindeki hareketiyle şiddetli bir aşınma meydana gelir. Bu bölge rodaj olarak isimlendirilir. Rodaj bölgesinde yüzeyler birbirine alıştırlır. İkinci bölgede aşınma malzemelerin çalışması esnasında doğal olarak devam etmektedir. Bu aşama makine elemanlarının ömürlerini belirleyen önemli bir bölgedir. Üçüncü aşama ise yine aşınmanın şiddetli bir şekilde en yüksek seviyeye ulaştığı son bölgedir.



Şekil 3.5. Aşınma-zaman ilişkisi.

3.2.1. Aşınma Mekanizmaları

Aşınmanın gerçekleştiği malzemelerin özellikleri, çevresel faktörler ve çalışma şartlarına bağlı olarak aşınma mekanizmaları farklılık göstermektedir. Ancak her aşınma mekanizması birbiri ile bağlantılıdır ve genellikle aşınma esnasında yüzeyler üzerinde birden fazla aşınma mekanizması beraber görülmektedir. Genel itibariyle aşınma mekanizmaları 5 başlığa ayrılmıştır. Bu mekanizmalar;

1. Abrasiv aşınma
2. Adhesiv aşınma
3. Yorulma aşınması
4. Korozyon aşınma
5. Erozyon aşınma şeklinde sıralanabilir.

3.2.1.1. Abrasiv Aşınma

Abrasiv aşınma, temas halindeki iki yüzeyden sert olan yüzeyin, daha yumuşak olan yüzeyi plastik deformasyona uğratarak mikro boyutta çizilmesine ve ardından parça kopmasına sebep olmasıdır [40]. Aşınma başlangıcından iki yüzeyin birbirine değen pürüzlülük bölgelerinde gerilme artar ve bölgesel olarak malzemenin akma sınırı aşılır. Bu bölgelerde çatlaklar, çizilmeler ve kopmalar meydana gelir. Abrasiv aşınma mekanizmasına iki cisimli aşınma da denilebilir. Eğer yüzeyler arasından kopan sert

parçacıklar aşınmayı artırıcı etkide bulunuyorsa bu tür aşınmaya da üç cisimli aşınma denilmektedir [33].

3.2.1.2. Adhesiv Aşınma

Mikroyapıları birbirine benzeyen iki yüzey arasında sürtünme ile birlikte sıcaklığın da oluşumu ile bir yüzeyden kopan parçanın başka bir yüzeye yapışması şeklinde oluşan aşınma türüdür [33]. Bu aşınma türünde yüzey ve parça arasında mikro kaynak oluşumu meydana gelir. Mikro kaynak oluşumu sonucunda temas eden yüzeylerin birinde tepe oluşumu öbür yüzeyde ise çukurlaşma görülmektedir.

3.2.1.3. Yorulma Aşınması

Mühendislik malzemelerinde yorulma olayı, malzeme yüzeyine etki eden tekrarlı yüklemeler sonucunda zamanla meydana gelmektedir. Yorulma daima malzeme yüzeyinden başlayarak iç yapıya doğru ilerlemektedir. Yüzeyde ilk olarak mikro çatlak oluşumu başlamakta ardından malzeme yüzeyinden pul şeklinde malzeme kayıpları söz konusu olmaktadır [33]. Yüzeyde bu tür malzeme kayıplarının gerçekleşmesi yorulma aşınması şeklinde isimlendirilmektedir. Pitting olarak da isimlendirilen yorulma aşınması, dişli çarklarda, rulmanlı yataklarda ve kam mekanizmalarında sıklıkla görülmektedir [40].

3.2.1.4. Koroziyon Aşınma

Koroziyon aşınma, çevresel koşulların etkisiyle metalik yüzeylerin hava, su veya kimyasal maddeler ile reaksiyona girerek yüzeyde ince ve sert bir tabakanın meydana gelmesi ve sürtünme sonucunda bu tabakanın kırılıp yüzeyi deforme etmesi şeklinde gerçekleşir. Koroziyon aşınmayı engellemek amacıyla yüzeylere kaplama ve çeşitli yüzey işlemleri uygulanmakta, çalışma koşullarına uygun yağlayıcı seçilmektedir.

3.2.1.5. Eroziyon Aşınma

Eroziyon aşınma, bir akışkanın içerisinde bulunan sert ve küçük katı partiküllerin malzeme yüzeyine çarparak malzeme yüzeyini aşındırması şeklinde gerçekleşmektedir. Eroziyon aşınmayı etkileyen faktörler aşındırıcı partiküllerin hızı, sertliği, boyutu, geometrisi, çarpma açısı, aşınmaya maruz malzemenin sünekliği veya gevrekliği ve aşınma ortamının sıcaklığı şeklinde sıralanabilir [40].

3.2.2. Aşınmaya Etki Eden Faktörler

Aşınmaya etki eden faktörler, tribolojik sistem baz alınarak 3 ana başlık halinde incelenebilir [33]. Bu faktörler aşınan ana malzemeye, aşındırıcıya ve çevresel koşullara bağlı olmaktadır. Aşınan ana malzemenin kimyasal bileşimi, mikroyapısı, sertliği, gördüğü ısıl işlem türü, akma ve kırılma özellikleri, yüzey kalitesi ve şekillendirme durumu aşınmayı etkilemektedir. Aşındırıcı malzemenin kimyasal bileşimi, sertliği, tane şekli, tane boyutu, çarpma açısı ve konsantrasyonu gibi faktörler de aşınmayı etkilemektedir. Aşınma, sürtünme ile doğrudan bağlantılı olduğu için malzemeler üzerine etki eden yük, aşınmayı doğrudan etkilemektedir. Malzemelere etki eden yükün yanısıra hız, basınç, çalışma ortamının sıcaklığı ve nem durumu da aşınmayı etkileyen faktörler arasındadır. Aşınma miktarının tespit edilmesinde morfolojik ve sayısal yöntemler kullanılmaktadır. Malzeme yüzeyinde meydana gelen aşınma mekanizmaları çeşitli görüntüleme yöntemleri ile incelenmektedir. Matematiksel olarak ise ağırlık kaybı, hacim kaybı, yüzey pürüzlülüğü ve sürtünme katsayısı gibi büyüklükler ölçülebilir.

BÖLÜM 4

MATERYAL VE METOT

4.1. KOMPOZİT MALZEMELERİN ÜRETİMİ

4.1.1. Bileşen Seçimi

Bu çalışmada takviye malzemesi olarak sığır kemik tozu seçilmiştir. Literatürde yapılan çalışmalar kemik tozunun eklendiği polimer matrisin mekanik özelliklerini iyileştirdiğini vurgulamaktadır [4,13,25–28]. Ancak bu çalışmalarda mekanik özelliklerin incelenmesi için yürütülen deneylerin mekanik testler ile sınırlı kaldığı tespit edilmiştir. Üretilen malzemelerin aşınma davranışları kapsamlı bir şekilde yorumlanmamıştır. Ayrıca bu çalışmalarda kemik tozu ile matris bileşeni arasındaki etkileşim irdelenmemiş, ara yüzey bağlarının geliştirilmesine yönelik çalışmalar yapılmamıştır. Matris malzemesi olarak polipropilen (PP) seçilmiştir. Polipropilen, boru mekanizmalarında, otomotiv, beyaz eşya ve petrokimya sektörlerinde kullanılan mukavemet/ağırlık oranı yüksek bir polimer malzemedir [30,33,41]. Deneylerde kullanılan PP malzemesine ait bazı fiziksel ve kimyasal özellikler Çizelge 4.1’de verilmiştir.

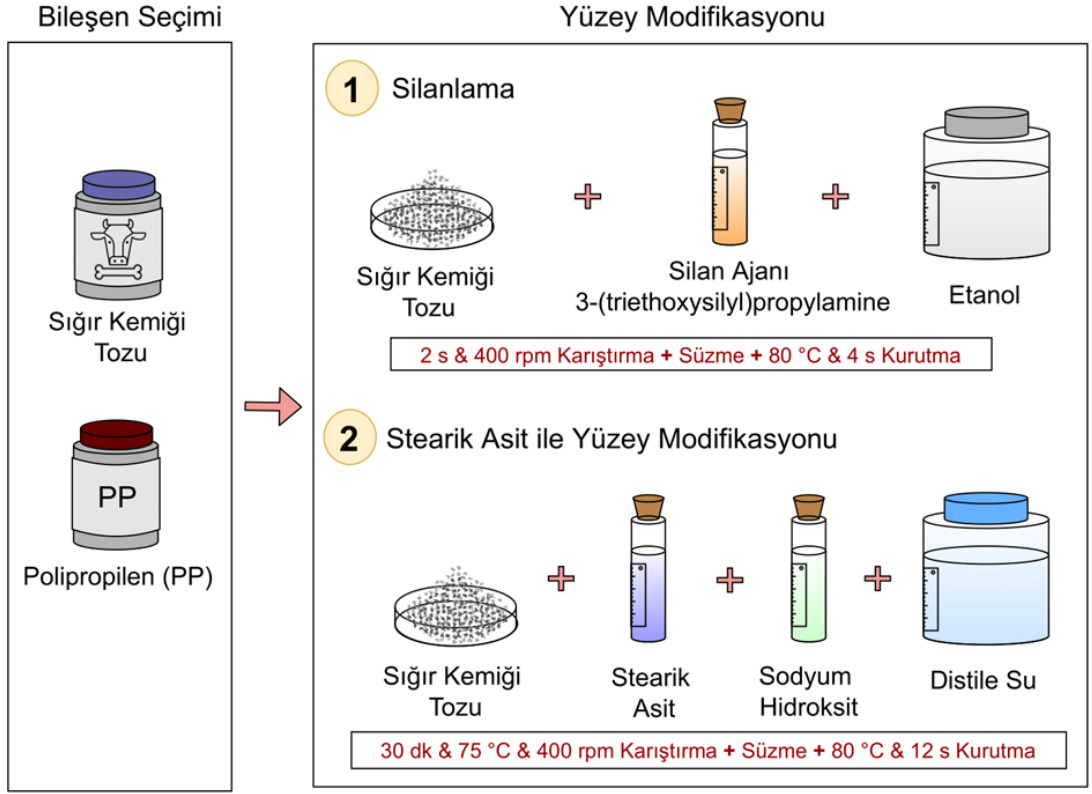
Çizelge 4.1. Çalışma kapsamında kullanılan PP matrisine ait özellikler.

Özellikler	Polipropilen (C ₃ H ₆) _n	Standartı
Sembol	PP	
Elastisite Modülü	1900 MPa	ISO178
Çekme Mukavemeti	35- 40 MPa	ISO527-1 -2
Uzama	% 5-7	ISO527-1 -2
Özgül Ağırlığı	0,9 g/cm ³	ISO1183-1
Erime Akış İndeksi (230 °C/2,16 kg)	60 g/10 dk	ISO1133-1

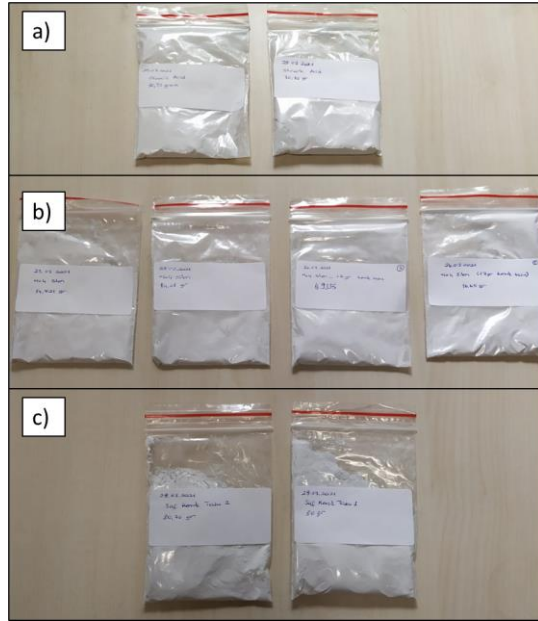
4.1.2. Yüzey Modifikasyonu İşlemleri

Kısmi çözünebilir kompozit malzemelerde hidrofobik yapıdaki matris bileşeni ile hidrofilik yapıdaki takviye bileşeni arasında kimyasal uyumsuzluklar meydana gelmektedir. Bu uyumsuzluğun giderilmemesi durumunda malzemenin mekanik özellikleri olumsuz etkilenmektedir [19]. Üretim öncesinde bileşenler arasındaki uyumu arttırmak için takviye bileşenine yüzey modifikasyon işleminin yapılması gerekmektedir.

Literatürde kemik tozu, midye tozu ve kalsiyum karbonat gibi bileşiklerin grup ilgisinden dolayı stearik asit ile yüzey modifikasyon işleminin yapılması önerilmektedir [23,42]. Bu çalışma kapsamında kemik tozuna stearik asit ile yüzey modifikasyon işleminin yanı sıra silanlama işlemi de uygulanmıştır. Yüzey modifikasyon işlem adımları literatürdeki çalışmalar baz alınarak yürütülmüştür [19]. İşlem adımlarının şematik görüntüsü Şekil 4.1’de verilmiştir. Yüzey modifikasyon işlemleri sonucu elde edilen tozların görüntüleri Şekil 4.2’de verilmiştir. Yüzey modifikasyon işlemleri sonucunda elde edilen tozların yüzey fonksiyonelliklerini karakterize etmek için Carl Zeiss Ultra Plus Gemini taramalı elektron mikroskobu ile SEM ve EDX, Bruker Alpha FT-IR spektrometre mikroskobu ile FTIR-ATR analizleri yapılmıştır.



Şekil 4.1. Yüzey modifikasyonu işlem adımları.



Şekil 4.2. Yüzey modifikasyonsuz ve yüzey modifikasyonlu toz numunelerinin görüntüleri: a) kemik tozu (KT), b) silanlı kemik tozu (Si_KT), c) stearik asitli kemik tozu (St_KT)

4.1.2.1. Silanlama İşlemi ile Yüzey Modifikasyonu

Silan ile yüzey modifikasyon işlemi için 20 ml silan ajanı (3-Triethoxysilyl-propylamine) ile 500 ml etanol oda sıcaklığında 400 rpm hızda 5 dk boyunca karıştırılmıştır. Daha sonra 15 gr olarak tartılan kemik tozu karışıma ilave edilerek, oda sıcaklığında 2 saat boyunca karıştırma işlemi devam edilmiştir. Karıştırma işleminin ardından süzme işlemi gerçekleştirilerek 80 °C sıcaklıkta 4 saat boyunca etüvde kurutma işlemi gerçekleştirilmiştir. Bu işlem sonucunda yüzeyi modifiye edilmiş 15 gr kemik tozu elde edilmiştir. Bu işlem 4 set halinde devam ettirilmiştir.

4.1.2.2. Stearik Asit ile Yüzey Modifikasyonu

Stearik asitle yüzey modifikasyon işlemi için ise öncelikle 0,2 gr sodyum hidroksit ve 100 ml distile su çözeltisi hazırlanmıştır. Hazırlanan bu çözeltilerden her set için 5 ml kullanılmıştır. 500 ml distile su, 1 gr stearik asit ve 5 ml sodyum hidroksit çözeltisi 450 rpm hızda 75 °C sıcaklığına kadar ısıtılmıştır. Çözelti 75 °C'ye ulaştığında 30 gr olarak tartılan kemik tozu eklenerek 30 dk boyunca karıştırma işlemi devam ettirilmiştir. Karıştırma işleminin ardından süzme işlemi gerçekleştirilerek, 80 °C sıcaklıkta 12 saat boyunca etüvde kurutma işlemi gerçekleştirilmiştir. Bu işlem sonucunda yüzeyi modifiye edilmiş 30 gr kemik tozu elde edilmiştir. Bu işlem 2 set halinde devam ettirilmiştir.

4.1.3. Polipropilen ile Karıştırma İşlemleri

Karıştırma işlemleri %30 oranında takviye elemanı, %70 oranında matris elemanı olacak şekilde gerçekleştirilmiştir. Numuneler, takviyesiz saf polipropilen (PP), %30 oranında KT takviyeli polipropilen (KT_PP), %30 oranında Si_KT takviyeli polipropilen (Si_KT_PP) ve %30 oranında St_KT takviyeli polipropilen (St_KT_PP) olarak 4 set şeklinde hazırlanmıştır (Şekil 4.3).

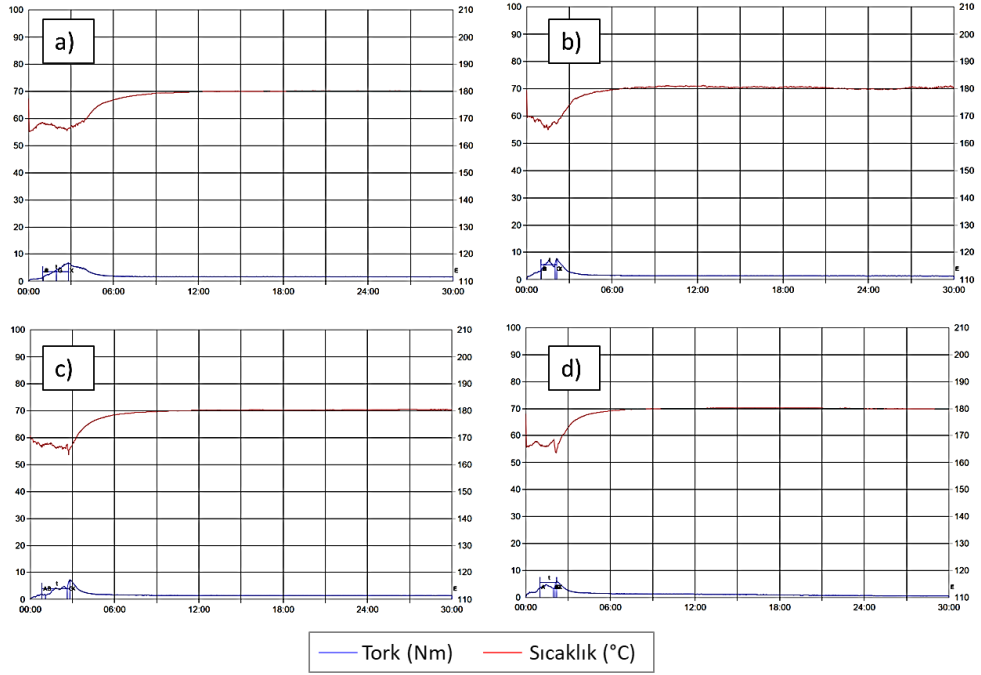


Şekil 4.3. Karıştırma işlemi sonucu elde edilen numuneler: a) PP, b) %30 KT + %70 PP, c) %30 Si_KT + %70 PP, d) %30 St_KT + %70 PP.

Karıştırma işlemleri Brabender / W50 EHT + Plastograph EC Plus Mikser ile 30 dk boyunca 180 °C’de homojen bir karışım elde edilene kadar sürdürülmüştür (Şekil 4.4). Karıştırma işlemi sonrasında elde edilen yığın kompozit, mekanik öğütücü ile 2-3 mm elek aralığında elenerek enjeksiyon kalıplama işlemi için hazır hale getirilmiştir. Mikserde gerçekleştirilen her karıştırma işlemi için tork-zaman-sıcaklık ilişkisini gösteren Plastogram eğrileri elde edilmiştir (Şekil 4.5). Plastogram grafiklerinde elde edilen eğri yatay duruma geçtiği anda karıştırma işlemi için gereken enerjinin sabitlendiğini ve karışımın homojen bir şekilde gerçekleştiğini göstermektedir.



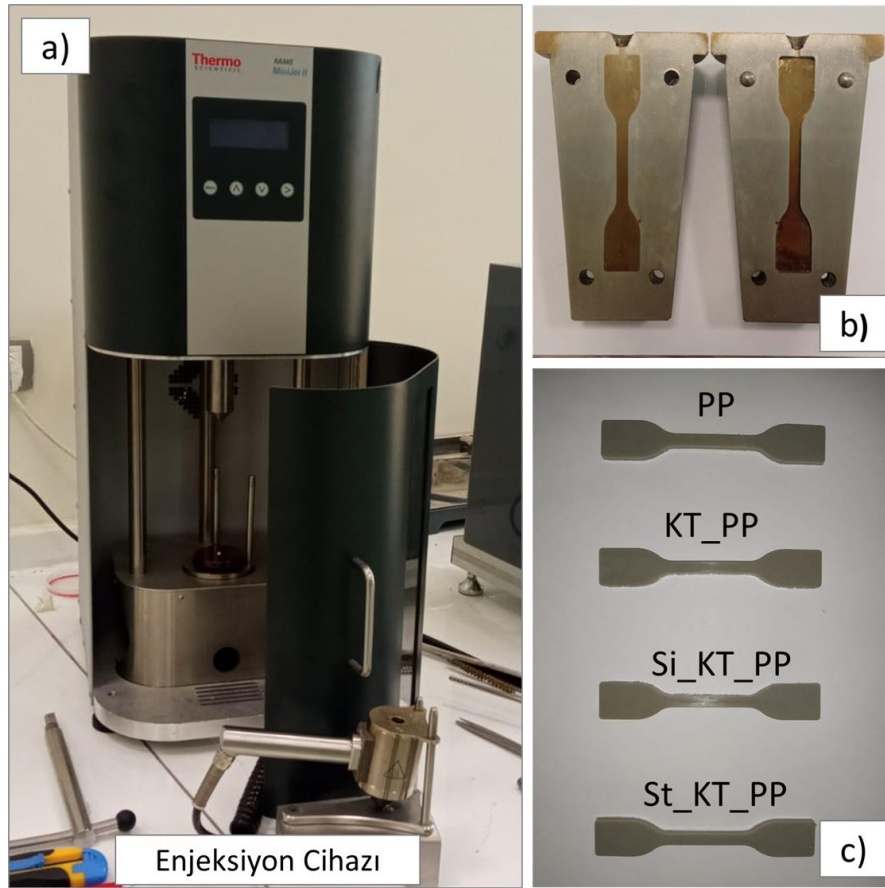
Şekil 4.4. Brabender / W50 EHT + Plastograph EC Plus Mikser.



Şekil 4.5. Karıştırma işlemleri sonucu elde edilen Plastogram eğrileri: a) PP, b) %30 KT + %70 PP, c) %30 Si_KT + %70 PP, d) %30 St_KT + %70 PP.

4.1.4. Enjeksiyon Kalıplama İşlemleri

Karıştırma işlemi sonrasında kompozit numunelerin enjeksiyon kalıplama işlemi Thermo Scientific Haake Mini Jet II enjeksiyon cihazı ile gerçekleştirilmiştir (Şekil 4.6). Kalıplama işlemi sırasında kalıp sıcaklığı 110 °C, enjektör sıcaklığı ise 180 °C olarak belirlenmiştir. Enjeksiyon basıncı 800 bar, enjeksiyon sonrası basınç ise 200 bar olarak ayarlanmıştır. Enjeksiyon işlemi sonucunda elde edilen çekme numunesinin uzunluğu 70 mm, genişliği 12 mm, et kalınlığı ise 2 mm boyutlarındadır (ISO 527-2-5A). Aşınma numunesi ise çapı 20 mm, et kalınlığı 1,5 mm boyutlarında dairesel disk şeklindedir.



Şekil 4.6. Kalıplama düzeneği; a) thermo Scientific Haake Mini Jet II Enjeksiyon cihazı, b) enjeksiyon kalıbı, c) çekme numuneleri.

4.2. KOMPOZİT MALZEMELERİN KARAKTERİZASYON İŞLEMLERİ

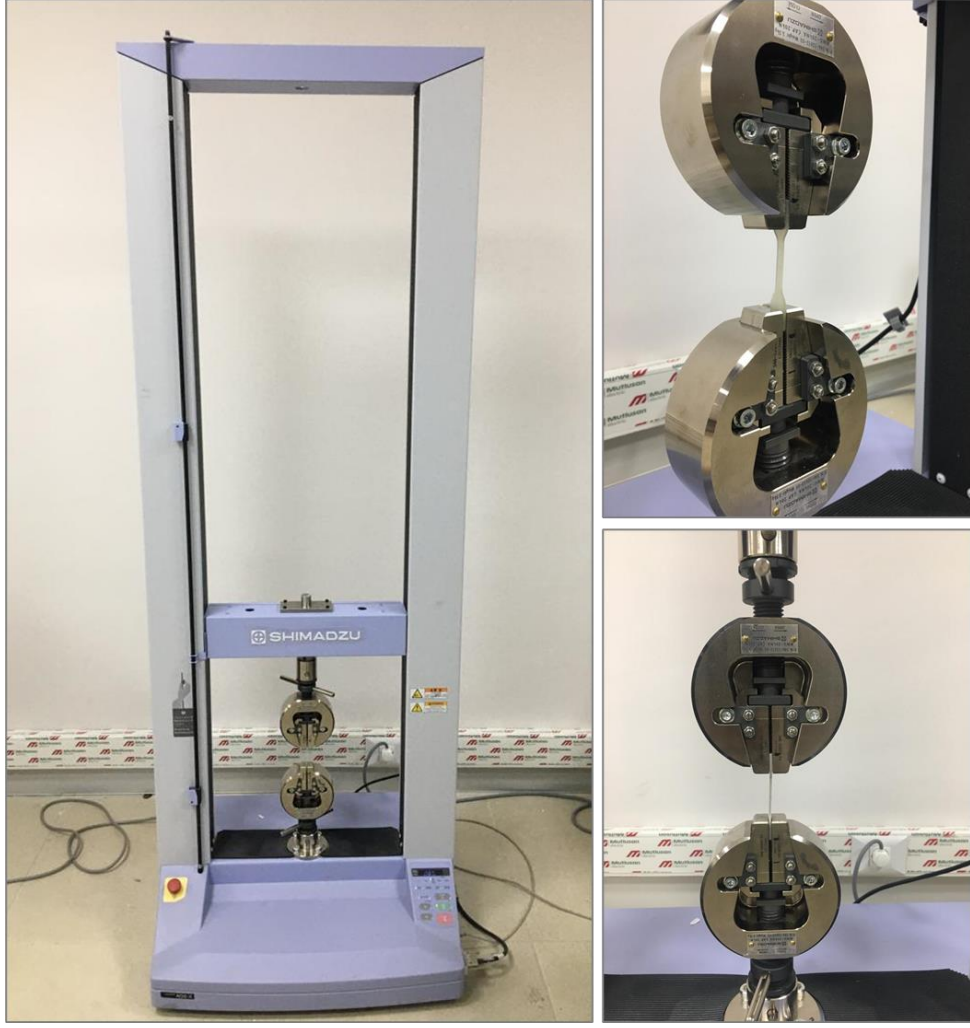
4.2.1. Mekanik Testler

4.2.1.1. Sertlik Ölçümleri

Kompozitlerin sertlik değerleri Zwick R5LB041 sertlik cihazı ile Shore D ölçüm metoduna göre 5 tekrarlı ölçüm sonucunda elde edilmiştir.

4.2.1.2. Çekme Testi

Çekme testleri ISO 527-2 standartlarına göre 5 mm/dk çekme hızında Shimadzu test cihazında gerçekleştirilmiştir (Şekil 4.7). Çekme testi sonuçları 5 ölçümün ortalaması alınarak elde edilmiştir. Deneyler sonucunda çekme gerilmesi/ yüzde uzama grafikleri elde edilmiştir.



Şekil 4.7. Çekme cihazı.

4.2.2. Fiziksel, Kimyasal ve Termal Özelliklerin İncelenmesi

4.2.2.1. ATR-FTIR Analizi

Saf kemik tozu ve yüzey modifikasyon uygulanmış kemik tozlarının FTIR analizi IR-spektrometresi Bruker Alpha FTIR Spektrometre Mikroskobu ile $4500-500\text{ cm}^{-1}$ dalga boyu aralığında gerçekleştirilmiştir.

4.2.2.2. Termogravimetrik Analiz

Saf polipropilen (PP) ve kemik tozu katkılı kompozitlerin (KT_PP, Si_KT_PP ve St_KT_PP) termogravimetrik analizi, Hitachi STA 7300 Termogravimetrik Analizör

cihazında, yaklaşık 10-14 mg malzeme kullanılarak 10 °C/dak ısıtma hızında 25-750 °C aralığında gerçekleştirilmiştir.

4.2.2.3. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre Analizi

Diferansiyel Taramalı Kalorimetre analizi Mettler Toledo TGA/DSC2 Star System cihazında yaklaşık 10 mg malzeme kullanılarak -80-260 °C aralığında, 10 °C/dk ısıtma hızında, 3 kademeli şekilde gerçekleştirilmiştir.

4.2.3. Morfolojik İncelemeler

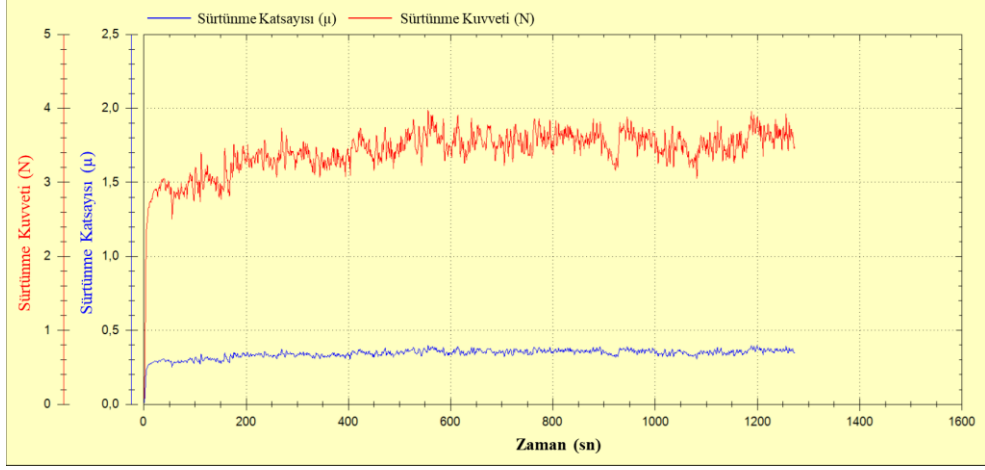
Takviye tozları, kompozit kırılma yüzeyleri ve aşınma yüzeylerinin SEM ve EDX analizleri Carl Zeiss Ultra Plus Gemini taramalı elektron mikroskobu ile 100x, 1000x, 5000x, 10000x ve 20000x yakınlaştırma oranlarında incelenmiştir. Görüntüleme ölçeği olarak 2 µm, 10 µm, 20 µm ve 200 µm boyutları kullanılmıştır. Aşınma izinin genişliği ve derinliği Portable Surface Roughness Tester (Sj-410 Series) 2 boyutlu profilometre cihazı ile ölçülmüştür. 3D topografya görüntüleri Zygo-Ze Gage 3D optik tarayıcı ile ölçülmüştür.

4.3. TRİBOLOJİK PERFORMANS DENEYLERİ

4.3.1. Ball-on-disk Aşınma Deneyleri

Aşınma deneyleri UTS marka ball-on-disk aşınma test cihazında gerçekleştirilmiştir (Şekil 4.9). Aşınma numuneleri PP, KT_PP, Si_KT_PP ve St_KT_PP malzemelerinden oluşmaktadır. Aşındırıcı olarak 6 mm çapında tungsten karbür bilye kullanılmıştır. Bilyelerin sahip olduğu mekanik özellikler Çizelge 4.2’de verilmiştir [43]. Aşınma deney parametreleri olarak iki seviyeli yük (10 N ve 20 N), iki seviyeli hız (750 mm/sn ve 1500 mm/sn) kullanılmıştır. Aşınma yolu olarak toplam 1000 m mesafe belirlenmiştir. Deneylerin öncesinde ve sonrasında malzemelerin ağırlık kayıpları 0,1 mg hassasiyetine sahip terazi ile ölçülmüştür. Sürtünme katsayısı verileri 10⁻⁵ N hassasiyetine sahip dinamometre ile elde edilmiştir. Elde edilen sürtünme katsayısı grafik örneği Şekil 4.8’de verilmiştir. Aşınma deneylerinin sonuçları

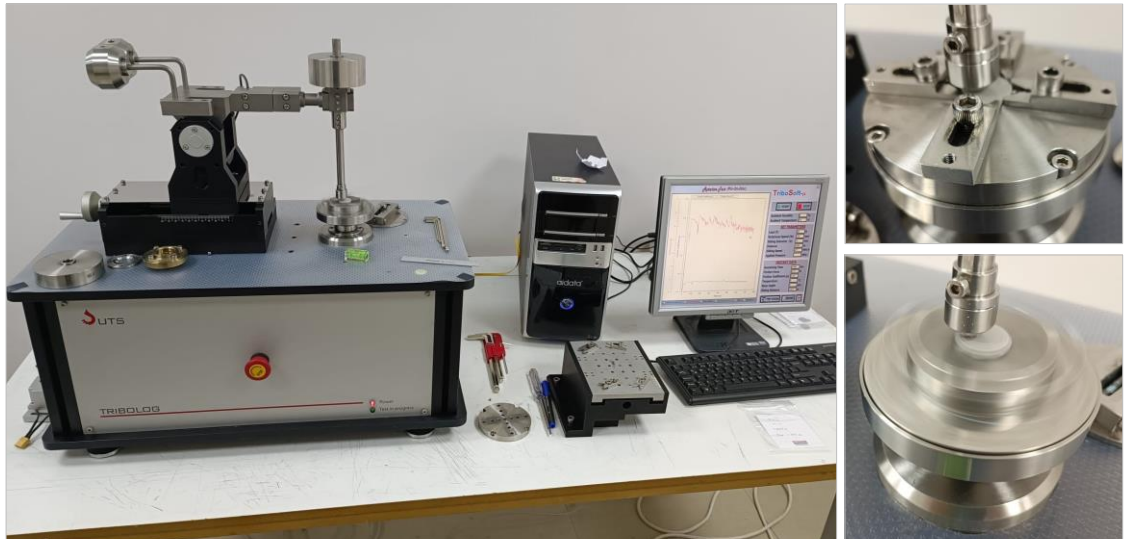
istatistiksel olarak analiz edilmiş, SEM, EDX, 2D ve 3D yüzey profilometre verilerine göre görsel olarak değerlendirilmiştir.



Şekil 4.8. Sürtünme katsayısı grafik örneği.

Çizelge 4.2. Aşındırıcı bilyenin mekanik özellikleri.

Çap	Sertlik	Çekme Dayanımı	Basma Dayanımı	Elastisite Modülü	Özgül Ağırlık
6mm	90 HRA- 1940 HV	2600 MPa	6870 MPa	830 MPa	14,93 gr/cm ³



Şekil 4.9. Aşınma test cihazı.

4.3.2. İstatiksel Analiz

Ball-on-disk aşınma deneyleri Minitab 18 ticari yazılımı kullanılarak full faktöriyel deney tasarımına göre gerçekleştirilmiştir. (Çizelge 4.3). Giriş parametreleri olarak iki seviyeli yük (10 N ve 20 N), iki seviyeli hız (750 mm/sn ve 1500 mm/sn), çıkış parametreleri olarak ise ağırlık kaybı ve sürtünme katsayısı verileri incelenmiştir. Parametre seçimi gerçekleştirilen ön deneylere ve literatüre göre belirlenmiştir [19,38]. Deneysel sonuçların analizinde etkileşim grafikleri, varyans ve regresyon analizi kullanılmıştır. Varyans analizi (ANOVA) ile bağımsız değişkenlerin bağımlı değişkenler üzerindeki etkisi incelenmektedir. Giriş parametrelerinin (bağımsız değişkenler), çıkış parametreleri (bağımlı değişkenler) üzerindeki etkileri yüzdesel olarak hesaplanarak yorumlanmıştır. Değişkenlerin etki oranları her bir “SS” değerinin toplam değere bölünmesi ile elde edilmiştir. “p” değeri, her bir bağımsız değişkenin istatistiksel olarak anlamlılığını ifade etmektedir. %95 güven aralığında çalışılan analizlerde, p değerinin 0,05 değerinden daha küçük olması gerekmektedir. Giriş parametrelerinin çıkış parametrelerini açıklayabilme yeteneği R-Sq ve R-Sq (adj) değeri ile ifade edilmiştir. Bu çalışma kapsamında R-Sq ve R-Sq (adj) değerlerinin %70’ten büyük olması, anlamlılık açısından yeterli olduğunu göstermektedir. Matematiksel bağıntılar regresyon analizi ile elde edilmiştir. R-Sq (adj) değerlerinin anlamlılığı nicel olarak değerlendirilmiştir ve regresyon grafikleri ile tartışılmıştır. Ayrıca parametrelerin etkileşimleri, 3 boyutlu etkileşim grafikleri ile görsel olarak yorumlanmıştır. Son olarak regresyon analizi baz alınarak parametrelerin optimizasyonu gerçekleştirilmiş, tüm veriler genel olarak ele alınarak irdelenmiştir.

Çizelge 4.3. Full faktöryel deney tasarımı.

Deney No	Malzeme	Yük (N)	Hız (mm/sn)
1	PP	10	1500
2	PP	20	750
3	PP	10	750
4	PP	20	1500
5	KT_PP	10	1500
6	KT_PP	10	750
7	KT_PP	20	1500
8	KT_PP	20	750
9	Si_KT_PP	10	750
10	Si_KT_PP	20	750
11	Si_KT_PP	20	1500
12	Si_KT_PP	10	1500
13	St_KT_PP	10	1500
14	St_KT_PP	20	750
15	St_KT_PP	20	1500
16	St_KT_PP	10	750

BÖLÜM 5

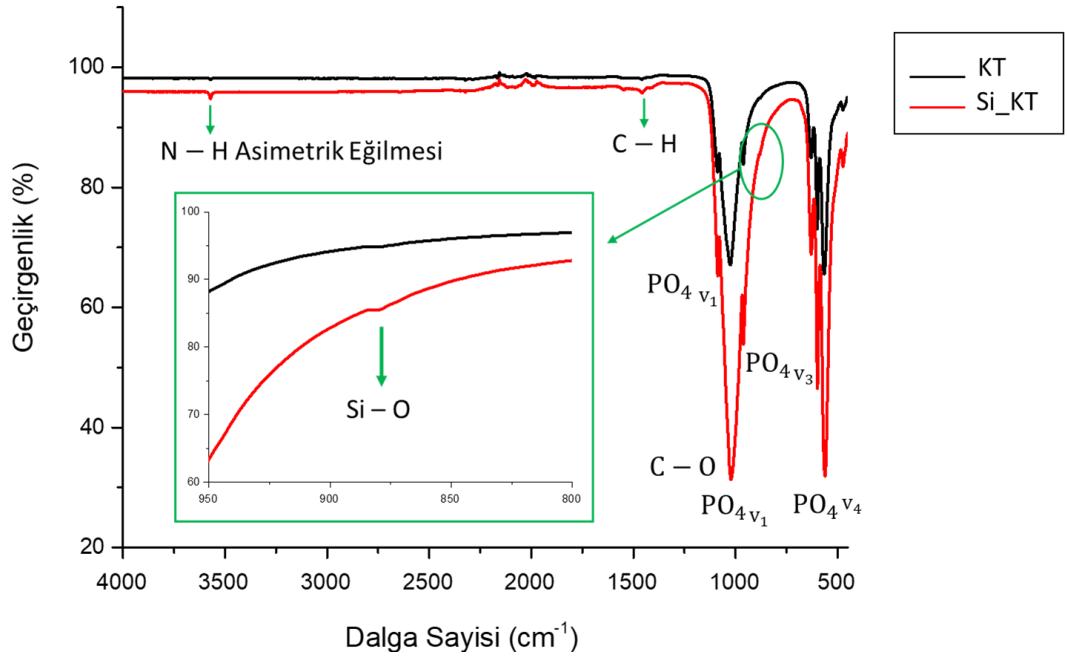
DENEYSEL BULGULAR VE TARTIŞMA

5.1. KEMİK TOZUNUN YÜZEY MODİFİKASYONU

5.1.1. ATR-FTIR Analizi

Yüzey modifikasyonlu (Si_KT ve St_KT) ve modifikasyonsuz (KT) tozların FTIR spektrumları Şekil 5.1 ve Şekil 5.3’de verilmiştir. ATR-FTIR analizi sonrası tozlar için elde edilen ve literatürde karşılaştırılan pikler Çizelge 5.1 ve Çizelge 5.2’de verilmiştir. Şekil 5.1 incelendiğinde 3555 cm^{-1} noktasında gözlenen pik N-H asimetrik eğilmesini vermektedir [44]. 1469 cm^{-1} noktasındaki pik C-H fonksiyonel grubuna aittir [44]. 878 cm^{-1} noktasında meydana gelen pik ise Si-O gerilmesinden kaynaklanmaktadır [45]. Bu pikin oluşumu, modifikasyondan sonra KT yüzeyinde Si-O bağlarının oluşumunu gösterir. Ayrıca saf kemik tozuna ait eğride 3555 cm^{-1} noktasındaki küçük pik, KT'nin yapısındaki -OH grubundan kaynaklanmaktadır. Silanlama yüzey modifikasyonunda etanolün solvent olarak kullanılmasıyla silanlama maddesinin yapısındaki metil (CH_3) grupları ile etanolün içindeki -OH grupları yer değiştirir (Şekil 5.2). Silan çözeltisine kemik tozunun eklenmesiyle KT yüzeyindeki -OH grupları ve silan çözeltisindeki -OH grupları birleşerek su (H_2O) açığa çıkarır ve O grubuna amin içeren bir silan bağlanır.

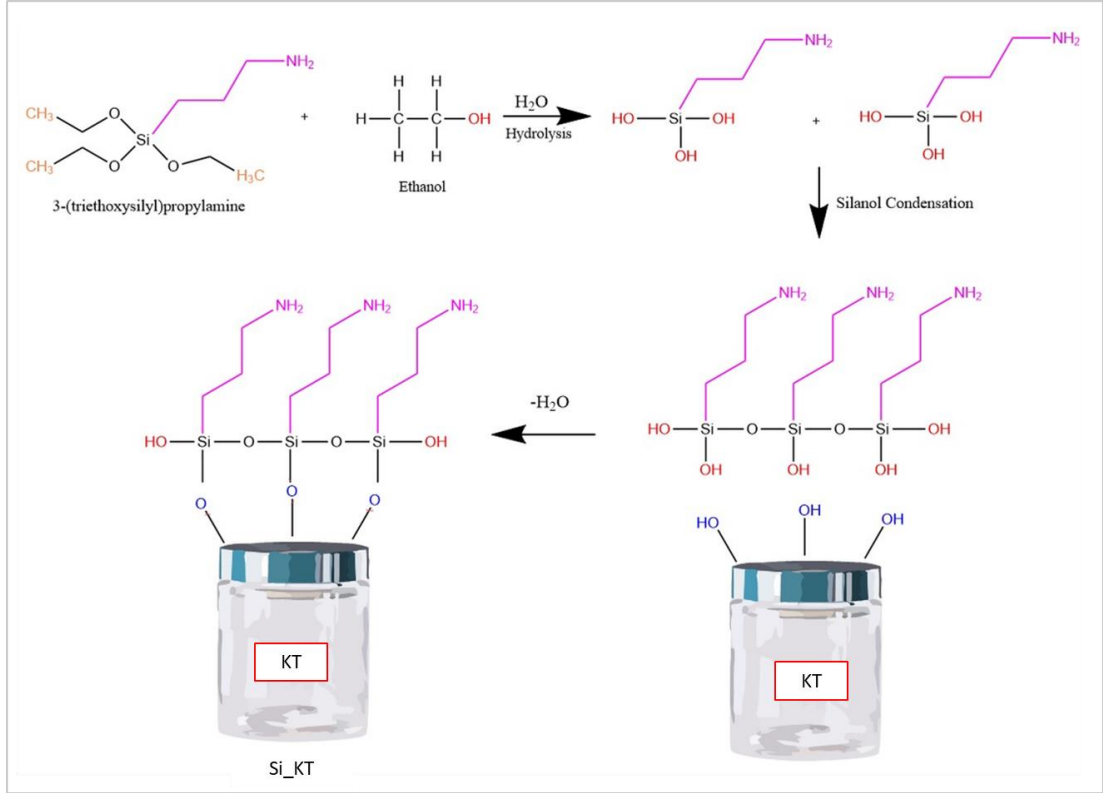
Silanlama işlemi sonunda ATR/FTIR sonuçlarında da görüldüğü gibi Si_KT'de 3555 cm^{-1} 'deki pikin yoğunluğu artmıştır (Şekil 5.1). 1024 cm^{-1} noktasında C-O gerilme piki bulunmaktadır [44]. Kemiğin yapısında bulunan fosfat sebebiyle 1086, 1024, 959 ve 560 cm^{-1} noktalarında PO_4 titreşim pikleri meydana gelmiştir [46–48]. KT ve Si_KT tozlarının ATR-FTIR analizi sonuçları literatür ile uyumludur.



Şekil 5.1. KT ve Si_KT tozlarının FTIR spektrumu (4000-500 cm^{-1} aralığı).

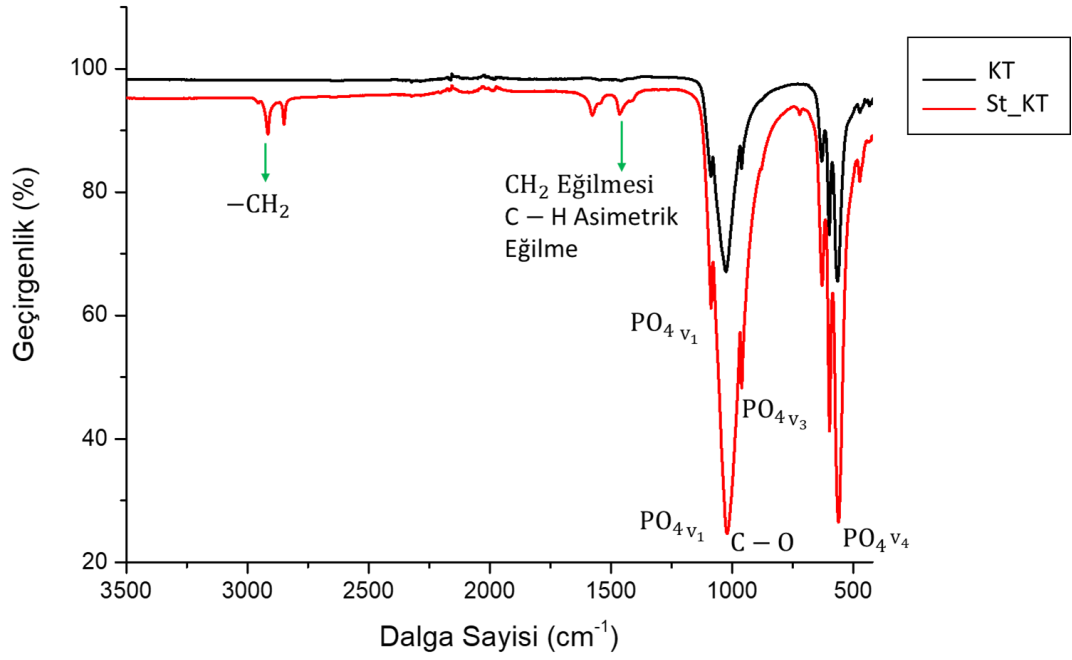
Çizelge 5.1. KT ve Si_KT tozları için gözlemlenen ve literatürde verilen pikler.

Gözlenen Pikler (cm^{-1})	Titreşim Modu	Literatürdeki Pikler (cm^{-1})
3555	N-H asimetrik eğilmesi	3550-3420 [44]
1469	C-H fonksiyonel grubu	1475-1450 [44]
878	Si-O gerilmesi	850-900 [45]
1086	$\text{PO}_4 - \nu_1$ titreşimi	1090 [46,48]
1024	$\text{PO}_4 - \nu_1$ titreşimi	1035 [46,48]
959	$\text{PO}_4 - \nu_3$ titreşimi	960 [46,48]
1024	C-O gerilmesi	1050 [44]
560	$\text{PO}_4 - \nu_4$ titreşimi	520-660 [46-48]



Şekil 5.2. Silanlama mekanizması.

Şekil 5.3 incelendiğinde 2914 cm^{-1} noktasında gözlenen pik $-\text{CH}_2$ grubu gerilme titreşimini vermektedir [19]. 1458 cm^{-1} noktasında meydana gelen pik CH_2 eğilmesi ve C-H asimetrik eğilmesinden kaynaklanmaktadır [44]. 1022 cm^{-1} noktasında C-O gerilme piki [44], 1086, 1024, 959 ve 560 cm^{-1} noktalarında ise PO_4 titreşim pikleri meydana gelmiştir [46–48]. KT ve St_KT tozlarının ATR-FTIR analizi sonuçları literatür ile uyumludur.



Şekil 5.3. KT ve St_KT tozlarının FTIR spektrumu (3500-500 cm^{-1} aralığı).

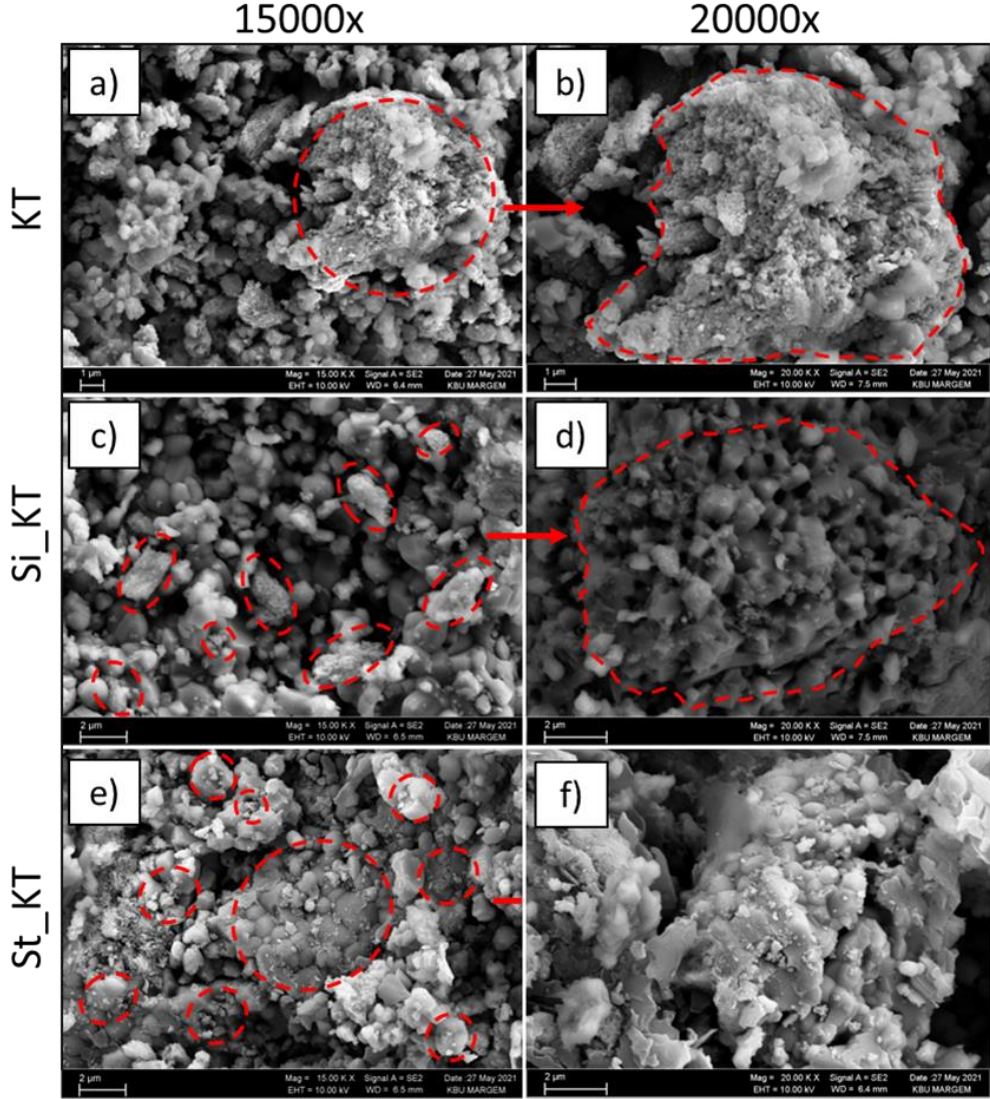
Çizelge 5.2. KT ve St_KT tozları için gözlemlenen ve literatürde verilen pikler.

Gözlenen Pikler (cm^{-1})	Titreşim Modu	Literatürdeki Pikler (cm^{-1})
2914	-CH ₂ grubu gerilme titreşimi	2917, 2848 [19]
1458	CH ₂ eğilmesi C-H asimetrik eğilme	1465 \pm 15 [44]
1086	PO ₄ - v ₁ titreşimi	1090 [46,48]
1024	PO ₄ - v ₁ titreşimi	1035 [46,48]
959	PO ₄ - v ₃ titreşimi	960 [46,48]
1022	C-O gerilmesi	1050 [44]
560	PO ₄ - v ₄ titreşimi	520-660 [46-48]

5.1.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi

Yüzey modifikasyonu uygulaması sonrasında kemik tozunun yüzey morfolojisini incelemek amacıyla numunelere SEM analizi yapılmıştır. Analiz sonucu elde edilen görüntüler Şekil 5.4'de verilmiştir. Yüzey modifikasyonsuz KT tozuna ait SEM görüntüleri incelendiğinde tozların bir kısmının aglomere yapıda olduğu görülmektedir (Şekil 5.4a ve b). Topaklanmış bu toz tanelerinin boşluklu bir yapıya sahip olduğu gözlenmektedir. Si_KT tozuna ait SEM görüntüleri incelendiğinde ise

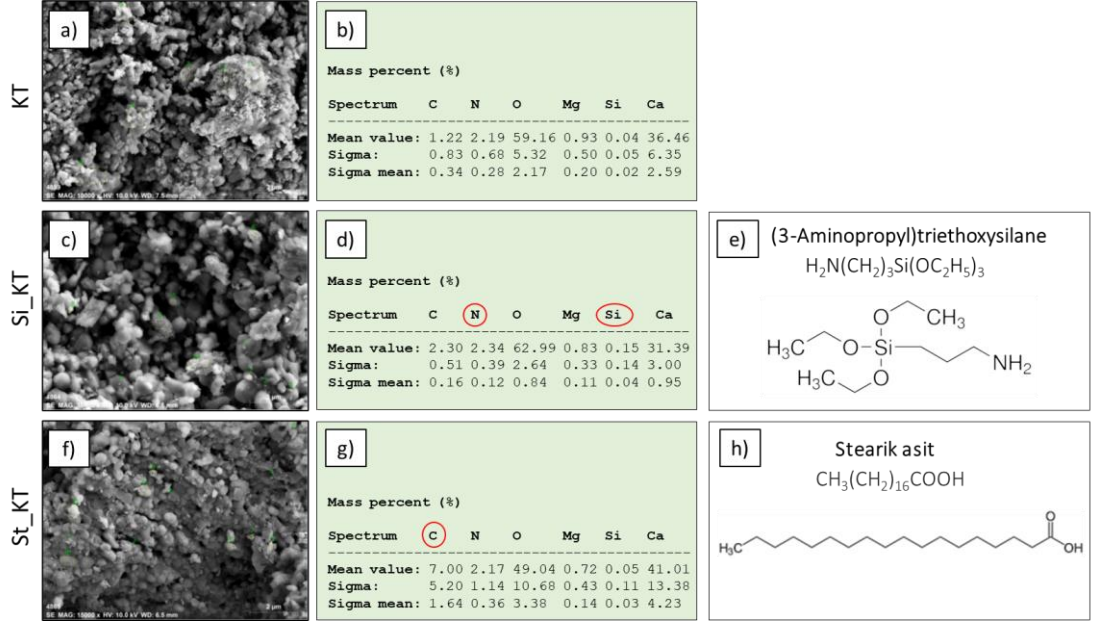
toz tanelerindeki boşlukların kapandığı, toz tanelerinin belirginleştiği görülmektedir (Şekil 5.4c ve d). Aynı şekilde St_KT tozuna ait SEM görüntüleri incelendiğinde toz tanelerinin belirginleştiği görülmektedir (Şekil 5.4e ve f).



Şekil 5.4. Yüzeı modifikasyonsuz ve yüzeı modifikasyonlu tozların SEM görüntüleri: a) KT tozu 15000x yakınlařtırma b) KT tozu 20000x yakınlařtırma, c) Si_KT tozu 15000x yakınlařtırma, d) Si_KT tozu 20000x yakınlařtırma, e) St_KT tozu 15000x yakınlařtırma, f) St_KT tozu 20000x yakınlařtırma.

Yüzeı modifikasyon iřlemi sonrasında tozlara uygulanan elemental analiz (EDX) görüntüleri Şekil 5.5’de verilmiřtir. Yüzeı modifikasyon iřlemi öncesinde KT tozuna ait EDX analizi görüntüleri Şekil 5.5a ve b’de verilmiřtir. Silanlama sonrasında elde edilen Si_KT tozunda C, N ve Si miktarında artış meydana gelmiřtir (Şekil 5.5c ve d).

Tozlara uygulanan ATR-FTIR analizinde de N-H ve Si-O piklerinin bulunması silanlama işleminin başarılı olduğunu göstermektedir. Stearik asit ile yüzey modifikasyon işlemi sonrasında KT tozunun C oranında ciddi bir artış meydana gelmiştir (Şekil 5.5f ve g). Bu durum stearik asitin içeriğinde bulunan yüksek C oranında kaynaklanmaktadır (Şekil 5.5h).



Şekil 5.5. Yüzey modifikasyonsuz ve yüzey modifikasyonlu tozların EDX analizleri: a) KT tozu EDX analiz alanı, b) KT tozu EDX analizi, c) Si_KT tozu EDX analiz alanı, d) Si_KT tozu EDX analizi, e) Silan ajanının kimyasal formülü, f) St_KT tozu EDX analiz alanı, g) St_KT tozu EDX analizi, h) Stearik asitin kimyasal formülü

5.2. MEKANİK TEST SONUÇLARI

5.2.1. Sertlik Ölçümleri

Kompozit malzemelerin sertlik ölçümleri sonucu elde edilen değerler Çizelge 5.3'te verilmiştir. Ölçüm sonucunda PP matrisine saf KT eklenmesi ile sertlik değerinin 2,5 birim arttığı, Si_KT eklenmesi ile 4,5 birim arttığı, St_KT eklenmesi ile ise 3 birim arttığı görülmektedir. Yüksek sertliğe sahip kemik tozu partikülleri batıcı uca karşı direnç göstererek matris içerisinde ilerlemesini engellemiştir. Dolayısıyla kemik tozunun saf PP matrisine eklenmesi ile malzemenin sertliğinin artması beklenen bir

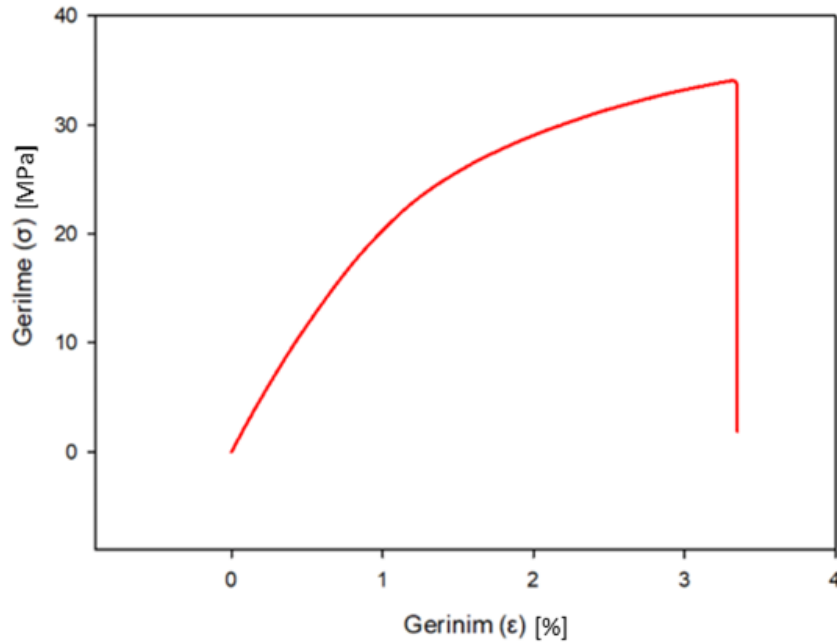
durumdur. Si_KT_PP malzemesinde diğ er kompozitlere oranla daha yüksek sertlik deęerleri elde edilmiştir. Bu durum silanlama işleminin malzemedeki fazlar arasındaki etkileşimi arttırmada daha başarılı olduğunu göstermektedir. Matris- takviye arayüzey bağlarının güçlü oluşu malzeme üzerine gelen yükü takviye elemanlarına aktarmakta, bu sayede malzemeyi sert ve rijit bir yapıya dönüştürmektedir.

Çizelge 5.3. Kompozit malzemelerin sertlik ölçüm sonuçları.

Kompozit Numune	Shore D Sertlik Deęeri
PP	71,5
KT_PP	74
Si_KT_PP	76
St_KT_PP	74,5

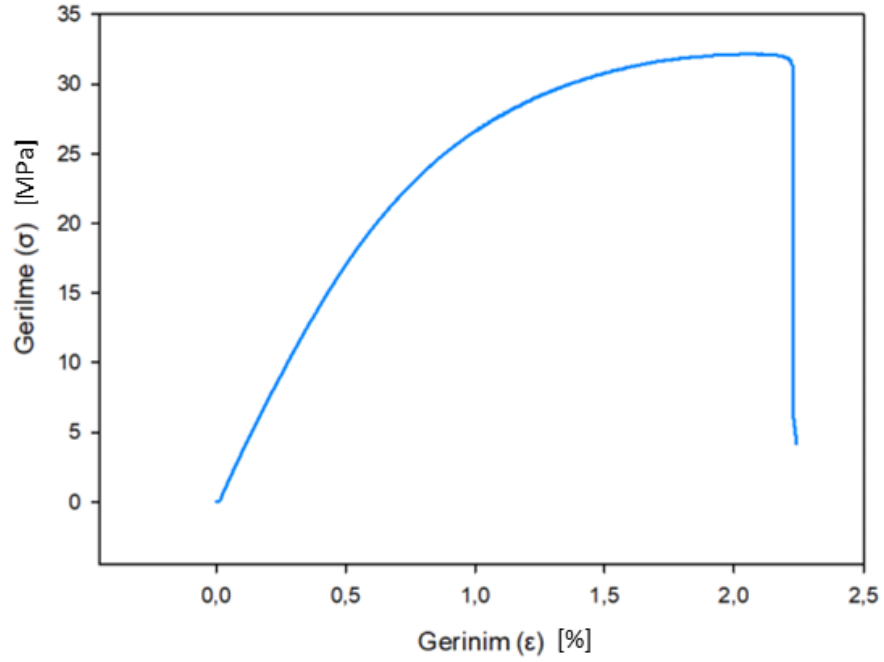
5.2.2. Çekme Testi Sonuçları

PP malzemesi için elde edilen çekme eğrisi Şekil 5.6’de verilmiştir. Deney sonucunda elde edilen çekme gerilmesi 34,50 MPa, yüzde uzama miktarı ise %3,4 olarak bulunmuştur.



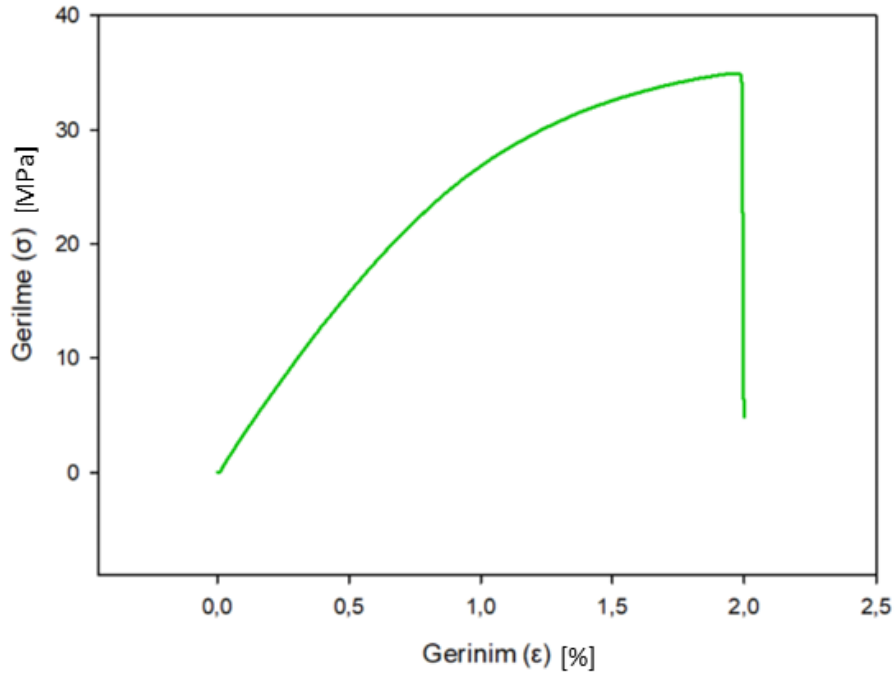
Şekil 5.6. PP çekme eğrisi.

KT_PP malzemesi için elde edilen çekme eğrisi Şekil 5.7’da verilmiştir. Deney sonucunda elde edilen çekme gerilmesi 31,95 MPa, yüzde uzama miktarı ise %2,3 olarak bulunmuştur.



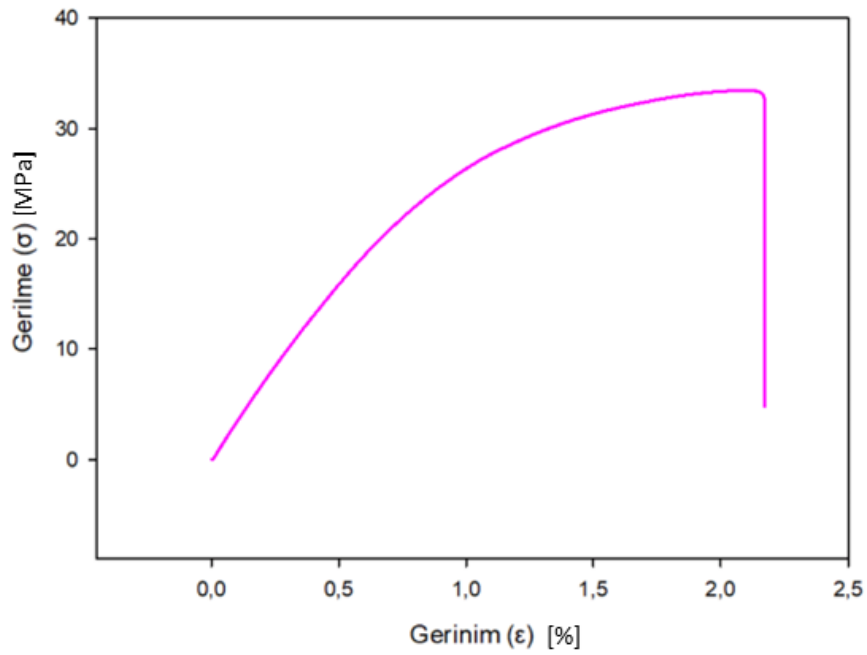
Şekil 5.7. KT_PP çekme eğrisi.

Si_KT_PP malzemesi için elde edilen çekme eğrisi Şekil 5.8’de verilmiştir. Deney sonucunda elde edilen çekme gerilmesi 34,91 MPa, yüzde uzama miktarı ise %1,9 olarak bulunmuştur.



Şekil 5.8. Si_KT_PP çekme eğrisi.

St_KT_PP malzemesi için elde edilen çekme eğrisi Şekil 5.9’de verilmiştir. Deney sonucunda elde edilen çekme gerilmesi 33,32 MPa, yüzde uzama miktarı ise %2,2 olarak bulunmuştur.



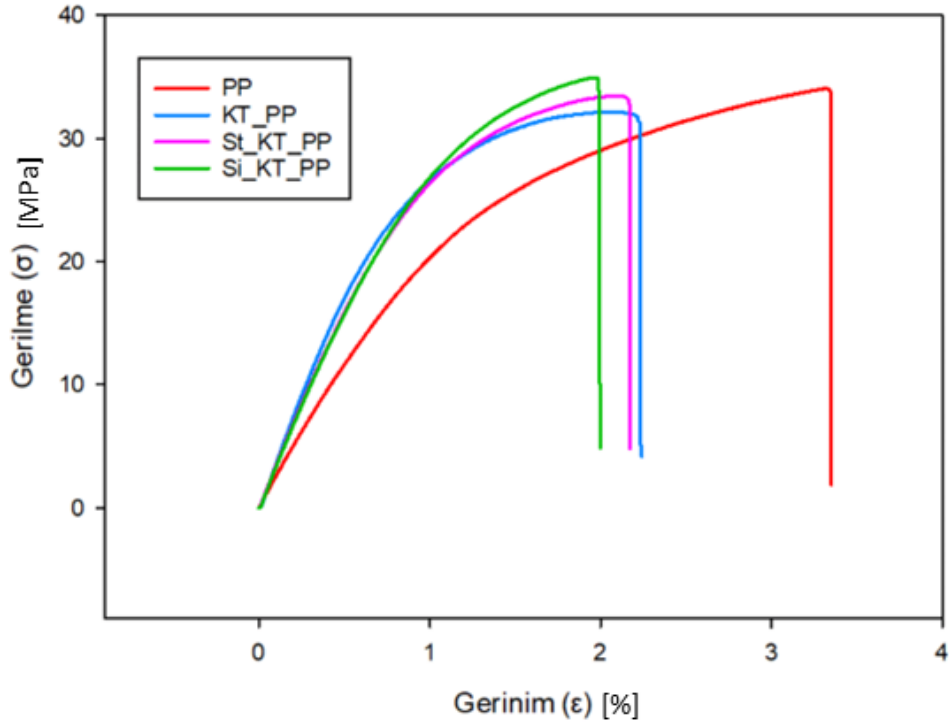
Şekil 5.9. St_KT_PP çekme eğrisi.

Tüm malzemeler için elde edilen çekme dayanımı ve yüzde uzama değerleri

Çizelge 5.4’de, çekme grafikleri ise Şekil 5.10’da verilmiştir. Çekme deneyine göre en yüksek çekme kuvveti sonucunu Si_KT_PP vermiştir. Çekme dayanım sıralaması Si_KT_PP, PP, St_KT_PP ve KT_PP şeklinde olmuştur. Malzemeye KT eklenmesi ile dayanımın bir miktar düştüğü ancak yüzey modifikasyon işlemi sayesinde dayanımın arttığı görülmektedir. Polimer matrise yüksek oranda takviye uygulanması malzemede süreksizliğe sebebiyet vererek dayanımın bir miktar düşmesine sebep olabilir [35]. Genellikle kompozit malzemelerde çekme dayanımını arttırmak üzere malzemeye fiber formunda takviyeler ilave edilir. Malzemeye uygulanan yük fiberlere iletilir ve malzemenin dayanımı fiber yönü boyunca oldukça artar [49,50]. Ancak toz formunda takviye uygulandığında malzemede bulunan boşluklar, topaklanmalar, mikro çatlaklar ve arayüzeyin artması gibi durumlar sebebiyle dayanım bir miktar düşebilir [50–52]. Bu sebeple matris malzemesine takviye uygulanmadan önce arayüz bağlarının güçlendirilmesi büyük önem taşır. Matris-takviye etkileşiminin yetersiz olması malzeme içerisinde dağılan partiküllerin topaklanmasına ve geniş tutunma yüzeylerinin oluşmasına sebep olur. Bu durumda partiküller arası gerilim transferi başarılı bir şekilde gerçekleşemez ve malzeme dayanımının düşmesine sebep olur [35]. Bu çalışmada da toz takviye üzerinde yapılan yüzey modifikasyon işlemi sayesinde polimer-toz arasındaki arayüz etkileşimi, fazlar arasındaki yapışma ve ıslanabilirlik artmış [53] ve bu sayede çekme dayanımı artmıştır. Uzama miktarları değerlendirildiğinde de en yüksek sonucu saf PP vermiştir. Kompozitlerin uzama miktarları çekme kuvveti ile ters orantılı bir sonuç vermiştir. Kemik tozu polimer matrise göre sertliği oldukça yüksek bir malzemedir. Malzemedeki sertliğin artması malzemeyi daha gevrek bir yapıya dönüştürerek çekme uzamasının azalmasına sebep olmuştur. Ayrıca takviye uygulaması, malzeme içerisinde arayüzey alanının artmasına sebep olduğu için malzemenin uzama davranışını azaltmıştır [51]. Çekme deneyi sonucunda en yüksek dayanımı veren sonucun Si_KT_PP çıkması en uygun yüzey işlemi olarak silanlama olduğu görülmektedir. Bu durum literatür çalışmaları ile paralellik göstermektedir [19,49,53].

Çizelge 5.4. PP ve kompozitler için elde edilen çekme dayanımı ve yüzde uzama değerleri.

Malzeme	Çekme Dayanımı [MPa]	Yüzde Uzama Değeri [%]
PP	34,50	3,4
KT_PP	31,95	2,3
Si_KT_PP	34,91	1,9
St_KT_PP	33,32	2,2



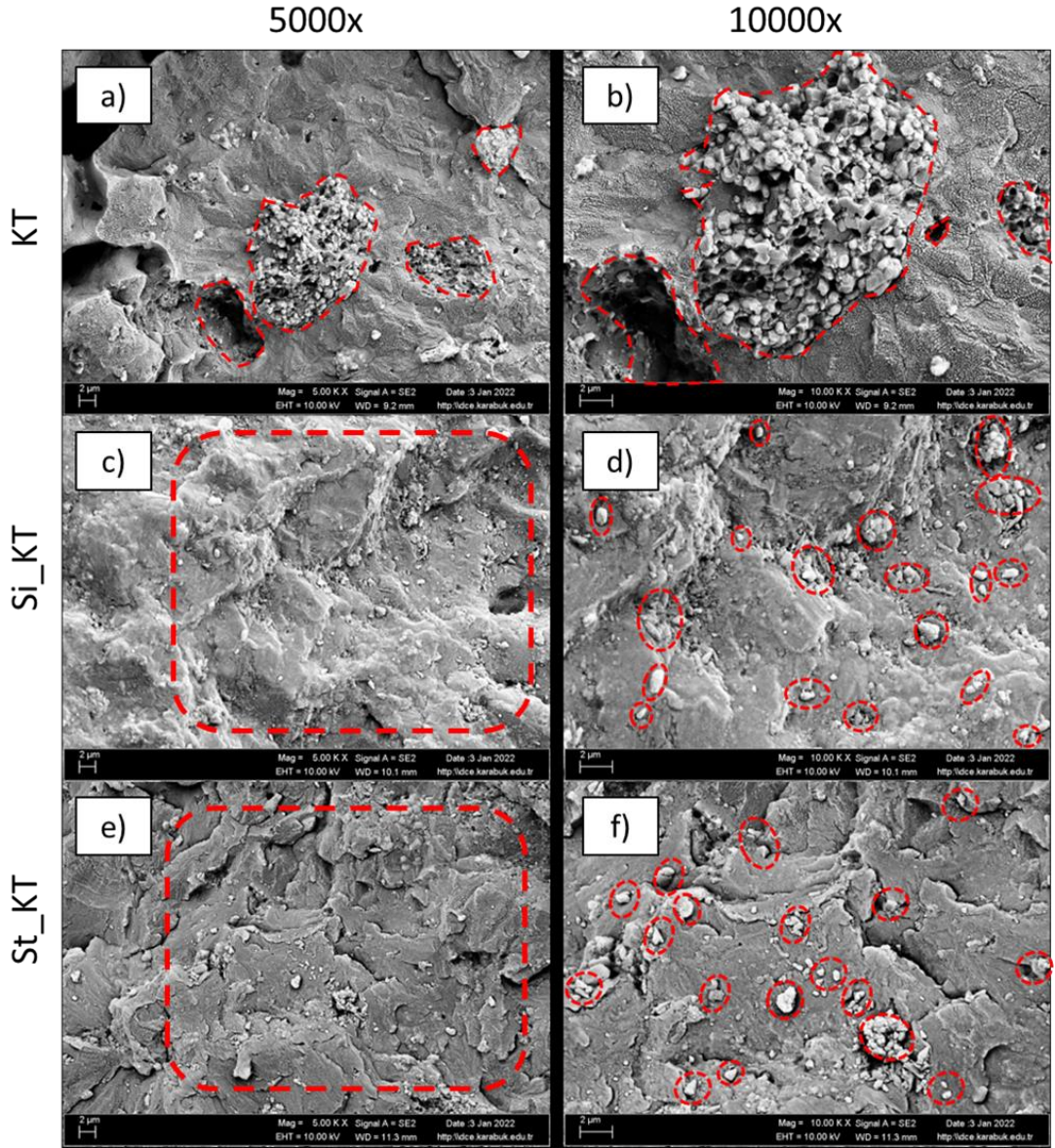
Şekil 5.10. Tüm malzemeler için elde edilen çekme eğrisi.

5.3. MORFOLOJİK ANALİZLER

5.3.1. Kompozit Kırılma Yüzeylerinin Morfolojik Analizi

Kompozit numunelerin matris-takviye ara yüzeyi ve partikül dağılımını incelemek amacıyla kırılma sonrası elde edilen SEM görüntüleri Şekil 5.11'de verilmiştir. Şekil 5.11a ve b'de KT katkılı kompozit malzemenin kırılma yüzeyi verilmiştir. SEM görüntüleri incelendiğinde KT tozuna yüzey modifikasyon işleminin yapılmaması sebebiyle tozların aglomere yapıda olduğu ve belirli bölgelerde topaklandığı tespit

edilmiştir. Yüzey modifikasyon işleminin yapılmamış olması matris-takviye fazları arasındaki yapışmanın yetersiz olmasına ve tozların homojen bir yapıda dağılmamasına sebep olmuştur. Topaklanan partiküller tek bir partikül gibi davranarak geniş bir tutunma yüzeyi meydana getirmiştir. Malzemeye uygulanan yük neticesinde de matris malzemesi partikülleri bir arada tutamayarak malzemenin bu bölgelerden kopmasına sebebiyet vermiştir. Bunun sonucunda kırılma esnasında yüzeyde büyük boşluklar meydana gelmiştir. Malzemenin iç yapısında meydana gelen topaklanma ve boşluklar, malzemenin mekanik yük altında erken yorulmasına, ani kırılmasına ve hızlı bir şekilde aşınmasına sebep olmaktadır. Şekil 5.11c ve d'de Si_KT ile takviye edilmiş kompozit malzemenin kırılma yüzeyi verilmiştir. Bu kompozit malzemede gerçekleştirilen yüzey modifikasyon işlemi sonucunda matris-takviye fazları arasındaki uyum artmıştır. Bu sayede takviye partikülleri matris içerisinde topaklanma olmadan homojen olarak dağılmıştır. Kırılma esnasında partiküller buldukları yüzeyde gömülü kalarak boşluk oluşmasını engellemiştir. Ayrıca matris üzerine etki eden yük takviye elemanlarına eşit bir şekilde aktarıldığı için malzemenin dayanımı artmıştır. Şekil 5.11 e ve f'de St_KT takviye edilmiş kompozit malzemenin kırılma yüzeyi verilmiştir. Bu kompozit malzemede Si_KT örneğinde olduğu gibi gerçekleştirilen yüzey modifikasyon işlemi sonucunda matris-takviye arasındaki uyumun artması sayesinde partikül ve matris arasında daha iyi bir yapışma elde edilmiştir. Dolayısıyla topaklanmanın önüne geçilerek homojen bir dağılım elde edilmiştir. Malzemenin homojen yapıya sahip olması ve partiküllerin yüzeyde gömülü kalarak boşluklar meydana getirmemesi malzemenin mekanik yüklere olan dayanımını arttırmıştır.

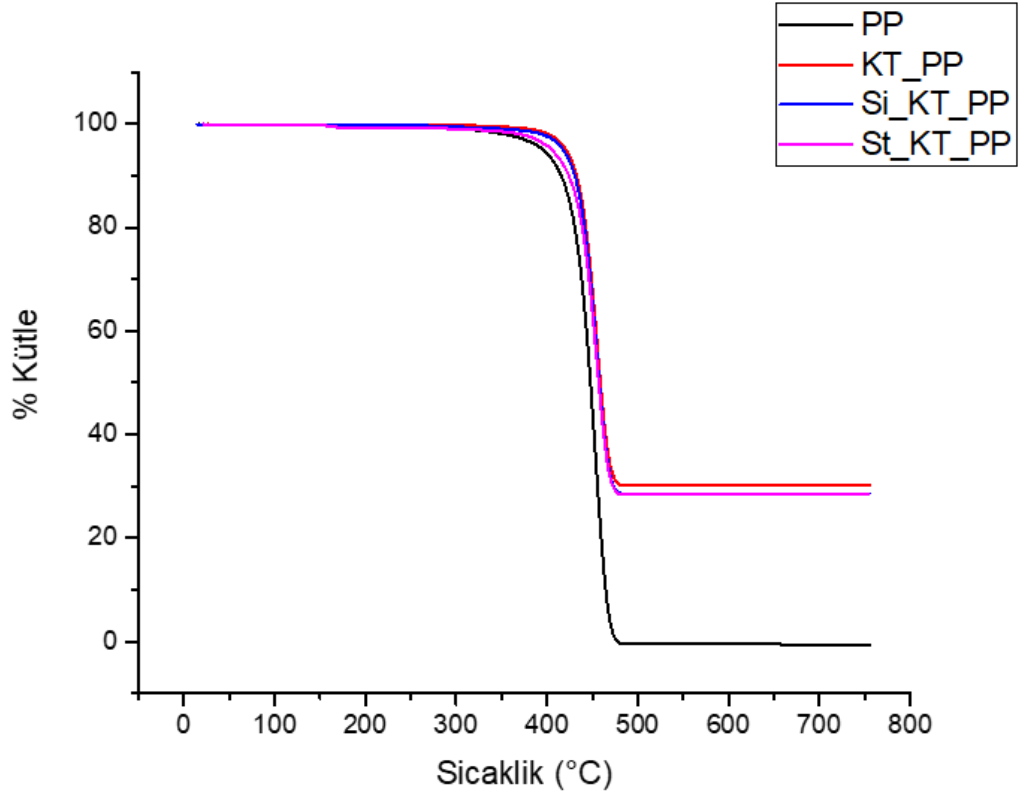


Şekil 5.11. Kompozit kırılma yüzelerinin SEM görüntüleri: a) 5000x yakınlaştırma oranı ile KT katkılı kompozit, b) 10000x yakınlaştırma oranı ile KT katkılı kompozit, c) 5000x yakınlaştırma oranı ile Si_KT katkılı kompozit, d) 10000x yakınlaştırma. oranı ile Si_KT katkılı kompozit, e) 5000x yakınlaştırma oranı ile St_KT katkılı kompozit, f) 10000x yakınlaştırma oranı ile St_KT katkılı kompozit

5.4. FİZİKSEL, KİMYASAL VE TERMAL ÖZELLİKLER

5.4.1. Kompozit Malzemelerin Termogravimetrik Analizi

Şekil 5.12 PP ile kemik tozu katkılı kompozit malzemelerin (KT_PP, Si_KT_PP ve St_KT_PP) TGA eğrilerini vermektedir. PP için tek kademede gerçekleşen termal bozunma 352,40 °C ile başlamış, 477,14 °C ile sonlanmıştır. Bu sıcaklık aralığında yapısının %97,96'sı bozunmaya uğramıştır. Literatürde saf PP için termal bozunma sıcaklığının 200-400 °C aralıklarında tek kademede gerçekleştiği ve yapısının neredeyse tamamının bozunmaya uğradığı bildirilmiştir [54–56]. Dolayısıyla saf PP için elde edilen sonuçlar literatür ile uyumludur. Literatürdeki çalışmalarda midye, yumurta kabuğu ve kemik tozu gibi kalsiyum karbonat (CaCO₃) içerikli bileşiklerin 50-150 °C sıcaklıkları arasında nem kaybı sonucu minimal düzeyde kütle kaybına uğradığı belirtilmektedir. 250-380 °C sıcaklıkları arasında ise malzemenin yapısında bulunan protein ve organik maddelerin ekzotermik olarak bozunması sonucunda kütle kaybı meydana gelmektedir. 380-600 °C aralığında da kalıntı organik malzemelerin termal bozunması devam etmektedir [17,57]. KT_PP için gerçekleşen termal bozunma ise 399,9 °C ile başlamış, 481,13 °C ile sonlanmıştır. Yapısının %67,8'si termal bozunmaya uğramıştır. Si_KT_PP için gerçekleşen termal bozunma 391,38 °C ile başlamış, 481,81 °C ile sonlanmıştır. Yapısının %69,75'i bozunmaya uğramıştır. St_KT_PP için gerçekleşen termal bozunma 369,42 °C ile başlamış, 483,79 °C ile sonlanmıştır. Yapısının %70,03'ü termal bozunmaya uğramıştır. Elde edilen bu sonuçlara göre saf ve yüzey modifikasyonlu kemik tozunun polipropilen matrise eklenmesi ile termal kararlılığın arttığı görülmektedir. KT_PP, Si_KT_PP ve St_KT_PP kompozit malzemelerinin termal bozunma sonuçları birbirine oldukça yakındır. Ancak KT_PP eğrisi incelendiğinde kütlece ~%2 oranında daha az bozunmanın meydana geldiği görülmektedir.



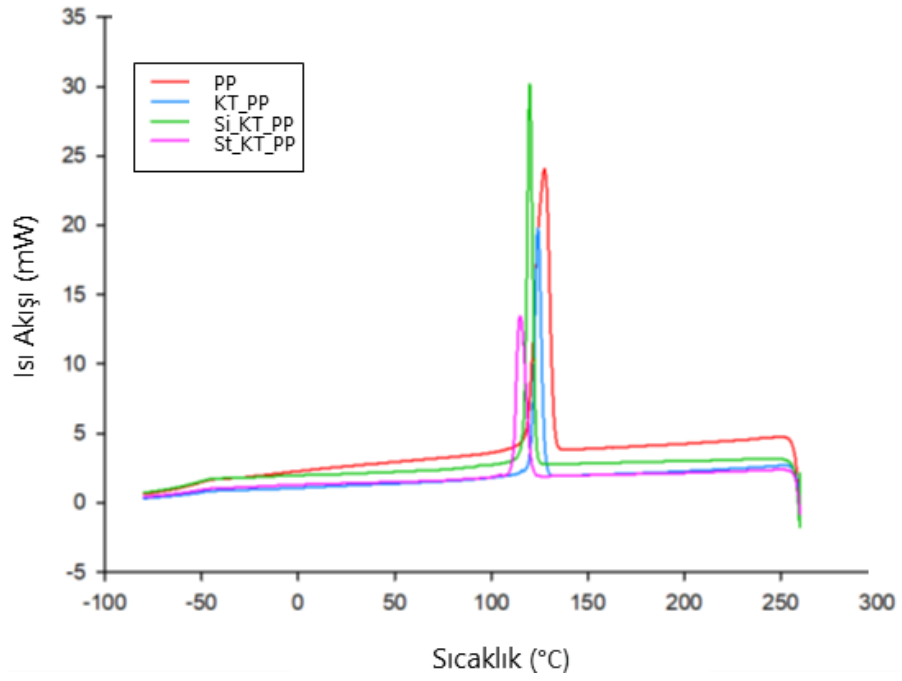
Şekil 5.12. Kompozit malzemelerin TGA eğrileri.

5.4.2. Kompozit Malzemelerin Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DTK) Analizi

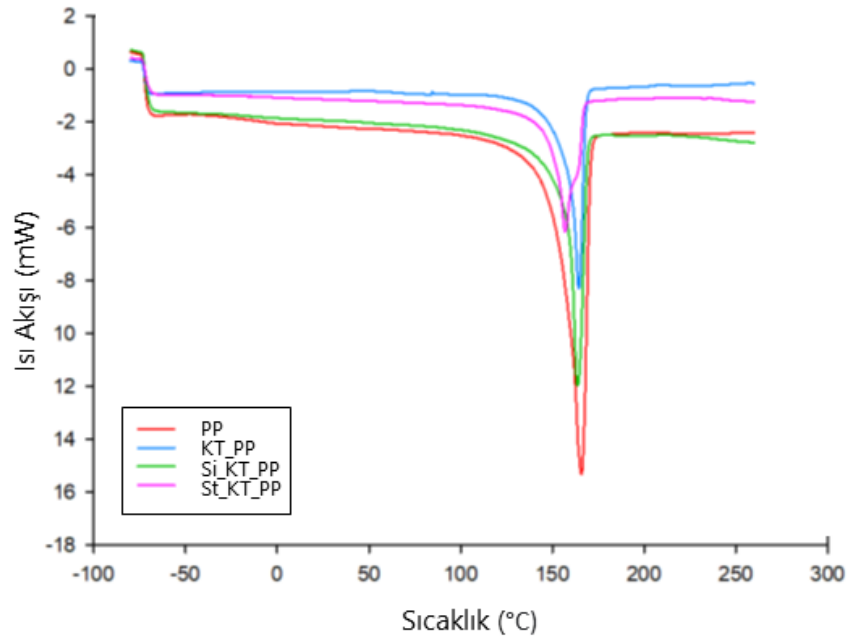
Camsı geçiş sıcaklıkları polimer malzemelerin işlenmesinde ve endüstriyel alanlarda kullanımında etkin rol oynamaktadır. Malzemelerin stabilitesini ve mukavemetini etkileyecek sıcaklık sınırlarını belirlemektedir. Polipropilen gibi yarı kristal polimerler camsı geçiş sıcaklığının üzerinde yumuşamaya başlamaktadır. Dolayısıyla camsı geçiş sıcaklığı malzemelerin sürünme, darbe ve yorulma davranışlarını oldukça etkilemektedir. PP ve kemik tozu takviyeli kompozitler, camsı geçiş sıcaklığı (T_g), kristalleşme sıcaklığı (T_c), erime sıcaklığı (T_m), kristalinite derecesi (X_c) ve erime entalpisinin (ΔH_m) belirlenmesi amacıyla 3 aşamalı DTK testine tabi tutulmuştur. Numuneler ilk aşamada -80°C 'den 260°C 'ye ısıtılmış, ikinci aşamada ise 260°C 'den -80°C 'ye soğutulularak kristalizasyon sıcaklığı elde edilmiştir. Üçüncü aşamada tekrar -80°C 'den 260°C 'ye ısıtılarak camsı geçiş ve erime sıcaklıkları elde edilmiştir. Elde edilen değerler Çizelge 5.5'de verilmiştir. Polipropilen matrisine kemik tozu takviyesi sonucunda elde edilen tüm kompozit malzemelerin camsı geçiş sıcaklarının arttığı

gözlemlenmiştir. Özellikle KT_PP ve Si_KT_PP kompozitlerinde polipropilenin camsı geçiş sıcaklığına kıyasla ciddi bir artış meydana gelmiştir. Ancak diğer kompozitlerle karşılaştırıldığında St_KT_PP kompozitinin camsı geçiş sıcaklığında hafif bir azalma olmuştur. Sert yapıdaki kemik tozu takviyelerinin matris içerisinde homojen bir şekilde dağılması ve polimer bağları ile etkileşimi sonucunda Tg sıcaklıkları artmıştır [31,58]. Dolayısıyla KT takviyesinin Tg sıcaklığını artırarak malzemenin sıcaklık etkisi altında yumuşama davranışını azalttığı söylenebilir. Silanlama işlemi sonucunda elde edilen Si_KT_PP kompoziti ile diğer kompozit malzemeler karşılaştırıldığında Si_KT_PP ile daha etkili bir sonuç edildiği görülmektedir. Bu durum silanlama işleminin malzemenin daha rijit bir yapı kazanmasına katkı sağladığını göstermektedir.

DTK analizine göre PP ve kompozit malzemelerin kristalleşme sıcaklıklarının birbirine yakın olduğu görülmektedir (Şekil 5.13). Ancak St_KT_PP kompozitinin sonucunda polipropilene kıyasla ~%6'luk bir düşüş yaşanmıştır. Genel olarak kompozit üretimiyle birlikte malzemenin kristalleşme davranışının azaldığı görülmüştür. Bu durum takviye edilen parçacıkların polimer bağları arasındaki etkileşimi zorlaştırması ile açıklanabilir [31]. PP, KT_PP ve Si_KT_PP numunelerinin erime sıcaklıklarında önemli bir değişiklik olmadığı gözlemlenmiştir (Şekil 5.14). PP'nin yaklaşık erime sıcaklığı 160 °C'dir [59] ve tüm kompozitlerin erime davranışları 165 °C civarında gerçekleşmiştir. Ancak St_KT_PP kompozitinin erime sıcaklığında PP'ye kıyasla ~%4'lük bir azalma meydana gelmiştir. Erime entalpisi değerleri incelendiğinde kemik tozu takviyesi sonrasında malzemenin erime entalpisinde azalma meydana geldiği görülmüştür. Entalpinin azalması, erime için gereken enerjinin azalması anlamına gelmektedir. Bunun nedeni dolgu maddesi ilavesi ile toplam matristeki polipropilen miktarının azalmasıdır. Ancak silanlama işlemi sonrasında erime için gereken enerji miktarının arttığı gözlemlenmiştir. Bu durum silanlama işleminin kompozitin ısı direncini arttırdığı şeklinde yorumlanabilir.



Şekil 5.13. DTK analizi sonucu elde edilen kristalleşme sıcaklıkları.



Şekil 5.14. DTK analizi sonucu elde edilen erime sıcaklıkları.

Numunelerin kristalinite dereceleri Eşitlik 4.1'e göre hesaplanmıştır. Denklemden, ΔH_m numunelerin erime entalpisini, ΔH°_m ise %100 kristalin PP'nin erime entalpisini temsil etmektedir. Kristalinite derecesi hesaplanırken %100 kristalin PP'nin erime entalpisini 209 J/g olarak alınmıştır [60]. Hesaplama sonucunda PP malzemenin

kristalinite derecesinin %56,44 olduğu bulunmuştur. Kemik tozu takviyesi sonrası elde edilen numunelerin kristalinite derecelerinde ~%20 oranında azalma meydana gelmiştir. Ancak KT_PP kompoziti ile karşılaştırıldığında kristalinite değeri silanlama işlemi sonrası artmış, stearik asit ile yüzey modifikasyonu sonrasında ise azalmıştır. Bu durum stearik asitin kimyasal zincirinin uzun yapısından ve çift bağ içeren moleküllerin varlığından kaynaklanmış olabilir. Kristalleşme sırasında kısa ve özdeş grupların varlığı kristalleşmeyi artırmaktadır. Dolayısıyla moleküller arasındaki çift bağlar, yeni etkileşimlerin kurulmasını zorlaştırmakta ve kristalleşme davranışını azaltmaktadır.

$$Xc (\%) = \frac{\Delta H_m}{\Delta H^{\circ m}} \quad (4.1)$$

Çizelge 5.5. PP ve kompozit malzemelerin DTK analiz sonuçları.

Malzemeler	Tg (°C)	Tc (°C)	Tm (°C)	ΔH_m (J/g)	Xc (%)
PP	-27,42	126,01	165,83	117,96	56,44
KT_PP	-5,27	124,64	164,33	75,77	36,25
Si_KT_PP	-2,87	124,18	163,67	81,90	39,18
St_KT_PP	-10,69	118,94	157,95	69,27	33,14

5.5. TRİBOLOJİK PERFORMANS DENEYLERİ

5.5.1. Ball-on-disk Aşınma Deneyleri

Saf kemik tozu takviyesinin yanısıra iki farklı yöntemle yüzeyi modifiye edilmiş kemik tozu takviyesinin, malzemenin aşınma dayanımı üzerindeki etkisini araştırmak üzere ball-on-disk aşınma deneyleri gerçekleştirilmiştir. Bu doğrultuda 4 farklı malzeme (PP, KT_PP, Si_KT_PP ve St_KT_PP), 2 seviyeli yük (10 N ve 20 N), 2 seviyeli hız (750 mm/sn ve 1500 mm/sn) koşullarında aşınma deneyleri gerçekleştirilmiştir. Deneyler sonucunda elde edilen sürtünme katsayısı ve ağırlık kaybı verileri Çizelge 5.6'da verilmiştir.

Çizelge 5.6. Aşınma deney sonuçları.

Malzeme	Yük (N)	Hız (mm/sn)	Sürtünme Katsayısı (μ)	Ağırlık Kaybı (g)
PP	10	1500	0,349	0,0177
PP	20	750	0,339	0,0179
PP	10	750	0,348	0,0171
PP	20	1500	0,317	0,0191
KT_PP	10	1500	0,254	0,0054
KT_PP	10	750	0,271	0,0075
KT_PP	20	1500	0,243	0,0148
KT_PP	20	750	0,271	0,016
Si_KT_PP	10	750	0,203	0,0025
Si_KT_PP	20	750	0,201	0,0042
Si_KT_PP	20	1500	0,217	0,0098
Si_KT_PP	10	1500	0,243	0,0081
St_KT_PP	10	1500	0,259	0,0027
St_KT_PP	20	750	0,236	0,0045
St_KT_PP	20	1500	0,213	0,0126
St_KT_PP	10	750	0,276	0,0061

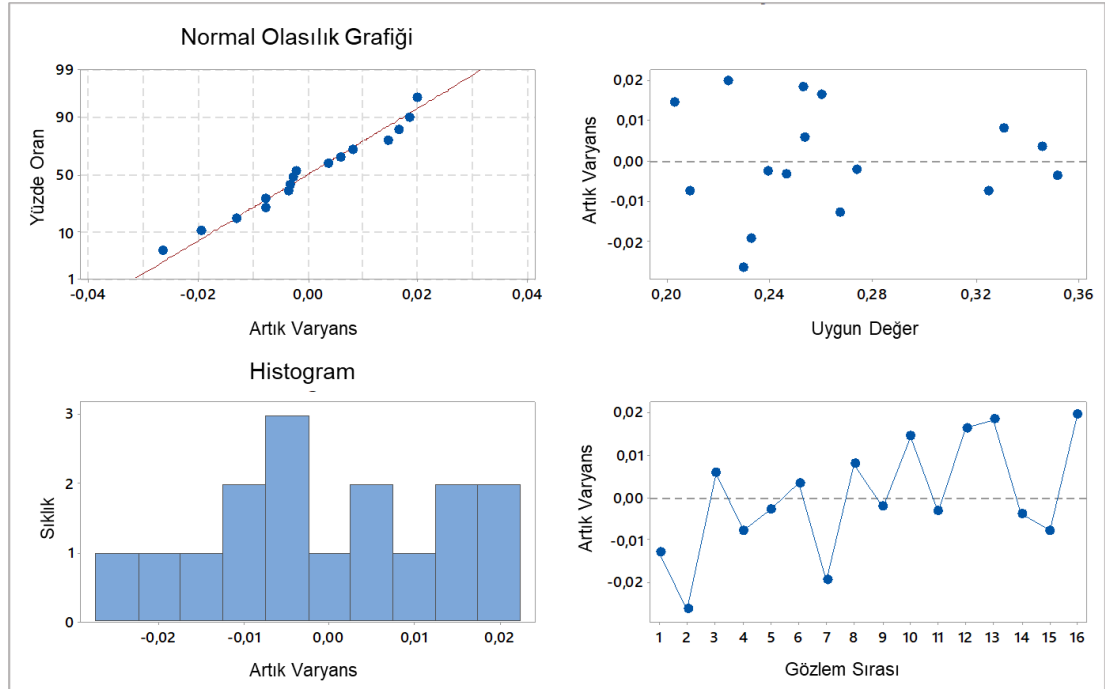
5.5.1.1. Sürtünme Katsayısı Sonuçları

Deney sonuçlarına göre sürtünme katsayısı için elde edilen varyans ve regresyon analizi verileri Çizelge 5.7’de verilmiştir. R-Sq ve R-Sq (Adj) değerleri %92,66 ve %88,99 çıkmıştır. Bu değerler seçilen deney parametrelerinin ve seviyelerinin anlamlı olduğu göstermektedir. Etki yüzdeleri incelendiğinde en etkili parametrenin %87,61 oranında malzeme olduğu görülmektedir. Bu deney modelinde saf ve takviyeli polimerlerin aşınma davranışının beraber inceleniyor olması malzeme parametre etkisinin yüksek çıkmasına sebep olmuştur. Polimerin kemik tozu ile takviye edilmesi sayesinde malzemenin sertlik ve rijitliğinin yanısıra aşınma direnci de dikkate değer bir şekilde artış göstermiştir. Diğer parametreler incelendiğinde %4,62 oranında yük parametresi, %0,41 oranında ise hız parametresi etkili bulunmuştur. p değerleri incelendiğinde malzeme ve yük parametrelerinin 0,05 değerinden küçük olması, sürtünme katsayısı üzerinde istatistiksel olarak etkili olduklarını ifade etmektedir. Hız parametresi ise sürtünme katsayısı üzerinde anlamlı bir etki göstermemiştir. Aşınma mekanizması, malzemeler arasında meydana gelen sürtünme sonucunda oluşmaktadır. Sürtünme kuvvetinin artışı yük miktarı ile doğru orantılı olarak gerçekleşmektedir. Dolayısıyla hız parametresinin aşınma ile olan ilişkisi yük parametresine kıyasla daha düşüktür [61].

Çizelge 5.7. Sürtünme katsayısı için varyans analiz sonuçları.

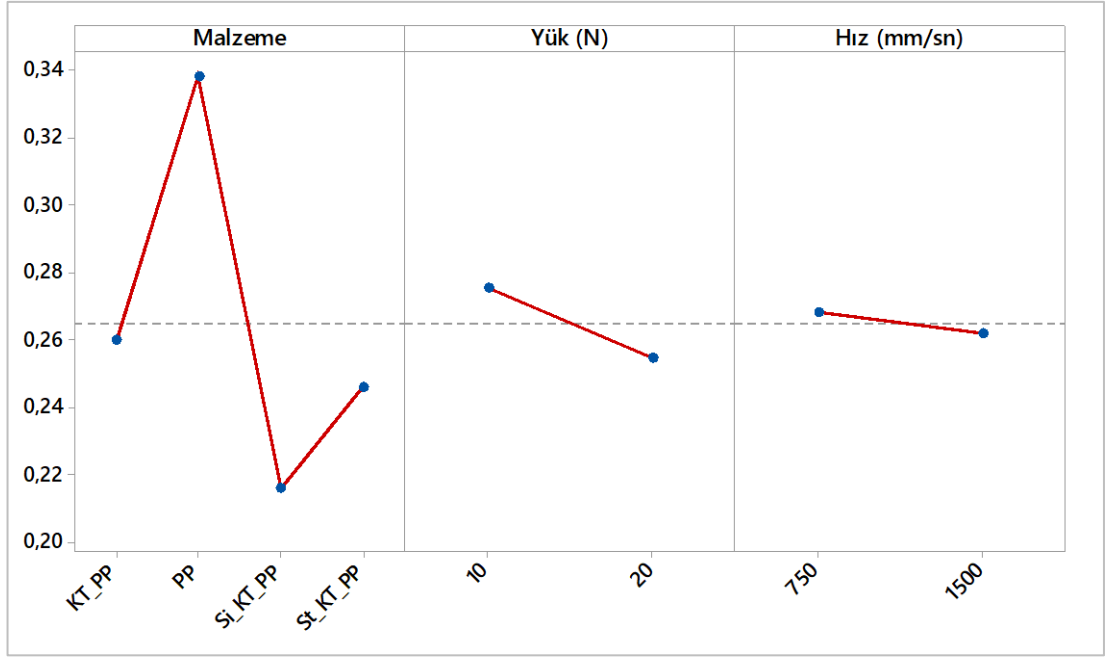
Parametre	Serbestlik Derecesi (DF)	Kareler Toplamı (Adj SS)	Kareler Ortalaması (Adj MS)	F-Değeri	P-Değeri	% Etki
Malzeme	3	0,032620	0,010873	39,79	0,000	87,61
Yük (N)	1	0,001722	0,001722	6,30	0,031	4,62
Hız (mm/sn)	1	0,000156	0,000156	0,57	0,467	0,41
Hata	10	0,002733	0,000273			
Toplam	15	0,037232				100
R-sq	%92,66		R-sq(adj)	%88,99		

Sürtünme katsayısı için elde edilen regresyon eğrileri Şekil 5.15’de verilmiştir. Normal olasılık eğrisi incelendiğinde verilerin regresyon doğrusu üzerinde yoğunlaştığı görülmektedir. Histogram çubuklarının normal dağılım eğrisine yaklaşması, artık verilerin (<0.02) ise minimum değerlerde elde edilmesi deney sonuçlarının uyumluluğunu göstermesi açısından önem taşımaktadır. Elde edilen bu eğriler deney tasarımının ve elde edilen sonuçların güvenilirliğini göstermektedir.



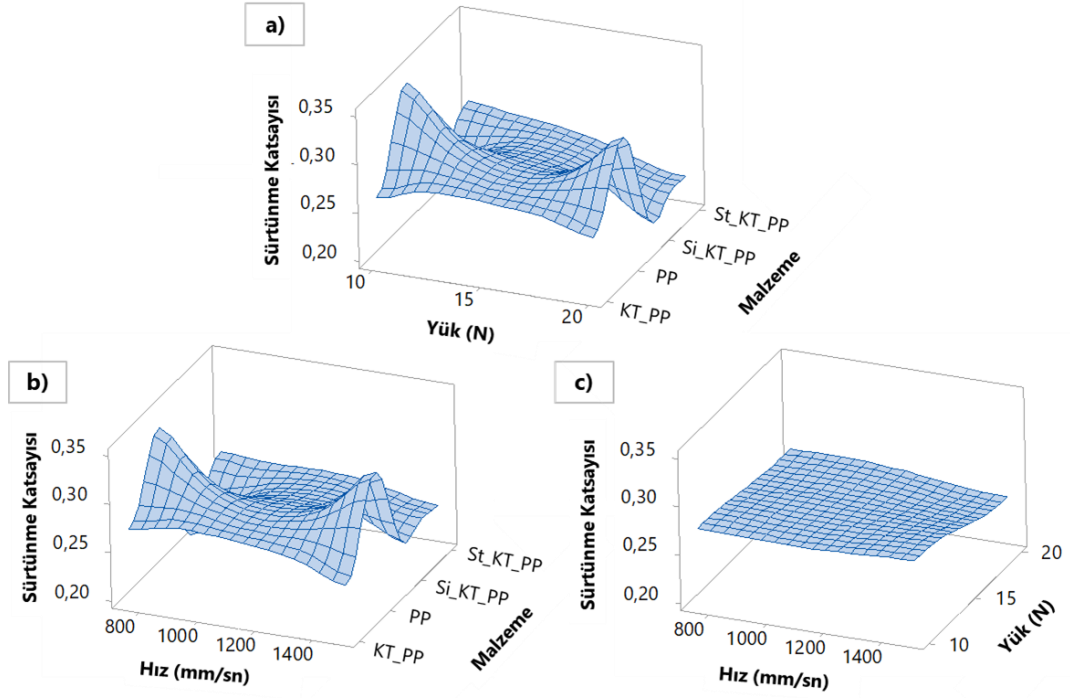
Şekil 5.15. Sürtünme katsayısı için elde edilen regresyon eğrileri.

Aşınma deneylerinde PP, KT_PP, Si_KT_PP ve St_KT_PP olmak üzere 4 farklı malzeme belirlenmiştir. Sürtünme katsayısının minimizasyonu açısından en etkili malzeme Si_KT_PP kompoziti çıkmıştır (Şekil 5.16). Daha sonra etki oranı St_KT_PP, KT_PP ve PP olarak sıralanmaktadır. Bu sıralamaya göre kemik tozu takviyesinin polimer malzemenin aşınma davranışı üzerinde olumlu bir etkiye sahip olduğu anlaşılmaktadır. Sürtünen yüzeyler arasında sıcaklık artışı kaçınılmaz bir durumdur. Polimer malzemeler metallere aksine sıcaklık artışından çok hızlı etkilenir. KT takviyesi sayesinde malzemenin aşınma direncinin artması camı geçiş sıcaklığının (T_g) artışı ile ilişkilendirilebilir [62]. Ayrıca kemik tozuna uygulanan yüzey modifikasyon işleminin saf kemik tozuna oranla daha iyi sonuç vermesi yapılan yüzey modifikasyon işleminin etkisini ortaya koymaktadır. Yüzey modifikasyon yöntemleri kendi içinde incelendiğinde silanlama işleminin aşınma davranışı üzerinde daha iyi sonuç verdiği görülmüştür. Silanlama işlemi, matris-takviye fazları arasındaki bağ kuvvetini arttırarak malzemenin aşınmaya karşı daha dirençli olmasını sağlamıştır. Elde edilen bu sonuçlar çekme ve sertlik deneyleri sonuçları ile uyumluluk göstermektedir. Morfolojik analizler sonucunda yüzey modifikasyon işleminin malzeme içerisinde topaklanma ve boşluk oluşumunu engellediği görülmüştü. Bu durum dengesiz yük dağılımını engelleyerek malzemenin mekanik yüklere karşı davranışının gelişmesine sebep olmuştur. Yük parametresi incelendiğinde 20 N'luk yükün, hız parametresi incelendiğinde ise 1500 mm/sn'lik hızın sürtünme katsayısı üzerinde daha iyi sonuç verdiği görülmektedir.



Şekil 5.16. Sürtünme katsayısı için elde edilen faktör etkisi grafikleri.

Sürtünme katsayısı için elde edilen 3 boyutlu etkileşim grafikleri Şekil 5.17’de verilmiştir. Şekil 5.17a ve b incelendiğinde malzeme parametresinin yük ve hız parametrelerine bağlı olarak benzer davranış gösterdiği görülmektedir. En yüksek sürtünme katsayısı değerinin PP malzemesi sonucunda elde edildiği, en düşük sürtünme katsayısı değerinin ise Si_KT_PP malzemesi ile elde edildiği görülmektedir. Takviyeli kompozitlerin eğrileri incelendiğinde yük ve hız değişimine bağlı olarak daha kararlı bir aşınma davranışı sergiledikleri gözlemlenmiştir. Bunun sebebi olarak kemik tozu takviyesinin malzemenin aşınma ve ısıl direncini artırması gösterilebilir. Şekil 5.17c incelendiğinde yük parametresinin artışı ile sürtünme katsayısında hafif bir düşüşün yaşandığı görülmektedir. Hız parametresinin değişimi incelendiğinde sürtünme katsayısı üzerinde anlamlı bir etkiye sahip olmadığı bu grafiklerde de görülmektedir. ANOVA testinde hız parametresine ait p değerinin 0,05’ten büyük çıkması bu durumun bir göstergesidir.



Şekil 5.17. Sürtünme katsayısı için elde edilen 3 boyutlu etkileşim grafikleri.

5.5.1.2. Ağırlık Kaybı Sonuçları

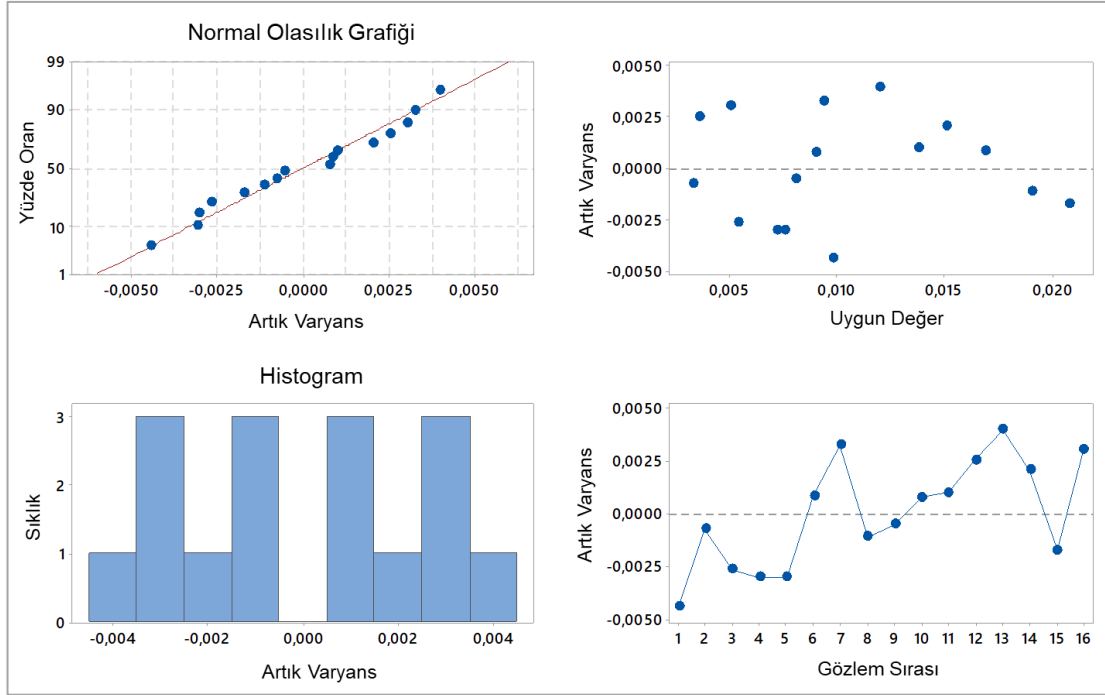
Deney sonuçlarına göre ağırlık kaybı için elde edilen varyans ve regresyon analizi verileri Çizelge 5.8 'de verilmiştir. R-Sq ve R-Sq (Adj) değerleri %81,60 ve %72,40 çıkmıştır. Bu değerler seçilen deney parametrelerinin ve seviyelerinin anlamlı (R-Sq > %70) olduğu göstermektedir. Etki yüzdeleri incelendiğinde en etkili parametrenin %67,47 oranında malzeme olduğu görülmektedir. Ağırlık kaybı sonuçları da sürtünme katsayısı sonuçları ile paralellik göstermiştir. Malzemelerin sahip olduğu aşınma dirençleri arasında fark, ağırlık kaybı üzerindeki etki oranının yüksek çıkmasına sebep olmuştur. KT takviyesi malzemenin sertlik ve aşınma direncinin yanısıra ısıl direncini de arttırmıştır. Aşınma esnasında meydana gelen sıcaklık artışı mikro kaynak oluşumunu tetikler ve bu durum ağırlık kaybını maksimum seviyeye çıkarır. Dolayısıyla malzemenin ısıl direncinin yükselmiş olması ağırlık kaybı üzerinde etkili rol oynar. Ağırlık kaybı üzerinde yük parametresinin etki oranı %11,71 iken hız parametresinin etki oranı %2,41 olarak bulunmuştur. P değerleri incelendiğinde ağırlık kaybı üzerinde malzeme ve yük parametrelerinin anlamlı (p değeri < 0,05) sonuç

verdiği görülmektedir. Yük parametresi sürtünme kuvvetini doğrudan etkilediği için aşınma üzerinde hız parametresine oranla daha etkili sonuç vermesi beklenen bir durumdur.

Çizelge 5.8. Ağırlık kaybı için elde edilen varyans analiz sonuçları.

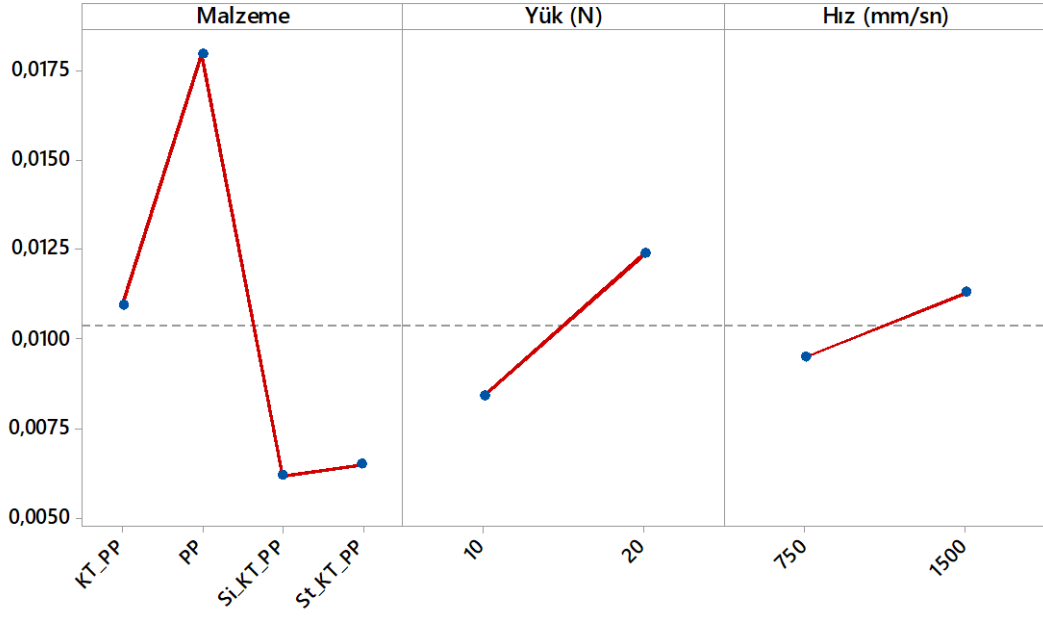
Parametre	Serbestlik Derecesi (DF)	Kareler Toplamı (Adj SS)	Kareler Ortalaması (Adj MS)	F-Değeri	P-Değeri	% Etki
Malzeme	3	0,000363	0,000121	12,22	0,001	67,47
Yük (N)	1	0,000063	0,000063	6,38	0,030	11,71
Hız (mm/sn)	1	0,000013	0,000013	1,31	0,279	2,41
Hata	10	0,000099	0,000010			
Toplam	15	0,000538				100
R-sq	%81,60		R-sq(adj)	%72,40		

Ağırlık kaybı için elde edilen regresyon eğrileri Şekil 5.18’de verilmiştir. Normal olasılık eğrisi incelendiğinde verilerin regresyon doğrusu üzerinde yoğunlaştığı görülmektedir. Bu deneylerde de histogram çubuklarının normal dağılım eğrisine yaklaşması ve artık verilerin minimum değerlerde elde edilmesi deney sonuçlarının uyumluluğunu göstermesi açısından önem taşımaktadır. Elde edilen bu eğriler deney tasarımının ve elde edilen sonuçların güvenilirliğini göstermektedir.



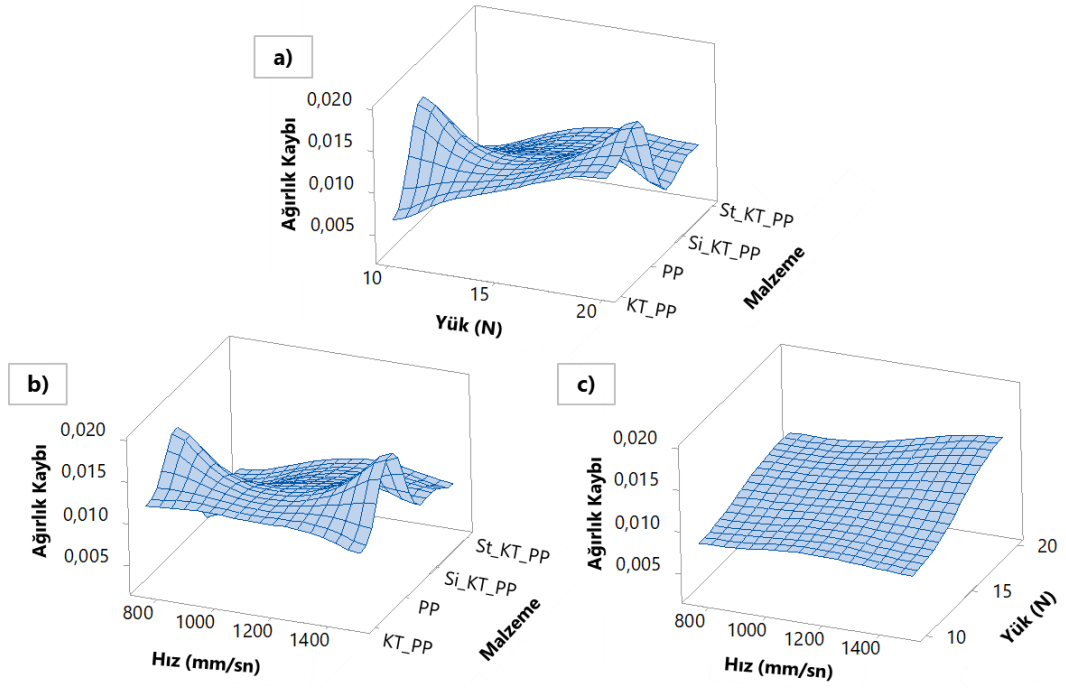
Şekil 5.18. Ağırlık kaybı için elde edilen regresyon eğrileri.

Ağırlık kaybı minimizasyonu için faktörlerin etki grafikleri Şekil 5.19’da verilmiştir. Sürtünme katsayısı sonuçlarında olduğu gibi en düşük sürtünme katsayısı sonuçlarını sağlayan malzeme Si_KT_PP kompoziti olmuştur. Sıralamayı St_KT_PP, KT_PP ve PP malzemesi takip etmektedir. Silanlama ile yüzey modifikasyon işlemi hem sürtünme katsayısı hem de ağırlık kaybı sonuçları bakımından en uygun işlem olarak bulunmuştur. Silanlama işlemi uygulanmış kemik tozunun takviye olarak kullanılması polipropilen malzemesinin aşınma direncini oldukça arttırmıştır. Yük ve hız parametreleri incelendiğinde düşük yük ve düşük hız en iyi sonucu vermiştir. Bu sonuç ağırlık kaybının minimizasyonu açısından beklenen bir durumdur.



Şekil 5.19. Ağırlık kaybı için elde edilen faktör etkisi grafikleri.

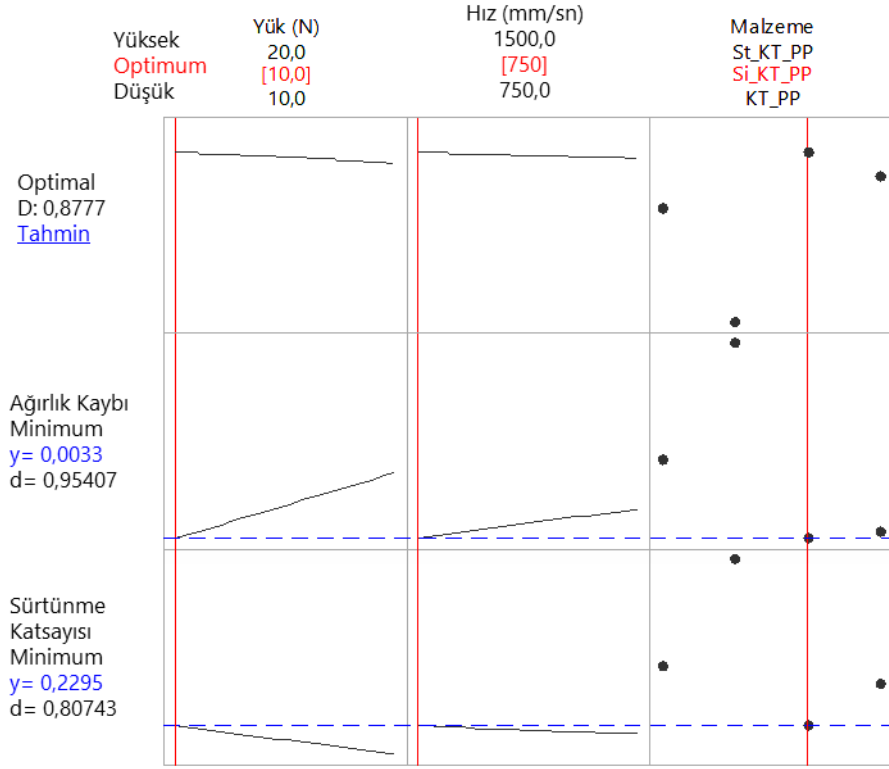
Ağırlık kaybı için elde edilen 3 boyutlu etkileşim grafikleri Şekil 5.20’de verilmiştir. Şekil 5.20a incelendiğinde malzemelerin ağırlık kaybının yük artışına bağlı olarak arttığı görülmektedir. Sürtünme katsayısı sonuçlarında olduğu gibi PP malzemesi kompozitlere oranla kararsız bir aşınma davranışı göstermiştir. Kompozitlerde ise aşınma davranışı yük ve hıza bağlı olarak daha kararlı bir şekilde değişim göstermiştir. Bu durumda kemik tozu takviyesinin malzemede kararlı davranış gösterme kabiliyetini arttığı söylenebilir. Yükün etkisi incelendiğinde, kompozitlerde yüke bağlı olarak ağırlık kaybı sonuçlarının da arttığı görülmektedir. Yük arttıkça malzemede gerilme artışı meydana gelmekte ve bu durum malzeme kaybını arttırmaktadır. Şekil 5.20b ve c bu durumu doğrular niteliktedir. Hız parametresinin değişimi ağırlık kaybı sonuçlarında anlamlı bir etki göstermemiştir. ANOVA testinde hız parametresine ait p değerinin 0,05’ten büyük çıkması bu durumun bir göstergesidir.



Şekil 5.20. Ağırlık kaybı için elde edilen 3 boyutlu etkileşim grafikleri.

5.5.1.3. Optimizasyon

Aşınma deneyleri sonucunda elde edilen sürtünme katsayısı ve ağırlık kaybı verileri regresyon analizine göre optimize edilmiştir. Elde edilen optimizasyon sonucu Şekil 5.21’ de verilmiştir. Optimizasyon sonucuna göre optimum yük parametresi 10 N, optimum hız parametresi 750 mm/sn, optimum malzeme ise Si_KT_PP çıkmıştır. Optimum aşınma koşulları sonucunda elde edilen ağırlık kaybı miktarı 0,0033 g, sürtünme katsayısı ise 0,2295 μ olarak çıkmıştır. Malzemeye etki eden yük miktarının artması sürtünme kuvvetini, dolayısıyla sürtünme katsayısını artırır. Artan plastik deformasyon sonucu malzemenin yüzeyi bozulur ve kütle kaybı meydana gelir. Yüksek aşınma hızlarında ise sıcaklığın artması kompozit malzemenin bağ yapısını ve homojenliğini bozar, mikro kaynak oluşumunu meydana getirerek malzemeden büyük parçaların ayrılmasına sebep olur. Bu durum da ağırlık kaybını artırır. Dolayısıyla optimizasyondan elde edilen veriler tutarlıdır.



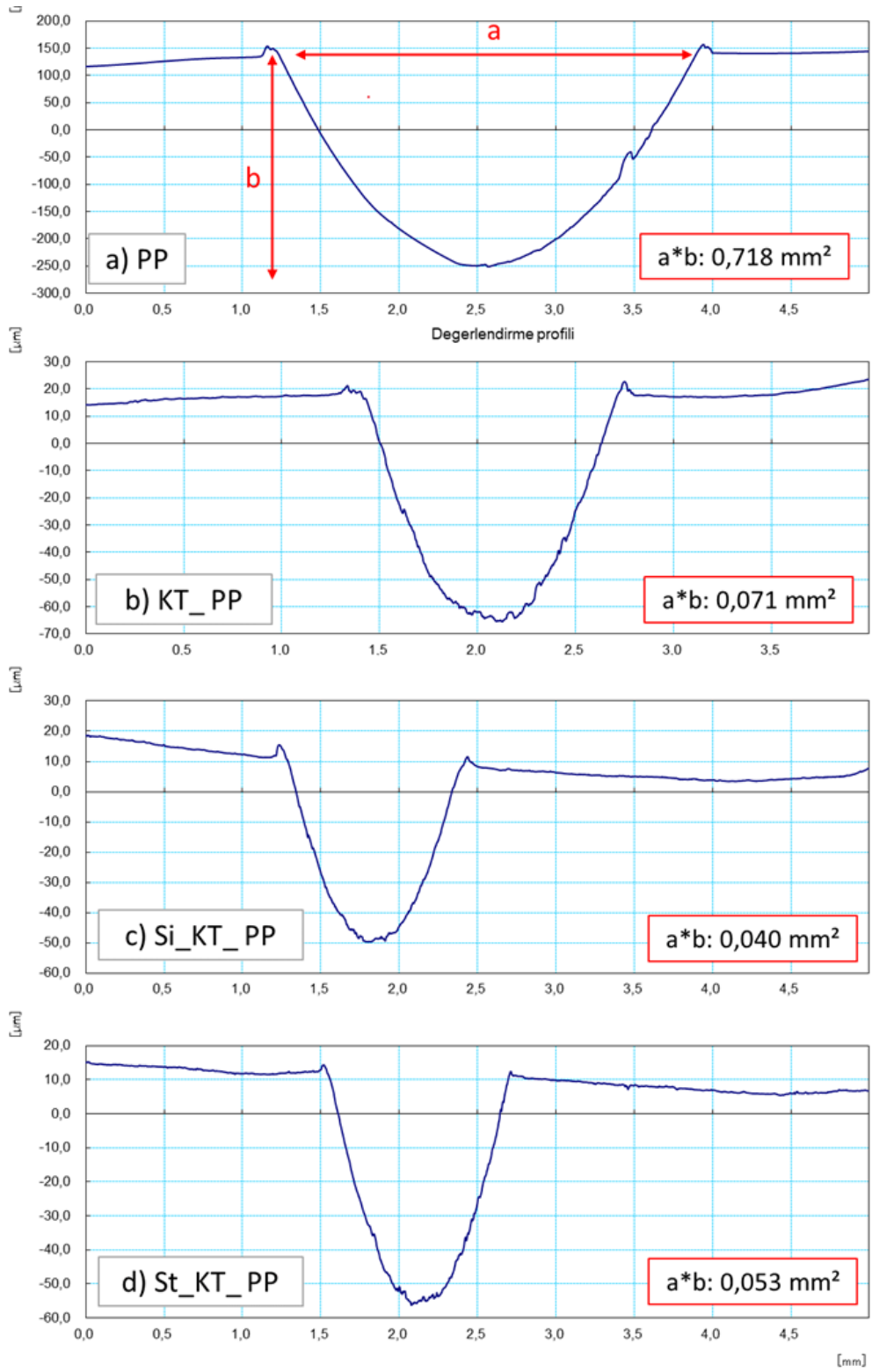
Şekil 5.21. Optimizasyon sonuçları.

5.5.2. Aşınma Yüzeylerinin Morfolojik Analizi

5.5.2.1. İki Boyutlu (2D) Yüzey Profili

Saf PP ve kemik tozu takviyeli kompozit numunelerinin aşınma izleri 2D profilometre ile görselleştirilmiştir (Şekil 5.22). Görüntüler regresyon analizinin optimizasyonu sonucu ortaya çıkan optimum aşınma koşullarında (10 N, 750 mm/sn) elde edilen aşınma izlerine aittir. Aşındırıcı ucun penetrasyon derinliği incelendiğinde, PP malzemesine ait profilin $0,718 \text{ mm}^2$, KT_PP kompozitine ait profilin $0,071 \text{ mm}^2$, Si_KT_PP kompozitine ait profilin $0,040 \text{ mm}^2$, St_KT_PP kompozitine ait profilin ise $0,053 \text{ mm}^2$ olduğu görülmektedir. Buna göre aşındırıcı ucun PP malzemesinin içine geniş ve derin bir alanda nüfuz ettiği anlaşılmaktadır (Şekil 5.22a). Meydana gelen malzeme kaybı diğer numunelere kıyasla oldukça fazladır. Bunun sebebi olarak malzemenin yumuşak oluşu, aşınmaya ve ısınmaya karşı direncinin düşük oluşu gösterilebilir. Kompozit numuneler incelendiğinde ise aşınma izlerinin yaklaşık olarak birbirine benzer yapıda olduğu, aşındırıcı ucun malzeme yüzeyine sığ bir alanda nüfuz

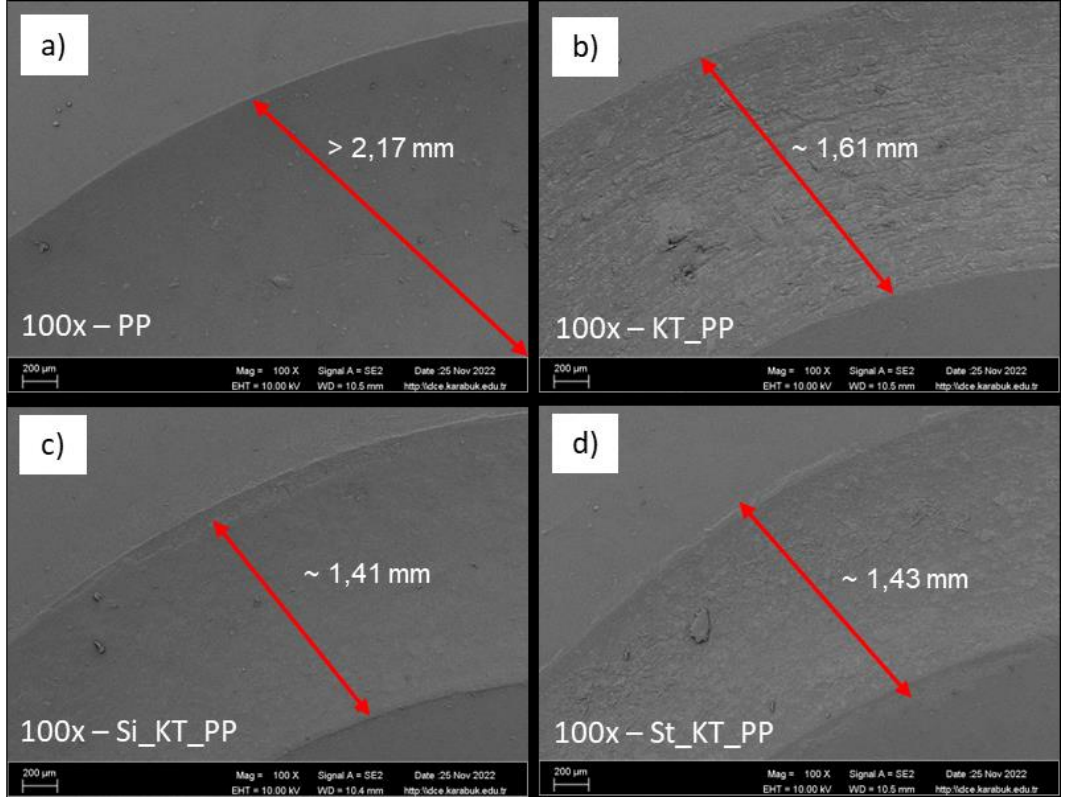
ettiği görülmektedir. KT_PP kompozitine ait profil incelendiğinde aşınma izinin daha pürüzlü bir yapıya sahip olduğu gözlemlenmiştir (Şekil 5.22b). Kemik tozu partiküllerinin matris içerisinde yeterli seviyede tutunamaması aşınmayı tetikleyici şekilde davranmalarına sebep olmuştur. Aşınma başlangıcında kararlı yapıdaki partiküller aşınma direncini arttırmış, aşındırıcı ucun malzeme yüzeyinde ilerlemesini zorlaştırmıştır. Ancak sürtünme eyleminin devam etmesi sonucunda kararlı yapıları bozulan takviye taneleri abrasiv aşındırıcı gibi davranarak malzeme yüzeyini bozmuşlardır. Si_KT_PP kompozitine ait aşınma izi incelendiğinde aşınmanın sığ ve dar bir alanda gerçekleştiği görülmektedir (Şekil 5.22c). Aynı şekilde St_KT_PP kompozitinde de benzer bir durum söz konusudur (Şekil 5.22d). Yüzey modifikasyon işlemleri sonucunda takviye ve matris arasındaki mukavemet artmış, partiküllerin kararlılığı sürtünme rejimi boyunca devam etmiştir. Sonuç olarak yüzeyi modifiye edilmiş takviye taneleri yerinden ayrılmayarak malzemenin aşınma direncini net bir şekilde arttırmıştır.



Şekil 5.22. Aşınma izlerinin 2D görüntüsü; a) PP, b) KT_PP, c) Si_KT_PP, d) St_KT_PP.

5.5.2.2. Aşınma İzlerinin SEM Analizi

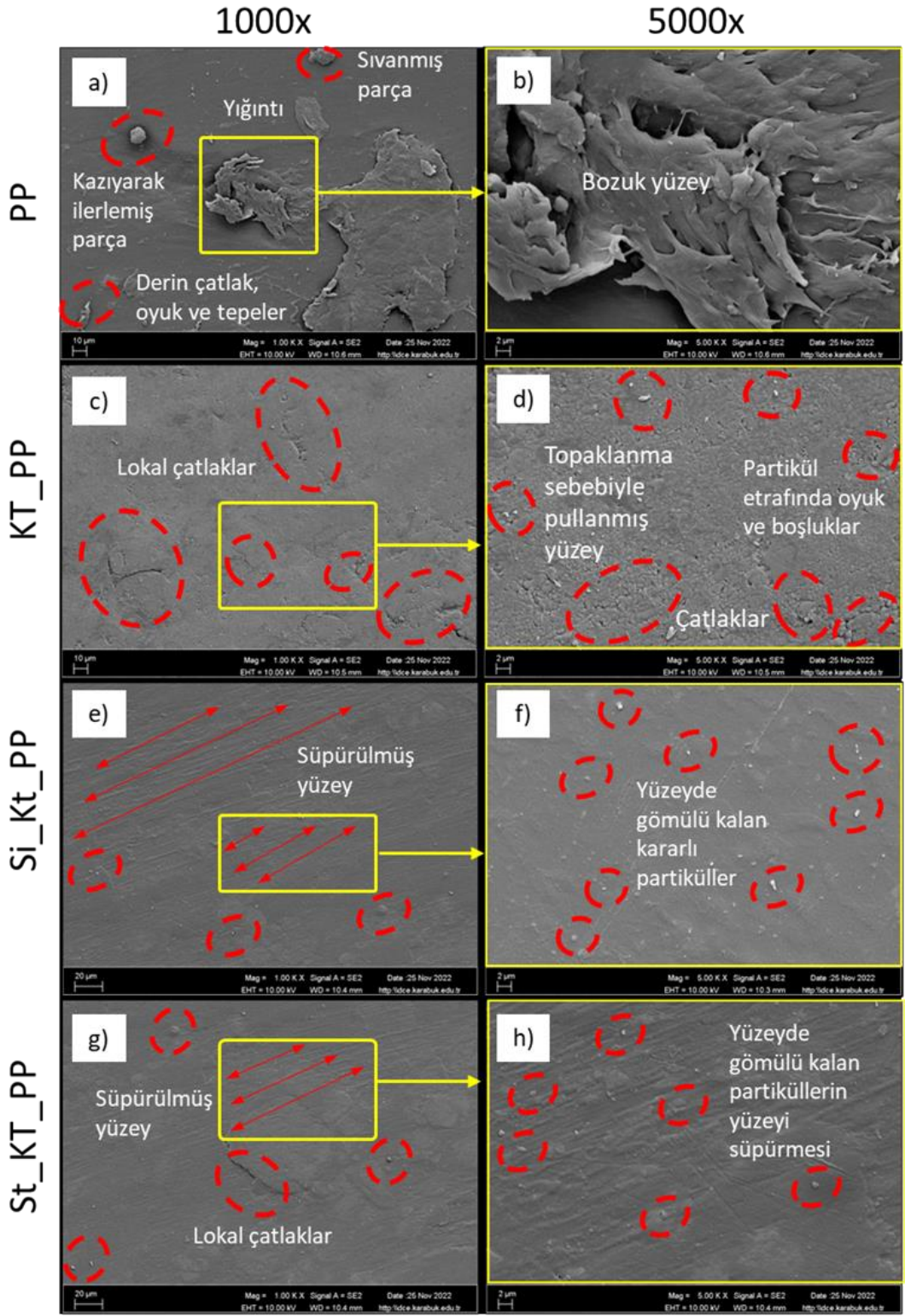
Aşınma izlerini makro boyutta değerlendirmek üzere 100x yakınlaştırma oranında SEM görüntüleri elde edilmiştir (Şekil 5.23). PP malzemesine ait aşınma izinin tamamının görüntüye sığmamış olması 2,17 mm'den daha büyük bir değere sahip olduğunu göstermektedir (Şekil 5.23a). Bu da aşındırıcı ucun malzeme içerisinde geniş bir alanda nüfuz ettiğini göstermektedir. KT_PP kompozitine ait aşınma izi PP malzemesine oranla daha dar bir alanı kapsamaktadır (Şekil 5.23b). Makro boyutta incelenmesine rağmen yüzey yapısının diğer kompozitlere oranla daha pürüzlü olduğu görülmektedir. Bu durumun sebebi olarak takviye partiküllerinin matrise yeterli seviyede bağlanamaması ve aşınma esnasında yerlerden çıkma eğilime sahip olmaları gösterilebilir. Aşınma direnci PP malzemesine oranla artmıştır, bu da aşındırıcı ucun malzeme yüzeyinde daha zor ilerlemesi ile sonuçlanmıştır. Ancak malzeme yüzeyi bakımından pürüzlü bir sonuç ortaya çıkmıştır. Si_KT_PP kompozitine ait aşınma izi incelendiğinde yüzey yapısının daha düzgün ve aşınma izinin daha dar bir alanı kapsadığı görülmektedir (Şekil 5.23c). Silanlama işlemi kompozit malzemenin plastik deformasyon eşliğini yükseltmiş, partiküllerin yerinden ayrılmasını engelleyerek aşınma dayanımını oldukça arttırmıştır. St_KT_PP kompozitine ait aşınma izinin genişliği yaklaşık olarak Si_KT_PP kompoziti ile benzerlik göstermekte ancak yüzey yapısı bir miktar daha pürüzlü gözükmektedir (Şekil 5.23d). Elde edilen makro görüntüler 2D yüzey profili görüntülerini destekler niteliktedir. Bu durumda silanlama işleminin malzemenin aşınma direnci üzerinde daha etkili bir yüzey modifikasyon yöntemi olduğu anlaşılmaktadır. Ancak aşınma mekanizmalarının daha net anlaşılabilmesi için numunelerin daha detaylı incelenmeleri gerekmektedir. Bu sebeple numunelerin aşınma yüzeyleri 1000x ve 5000x yakınlaştırma oranında görüntülenmiştir (Şekil 5.24).



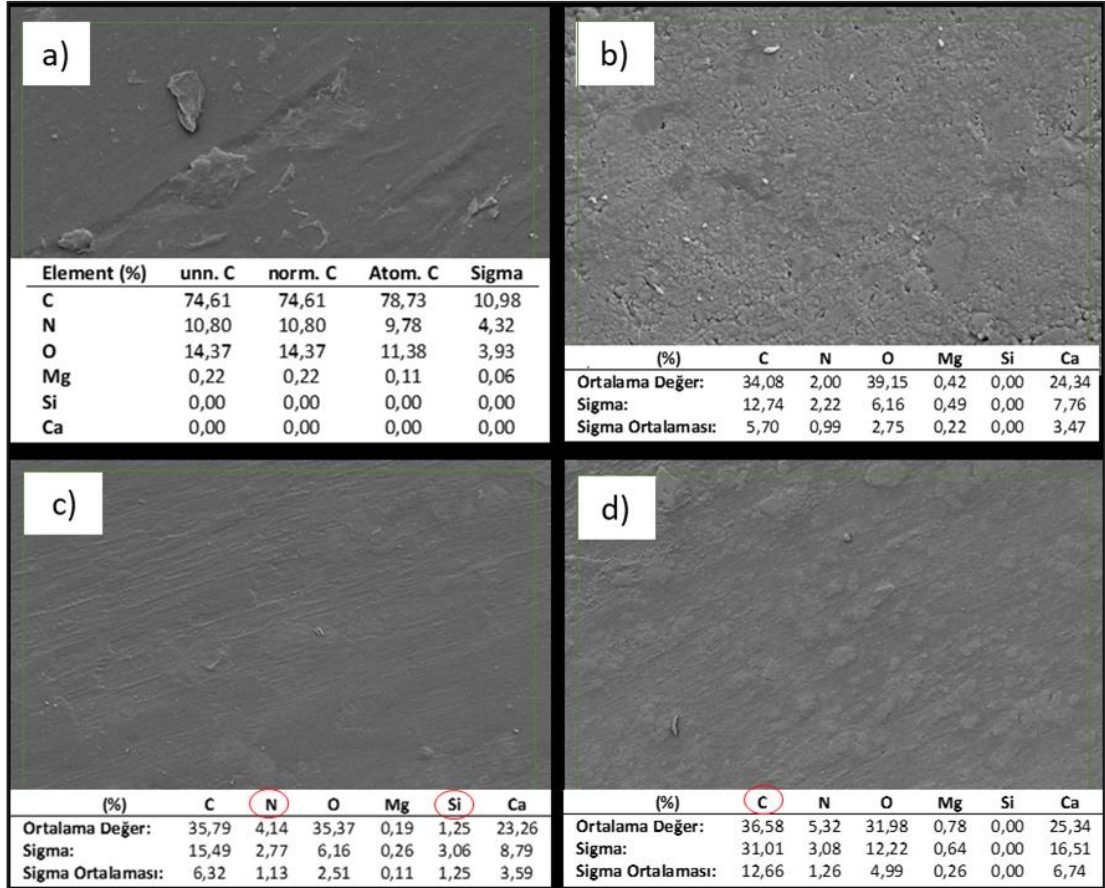
Şekil 5.23. Aşınma izlerinin makro boyutta SEM görüntüleri; a) PP, b) KT_PP, c) Si_KT_PP, d) St_KT_PP.

1000x ve 5000x yakınlaştırma oranında PP malzemesine ait görüntüler incelendiğinde aşınma esnasında sıcaklığın artması ile malzeme yüzeyinde mikro kaynak sonucu yüzey bozukluklarının meydana geldiği görülmektedir. Sıcaklığın artması ile malzeme yüzeyinde kopan parçalar malzeme yüzeyini kazıyarak ilerlemiştir. Bunun sonucunda derin oyuklar ve büyük yığıntılar meydana gelmiştir. Bu parçaların yüzey yapılarının oldukça bozuk olduğu görülmektedir (Şekil 5.24a ve b). KT_PP kompozitine ait yüzey incelendiğinde bazı bölgelerde lokal çatlakların bulunduğu görülmektedir. Bu çatlakları meydana getiren şeyin topaklanan partiküller olduğu düşünülmektedir. Topaklanma sonucunda, matris malzemesi takviye partiküllerini yeterli seviyede ıslatamamış ve aradaki bağ kuvvetinin azalmasına sebep olmuştur. Bağ yapısının azaldığı yerlerde çatlaklar meydana gelmiştir (Şekil 5.24c) 5000x yakınlaştırma oranı ile elde edilen yüzeye bakıldığında yüzeyin pullu ve gözenekli bir görünüme sahip olduğu görülmektedir (Şekil 5.24d). Bu görüntüler partiküllerin birbiri içerisinde birleşip matris etrafında homojen bir şekilde dağılamadığının kanıtı niteliğindedir. Matristen ayrılmış ve oyuk oluşumuna sebep olmuş partiküller de aynı şekilde dikkat

çekmektedir. Si_KT_PP kompozitine ait görüntüler incelendiğinde yüzeyde gömülü kalan partiküller dikkat çekmektedir (Şekil 5.24e ve f). Bu partiküller yüzeyde süpürme etkisi oluşturmuşlardır. Bu durum yerinden ayrılmayan partiküllerin matrise iyi tutunduğunu ve aşınmaya karşı direnç gösterdiğini ispatlamaktadır. St_KT_PP kompozitine ait görüntüler incelendiğinde aynı şekilde yüzeyde gömülü kalan partiküllerin yüzeyi süpürdüğü anlaşılmaktadır (Şekil 5.24g ve h). Bunun yanısıra yüzeyde minimal çatlaklara ve ufak boyutta topaklanmış partiküllere de rastlanılmıştır. Numune yüzeylerinde takviye partiküllerinin varlığının tespiti için EDX analizi gerçekleştirilmiştir (Şekil 5.25). Analiz öncesi numune yüzeylerine altın kaplama uygulaması gerçekleştirilmiştir. Ancak analiz verilerine altın oranı dahil edilmemiştir. Elde edilen sonuçlar incelendiğinde KT_PP kompozitine oranla Si_KT_PP kompozit yüzeyinde silisyum, azot ve kalsiyum miktarı artış göstermiştir. Silisyum ve azot elementlerinin varlığı silan ajanı olarak kullanılan 3-Triethoxysilyl-propylamineden kaynaklanmaktadır. St_KT_PP kompoziti incelendiğinde ise karbon oranının artış gösterdiği gözlemlenmiştir. Bu durum da stearik asit içerisinde bulunan yüksek karbon oranından kaynaklanmaktadır.



Şekil 5.24. Aşınma bölgelerinin SEM görüntüleri; a) 1000x yakınlaştırma oranı ile PP, b) 5000x yakınlaştırma oranı ile PP, c) 1000x yakınlaştırma oranı ile KT_PP, d) 5000x yakınlaştırma oranı ile KT_PP, e) 1000x yakınlaştırma oranı ile Si_KT_PP, f) 5000x yakınlaştırma oranı ile Si_KT_PP, g) 1000x yakınlaştırma oranı ile St_KT_PP, h) 5000x yakınlaştırma oranı ile St_KT_PP.

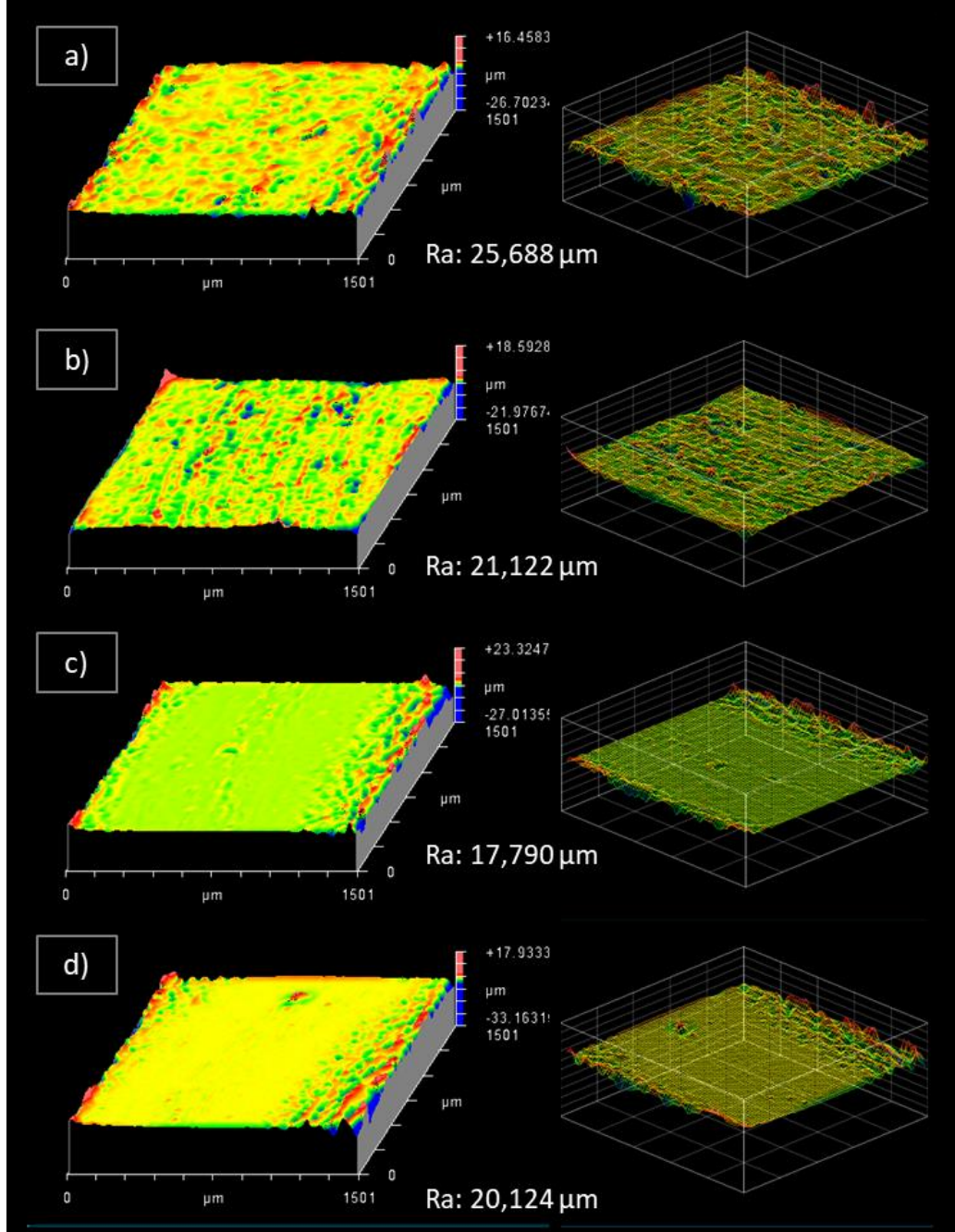


Şekil 5.25. Aşınma izlerinin EDX analizi; a) PP, b) KT_PP, c) Si_KT_PP, d) St_KT_PP.

5.5.2.3. Aşınma İzlerinin 3D Topoğrafya Analizi

Aşınma izlerine ait 3D Topoğrafya görüntüleri Şekil 5.26'de verilmiştir. Görüntüler en iyi aşınma koşullarında (10 N, 750 mm/sn) elde edilen aşınma izlerine aittir. 3D Topoğrafya görüntülerindeki renk dağılımı aşınma bölgesindeki yüzey pürüzlülüğü hakkında bilgi vermektedir. Görüntülerdeki mavi tonları çukur bölgelerini, kırmızı tonları ise tepe noktalarını ifade etmektedir. Kırmızı ve mavi tonlarının yoğunluğu yüzeydeki pürüzlülüğün fazlalığını göstermektedir. Sarı ve yeşil tonları ise düşük yüzey pürüzlülüğüne sahip düzlemsel bölgeleri ifade etmektedir. PP malzemesine ait 3D topoğrafya görüntüleri incelendiğinde yüzeydeki kırmızı tonlarının yoğunluğu sebebiyle bölgede tepe noktalarının fazla olduğu anlaşılmaktadır (Şekil 5.26a). Yüzeyle ait Ra değeri 25.688 μm olarak bulunmuştur. PP malzemesinin sertliğinin ve aşınma direncinin düşük olması mekanik yük altında yüzey formunun oldukça bozulmasına sebep olmuştur. Ayrıca malzemenin termal direncinin düşük olması, aşınma esnasında

boyutsal kararlılığını koruyamamasına sebep olmaktadır. 2D ve SEM görüntülerinde de görüldüğü üzere aşınma esnasında en çok hasara uğrayan malzeme PP malzemesi olmuştur. KT_PP kompozitine ait görüntüler incelendiğinde noktasal olarak kırmızı ve mavi tonlarının bulunduğu görülmektedir (Şekil 5.26b). Bu bölgeler aşınma yüzeyinde meydana gelen tepe ve çukur bölgelerini ifade etmektedir. Kırmızı bölgeler incelendiğinde PP malzemesinde olduğu kadar yoğun olmadığı anlaşılmaktadır. Ancak mavi bölgeler aşınma esnasında yerinden çıkan partiküllerin oluşturduğu çukur ve oyukları ifade etmektedir. Yüzeye ait Ra değeri 21.122 μm olarak bulunmuştur. Kemik tozu malzemenin sertlik ve aşınma direncini arttırmıştır ancak matrise yeterli seviyede bağlanamamış partiküller yüzeyde lokal çukurların ve pürüzlerin oluşmasına sebep olmuştur. Si_KT_PP malzemesine ait görüntüler incelendiğinde yüzeyde yeşil renginin hâkim olduğu görülmektedir. Bu durum yüzeyin düzlemsel olduğunu göstermektedir (Şekil 5.26c). Ayrıca Ra değerinin 17.790 μm olarak bulunması aşınma yüzeyinin morfolojisinin minimum düzeyde hasara uğradığının bir göstergesidir. Yüzey modifikasyon işlemi sayesinde matris içerisinde homojen olarak dağılan partiküller kararlı yapıları aşınma esnasında bozulmamıştır. Matris tarafından tamamen ıslatılmış partiküller, mekanik yükü malzeme yüzeyinde dağıtarak malzemenin aşınma direncinin artmasını sağlamıştır. St_KT_PP malzemesine ait görüntüler incelendiğinde genel olarak sarı tonunun hâkim olduğu, ancak noktasal bir bölgede tepecik oluşumunun gerçekleştiği gözlemlenmiştir (Şekil 5.26d). Ayrıca aşınma yüzeyinin kenar bölgelerinde minimal düzeyde kırmızı ve mavi tonları bulunmaktadır. Ra değerinin 20.124 μm olarak bulunmuş olması da yüzey pürüzlülüğün Si_KT_PP numunesine nazaran daha yüksek olduğunu göstermektedir. 3D topoğrafya görüntüleri genel olarak değerlendirildiğinde kemik tozunun aşınma direncini bariz bir şekilde arttırdığını göstermektedir. Ancak kemik tozunun yüzey modifikasyon işlemi olmaksızın polimer matrise takviye edilmesi yüzey morfolojisinin yeterli seviyede korunamamasına sebep olmuştur. Dolayısıyla yüzey modifikasyon işleminin malzemenin mekanik ve tribolojik performansına etkisi bir kez daha ortaya konmuştur. Yüzey modifikasyon yöntemleri arasından silanlama işlemi kurulan deney seti kapsamında en uygun işlem olarak bulunmuştur. Daha önce elde edilen istatistiksel analiz sonuçları, 2D ve SEM görüntüleri de bu bulguları doğrular niteliktedir.



Şekil 5.26. Aşınma izlerinin 3D topoğrafya görüntüleri; a) PP, b) KT_PP, c) Si_KT_PP, d) St_KT_PP.

5.5.2.4. Yüzey Modifikasyon Etkisi ve Takviye/Matris Etkileşimi

Çalışma kapsamında yüzeyi modifiye edilmiş kemik tozu ile üretilen kompozitlerin en iyi termal, mekanik ve tribolojik performansı gösterdiği belirlenmiştir. Elde edilen sayısal ve görsel sonuçlar, sürdürülebilir kompozit üretiminde yüzey modifikasyon işleminin etkisini ortaya koymuştur (Şekil 5.27). Matris/takviye etkileşimindeki temel

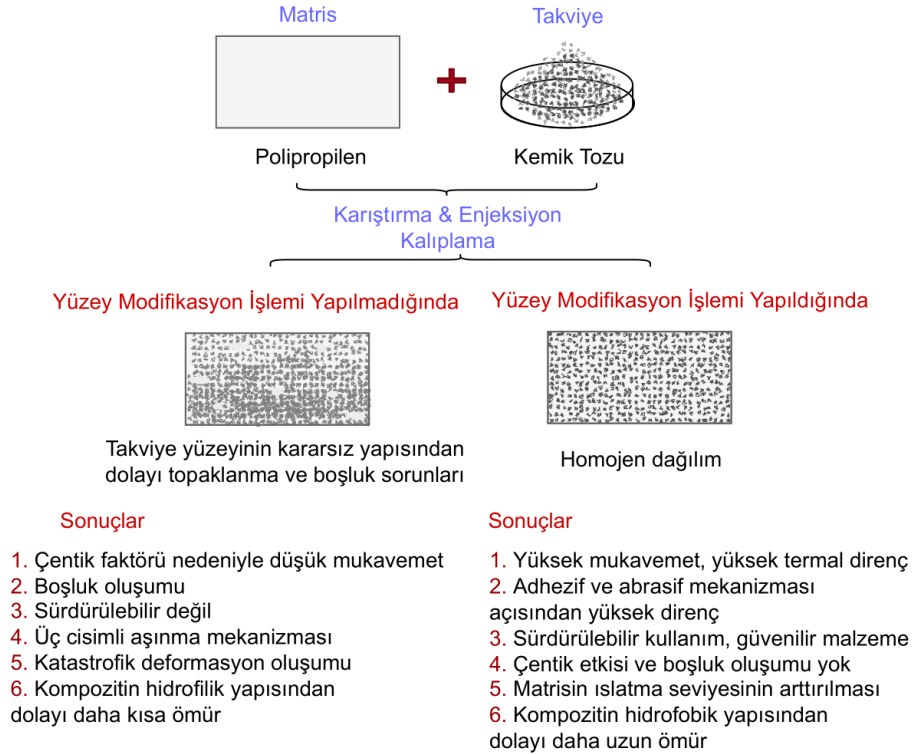
sorun, nano ve/veya mikro boyuttaki takviyelerin topaklanma ve çökelme eğilimleridir. Mühendislik malzemelerinin boyutu küçüldükçe yüzeye yakın atomların kararsızlığı ve kimyasal bağ oluşturma eğilimleri artar. Aynı tür atomların bağlanma yeteneğinin yüksek olması nedeniyle kompozit malzemelerde ve koloidal süspansiyonlarda kullanılan takviyelerin topaklanması ve çökmesi hızla gerçekleşir. Bu durum sürdürülebilir ve güvenilir kullanım açısından sorun yaratmaktadır.

Polimer esaslı kompozitlerin dişli, yatak, şasi elemanı, kaplin ve boru malzemesi gibi yüksek mekanik dayanım gerektiren mühendislik uygulamalarında kullanılabilmesi için homojen mekanik özelliklere ve yüksek güvenilirliğe sahip olması gerekir. Bu matris ile takviye arasındaki uyumluluğa bağlıdır. Takviye malzemelerinin matris ile etkileşimini artırmak ve matris içi homojen bir dağılım sağlamak için yüzey modifikasyon işlemleri şarttır. Örneğin nano takviyeli koloidal süspansiyonlarda özellikle jelatin bazlı ligandlar agregasyonu ve çökelmeyi en aza indirirken [63–66], polimer bazlı kompozitlerde silanlama işlemi homojen dağılımın sağlanması açısından dikkat çekmektedir [22,37,67]. Çekme testinde, yüzey modifikasyonsuz kemik tozu ile üretilen kompozitin mukavemeti matris malzemesinden %7,39 daha az olurken, Si_KT_PP'nin mukavemeti matris malzemesinden %1,18 daha yüksek çıkmıştır. Bu durum polimer kompozitlerin servis ömrünün arttırılması açısından dikkat çekicidir.

Silan bağlayıcı maddeler, biri organik moleküllerle reaksiyona girebilen, diğeri ise inorganik yüzeylerle adsorbe edilerek güçlü bir bağ oluşturabilen iki farklı fonksiyonel gruba sahip kimyasal deęiştiricilerdir [20,24]. Hidroliz reaksiyonu sonucunda oluşan fonksiyonel gruplar dolgu yüzeyindeki hidroksil (OH) grupları ile reaksiyona girerek siloksan bağları (kovalent bağlar) oluşturur [37]. Bu reaksiyonlar sonucunda bileşenler arasında bir bağlantı oluşur ve arayüz deęişir. Bu kimyasal işlem, dolgu maddesinin yüzeyinde, uygun kimyasal yapıya sahip dolgu maddesi/matris arasında köprü görevi gören hidrofobik bir tabaka oluşturur. Dolayısıyla parçacık-parçacık etkileşimini azalır ve matris/dolgu maddesi yapışması artar.

Polimer kompozitlerde yüzey modifikasyonunun sağladığı bir diğeri fayda ise aşınma direncinin artmasıdır. Malzemenin kayma gerilmesine karşı gösterdiği direnç aşınma direncini sağlamaktadır. Kayma gerilmesi sırasında takviye parçacığının yer

değiştirmesi, üç cisimli bir aşınma mekanizmasının oluşmasına neden olur ve adheziv-abrasiv aşınma mekanizmaları birlikte hareket ederek tribolojik performansı önemli ölçüde azaltır. Yüzey modifikasyon işleminin yapılmadığı veya stabil modifikasyonun gerçekleşmediği yüzeylerde, parçacıklar yerinden ayrılacak ve matris tarafından yeterince ıslanmadığından agresif aşınmalara neden olacaktır. Başarılı yüzey modifikasyon işlemlerinde partikül yeterince ısladığında matris ile bağ mukavemeti artacak dolayısıyla tribolojik performans önemli ölçüde iyileşecektir. Çalışma kapsamında gerçekleştirilen aşınma testlerinde elde edilen sonuçlar da bu durumu desteklemektedir.



Şekil 5.27. Yüzey modifikasyon etkisi ve takviye/matris etkileşimi.

BÖLÜM 6

SONUÇLAR

Bu çalışmada, yüzeyi modifiye edilmiş sığır kemiği tozu takviyeli kompozitlerin üretimi, karakterizasyonu, mekanik ve tribolojik performansı araştırılmıştır. Çalışmanın metodolojisi, üretim, karakterizasyon ve aşınma deneyleri olmak üzere üç aşamadan oluşmaktadır. Üretim aşamasında öncelikle yüzey modifikasyon işlemi uygulanmıştır. Kemik tozunun yüzeyi silanlama işlemi ve stearik asit ile yüzey modifikasyon işlemi olmak üzere iki farklı yöntemle modifiye edilmiştir. İşlem öncesi ve sonrasında kemik tozu FTIR, SEM ve EDX analizleriyle karakterize edilmiştir. Karakterizasyon işlemleri sonrasında %30 oranında kemik tozu, %70 oranında polipropilen ile karıştırılarak enjeksiyon kalıplama yöntemiyle kompozit malzemeler üretilmiştir. Kompozitlerin karakterizasyonu için için mekanik testler (sertlik ve çekme testi), termal (TGA, DTK) ve morfolojik incelemeler gerçekleştirilmiştir. Son aşamada full faktöriyel deney tasarımı geliştirilerek kompozitlerin tribolojik performansı araştırılmıştır. Giriş parametreleri olarak 4 farklı kompozit malzeme, 2 seviyeli yük (10 N ve 20 N) ve 2 seviyeli kayma hızı (750 mm/s ve 1500 mm/s) belirlenmiştir. Sürtünme katsayısı ve ağırlık kaybı sonuçları ANOVA, main faktör analizi, regresyon analizi ve 3 boyutlu etkileşim grafikleri kullanılarak istatistiksel olarak analiz edilmiştir. Aşınma izleri, SEM, EDX, 2D profilometre ve 3D topografya analizleri ile görsel olarak analiz edilmiştir. Çalışmanın sonuçları şu şekilde özetlenebilir:

1. Si_KT ve St_KT takviyelerinin FTIR ve EDX analizleri ile, KT yüzeyinin modifiye edildiği kanıtlanmıştır. Yüzey modifikasyon işlemi sonucunda parçacıkların yüzeyleri SEM analizi ile incelenmiştir.
2. TGA sonuçlarına göre KT_PP, Si_KT_PP ve St_KT_PP kompozitleri polipropilenin başlangıç bozunma sıcaklığını sırasıyla %13,47, %11,06 ve

%4,82 oranında artırmıştır. PP ve kompozitler arasında bozunma miktarı açısından ~%30'luk bir fark bulunmaktadır.

3. DTK sonuçlarına göre KT_PP, Si_KT_PP ve St_KT_PP kompozitleri PP malzemesinin camsı geçiş sıcaklığını sırasıyla %80,78, %89,53 ve %61,01 oranında artırmıştır. Kristalleşme ve erime sıcaklıklarında kayda değer bir değişiklik olmamıştır. Kompozitler PP malzemesinin kristalleşme derecesini azaltmıştır. Ancak Si_KT_PP, KT_PP kompozitine kıyasla kristalizasyon derecesini %2,93 oranında artırmıştır.
4. Sertlik ölçümüne göre KT_PP, Si_KT_PP ve St_KT_PP kompozitleri PP malzemesinin sertliğini sırasıyla % 3,49, % 6,29 ve % 4,19 oranında artırmıştır.
5. Çekme testi sonuçlarına göre en yüksek çekme mukavemeti Si_KT_PP kompoziti ile elde edilmiştir. Si_KT_PP ve St_KT_PP kompozitleri, KT_PP kompozitine kıyasla çekme mukavemetini %9,26 ve %3,92 oranında artırmıştır. Bu sonuçlar SEM analizi ile desteklenmiştir.
6. Sürtünme katsayısı verilerine uygulanan ANOVA ve regresyon analizleri sonucunda deneysel veri ve düzeylerinin istatistiksel olarak anlamlı olduğu tespit edilmiştir.
7. Main faktör analizine göre minimum sürtünme katsayısı sonucunu veren malzemeler sırasıyla Si_KT_PP, St_KT_PP, KT_PP ve PP olmuştur. Aşınma deneyleri 20 N yük ve 1500 mm/s hız koşulları altında minimum sürtünme katsayısı sonuçlarını vermiştir.
8. Ağırlık kaybı verilerine uygulanan ANOVA ve regresyon analizleri sonucunda deneysel veri ve düzeylerinin istatistiksel olarak anlamlı olduğu tespit edilmiştir.
9. Main faktör analizine göre minimum ağırlık kaybı sonucunu veren malzemeler sırasıyla Si_KT_PP, St_KT_PP, KT_PP ve PP olmuştur. Aşınma deneyleri 10 N yük ve 750 mm/s hız koşulları altında minimum ağırlık kaybı sonuçlarını vermiştir.
10. Optimizasyon sonuçlarına göre optimum kompozit malzeme Si_KT_PP, optimum yük 10 N ve optimum hız 750 mm/s olarak belirlenmiştir. Optimizasyondan elde edilen sürtünme katsayısı değeri 0,2295 μ , ağırlık kaybı değeri ise 0,0033 g olarak bulunmuştur.

11. 2D yüzey profilometre analizine göre en geniş ve derin aşınma izinin PP malzemesine ait olduğu belirlenmiştir. KT_PP kompozitine ait aşınma izinin sığ ve dar olduğu gözlenmiştir. Yüzey modifikasyonu sonucu elde edilen kompozitlerde aşınma izlerinin iyileştiği kanıtlanmıştır.
12. SEM analizine göre PP malzemesinin aşınma yüzeyinde mikro kaynaklar, derin çatlaklar ve çukurlar tespit edilmiştir. KT_PP malzemesinin aşınma yüzeyinde ise lokal çatlaklar ve takviye parçacıklarının topaklandığı görülmüştür. Si_KT_PP ve St_KT_PP yüzeylerinde takviye parçacıkların matrise yapışarak yüzeyin aşınmasını önlediği gözlemlenmiştir.
13. 3D Topografya analizine göre PP, KT_PP, Si_KT_PP ve St_KT_PP malzeme yüzeylerinin pürüzlülük değerleri sırasıyla 25,68 µm, 21,12 µm, 17,79 µm ve 20,12 µm olarak bulunmuştur. PP malzemesinin aşınma yüzeyinde kırmızı tonlarının hakim olduğu gözlenmiştir. KT_PP kompozitinin aşınma yüzeyindeki kırmızı tonlar PP malzemesine göre azalmıştır. Yüzey modifikasyon işleminden sonra aşınma yüzeylerinin iyileştiği bu görüntülerle kanıtlanmıştır.
14. Çalışma kapsamında elde edilen tüm sonuçlar değerlendirildiğinde, KT takviyesi ile birlikte PP malzemesinin mekanik dayanımının, termal ve aşınma direncinin arttığı gözlemlenmiştir. Yüzey modifikasyon işlemleri sonucunda takviye parçacıkları ile matris arasındaki etkileşim artmıştır. Yüzey modifikasyon işlemleri arasında en iyi sonucu veren yöntem silanlama işlemi olmuştur.

KAYNAKLAR

1. Yashas Gowda, T. G., Sanjay, M. R., Subrahmanya Bhat, K., Madhu, P., Senthamaraikannan, P., and Yogesha, B., "Polymer matrix-natural fiber composites: An overview", *Cogent Engineering*, 5 (1): (2018).
2. Alam, A., Zhang, Y., Kuan, H. C., Lee, S. H., and Ma, J., "Polymer composite hydrogels containing carbon nanomaterials—Morphology and mechanical and functional performance", *Progress In Polymer Science*, 77: 1–18 (2018).
3. Zhu, J., Xie, F., and Dwyer-Joyce, R. S., "PEEK composites as self-lubricating bush materials for articulating revolute pin joints", *Polymers*, 12 (3): (2020).
4. Asuke, F., Aigbodion, V. S., Abdulwahab, M., Fayomi, O. S. I., Popoola, A. P. I., Nwoyi, C. I., and Garba, B., "Effects of bone particle on the properties and microstructure of polypropylene/bone ash particulate composites", *Results In Physics*, 2: 135–141 (2012).
5. Prabhakar, K., Debnath, S., Ganesan, R., and Palanikumar, K., "A review of mechanical and tribological behaviour of polymer composite materials", *IOP Conference Series: Materials Science And Engineering*, 344 (1): (2018).
6. Rogovina, S. Z., "Biodegradable polymer composites based on synthetic and natural polymers of various classes", *Polymer Science - Series C*, 58 (1): 62–73 (2016).
7. Frackowiak, S., Ludwiczak, J., and Leluk, K., "Man-Made and Natural Fibres as a Reinforcement in Fully Biodegradable Polymer Composites: A Concise Study", *Journal Of Polymers And The Environment*, 26 (12): 4360–4368 (2018).
8. Sanjay, M. R., Madhu, P., Jawaid, M., Senthamaraikannan, P., Senthil, S., and Pradeep, S., "Characterization and properties of natural fiber polymer composites: A comprehensive review", *Journal Of Cleaner Production*, 172: 566–581 (2018).
9. Karsli, M. and Kucukomeroglu, T., "Hafif Silahlar için Polimer Kompozit Malzeme Seçimi Mahmutcan", (2017).
10. Edoziuno, F. O., Akaluzia, R. O., Odoni, B. U., and Edibo, S., "Experimental study on tribological (dry sliding wear) behaviour of polyester matrix hybrid composite reinforced with particulate wood charcoal and periwinkle shell", *Journal Of King Saud University - Engineering Sciences*, (xxxx): (2020).
11. Chrysafi, I., Kontonasaki, E., Anastasiou, A. D., Patsiaoura, D., Papadopoulou, L., Vourlias, G., Vouvoudi, E., and Bikiaris, D., "Mechanical and thermal

properties of PMMA resin composites for interim fixed prostheses reinforced with calcium β -pyrophosphate", *Journal Of The Mechanical Behavior Of Biomedical Materials*, 112 (September): (2020).

12. Premkumar A., Elayaperumal A., Arulvel S., Jagatheeshwaran M.S., Ramesh B., S. P. M., "Optimization of electroless bath process parameter for improving Steel, tribology behavior of Ni-P/CaBr₂ composite coating against the hardened EN-31", *Surface Topography: Metrology And Properties*, (2020).
13. Asuke, F., Abdulwahab, M., Aigbodion, V. S., Fayomi, O. S. I., and Aponbiede, O., "Effect of load on the wear behaviour of polypropylene/carbonized bone ash particulate composite", *Egyptian Journal Of Basic And Applied Sciences*, 1 (1): 67–70 (2014).
14. Feng, Y., Ashok, B., Madhukar, K., Zhang, J., Zhang, J., Reddy, K. O., and Rajulu, A. V., "Preparation and Characterization of Polypropylene Carbonate Bio-Filler (Eggshell Powder) Composite Films", *International Journal Of Polymer Analysis And Characterization*, 19 (7): 637–647 (2014).
15. Sahin, A. E., Cetin, B., and Sinmazcelik, T., "Effect of mussel shell reinforcement on mechanical and tribological behavior of polyphenylene sulfide composites", *Journal Of Thermoplastic Composite Materials*, (2020).
16. Bootklad, M. and Kaewtatip, K., "Biodegradation of thermoplastic starch/eggshell powder composites", *Carbohydrate Polymers*, 97 (2): 315–320 (2013).
17. Kamalbabu, P. and Kumar, G. C. M., "Effects of Particle Size on Tensile Properties of Marine Coral Reinforced Polymer Composites", *Procedia Materials Science*, 5: 802–808 (2014).
18. Leong C.C. and A, "Development Polypropylene (PP)-Modified Chicken Eggshell Composites", *Faculty of Engineering and Green Technology Universiti Tunku Abdul Rahman*, (2016).
19. Şişmanoğlu, S., "Termoplastik Poliüretan Matrisli Ekokompozitlerin Hazırlanması Ve Karakterizasyonu", *Karabük Üniversitesi*, (2020).
20. Shuai, C., Yu, L., Feng, P., Gao, C., and Peng, S., "Interfacial reinforcement in bioceramic/biopolymer composite bone scaffold: The role of coupling agent", *Colloids And Surfaces B: Biointerfaces*, 193 (April): (2020).
21. Sismanoglu, S., Tayfun, U., and Kanbur, Y., "Effect of alkali and silane surface treatments on the mechanical and physical behaviors of date palm seed-filled thermoplastic polyurethane eco-composites", *Journal Of Thermoplastic Composite Materials*, (2019).
22. Kucuk, F., Sismanoglu, S., Kanbur, Y., and Tayfun, U., "Effect of silane-modification of diatomite on its composites with thermoplastic polyurethane", *Materials Chemistry And Physics*, 256 (August): (2020).

23. Cao, Z., Daly, M., Clémence, L., Geever, L. M., Major, I., Higginbotham, C. L., and Devine, D. M., "Chemical surface modification of calcium carbonate particles with stearic acid using different treating methods", *Applied Surface Science*, 378: 320–329 (2016).
24. Metin, D., Tihminlioğlu, F., Balköse, D., and Ülkü, S., "The effect of interfacial interactions on the mechanical properties of polypropylene/natural zeolite composites", *Composites Part A: Applied Science And Manufacturing*, 35 (1): 23–32 (2004).
25. IO, O. and Isola, B. M., "Development of Bone Particulate Reinforced Epoxy Composite For Biomedical Application", *Journal Of Applied Biotechnology & Bioengineering*, 1 (1): (2016).
26. Adewole, T., "Effect of Cow Bone Ash Particle Size Distribution on the Mechanical Properties of Cow Bone Ash-Reinforced Polyester Composites", *Chemistry And Materials Research*, 7 (3): 40–47 (2015).
27. O. Igwe, I. and C. Onuegbu, G., "Studies on Properties of Egg Shell and Fish Bone Powder Filled Polypropylene", *American Journal Of Polymer Science*, 2 (4): 56–61 (2012).
28. Oladele, I. O.; Daramola, O. O.; Adewole, A. T., "Comparative study of the reinforcement efficiency of cow bone and cow bone ash in polyester matrix composites for biomedical applications", *Acta Tehnica Corviniensis – Bulletin Of Engineering*, 4: 1–2 (2014).
29. Asi, D., "Polimer Matrisli Kompozit Malzemelerde İlave Olarak Kullanılan Parçacıkların Geometrisinin Kompozit Malzemelerin Fiziksel Ve Mekaniksel Özelliklerine Etkisinin Araştırılması", *Uşak Üniversitesi*, (2018).
30. Sönmez, M., "Polimer Matrisli Kompozitlerin Endüstri Ürünleri Tasarımında Önemi ve Geleceği: Türkiye'den Dört Örnek Firma Üzerine Bir İnceleme", *İstanbul Teknik Üniversitesi*, (2009).
31. Şahin, A. E., "Pomza Takviyeli Polimer Matrisli Kompozitlerin Üretimi Ve Erozyon Aşınma Davranışının İncelenmesi", *Kocaeli Üniversitesi*, (2013).
32. Bekem, A., "Elyaf takviyeli, termoplastik matrisli kompozit malzeme üretimi ve karakterizasyonu / Production and characterization of fiber reinforced thermoplastic composite material", (2013).
33. Onat, E., "Polimer Matrisli Kompozitlerde Matris Türünün Sürtünme ve Aşınma Özelliklerine Etkisi", *Eskişehir Osmangazi Üniversitesi*, (2016).
34. Oladele, I. O., Ibrahim, I. O., Akinwekomi, A. D., and Talabi, S. I., "Effect of mercerization on the mechanical and thermal response of hybrid bagasse fiber/CaCO₃ reinforced polypropylene composites", *Polymer Testing*, 76 (January): 192–198 (2019).

35. Şahin, A. E., "Eko Kompozitlerin Üretimi ve Karakterizasyonu", *Kocaeli Üniversitesi*, (2019).
36. Drzal, L. T., "ASM Handbook: Composites, Section: Interfaces and Interphases", *ASM International Handbook Committee*, USA, (2001).
37. Koohestani, B., Ganetri, I., and Yilmaz, E., "Effects of silane modified minerals on mechanical, microstructural, thermal, and rheological properties of wood plastic composites", *Composites Part B: Engineering*, 111: 103–111 (2017).
38. Akgül, Y., "Production and characterization of polymer matrix composites for orthopedic applications", *Karabuk University*, (2020).
39. Akça, H., "3D Yazıcı ile Kemik Tozundan Biyo -Uyumlu İmplant Üretimi Ve Performansının", *Sakarya Üniversitesi*, (2019).
40. Korkmaz, Ş., "Nanogümüş Katkılı Kolloidal Süspansiyonların Tribolojik Performanslarının Araştırılması", (2019).
41. Gandhi, R., Jayawant, A., Bhalerao, A., and Dandagwhal, R., "Applicability of Composite Polymer Gear in Low RPM Applications – A Review", *International Journal Of Engineering Science Invention*, 7 (4): 36–41 (2018).
42. Rahmani, M., Ghasemi, F. A., and Payganeh, G., "Effect of surface modification of calcium carbonate nanoparticles on their dispersion in the polypropylene matrix using stearic acid", *Mechanics And Industry*, 15 (1): 63–67 (2014).
43. "Bitaş Bilye", <https://www.bitasbilye.com/> .
44. Erdik, E., "Organik Kimyada Spektroskopik Yöntemler", 1. Ed., *Gazi Kitabevi*, 99–128 (1998).
45. Bijaisoradat, O., Yue, L., Manas-Zloczower, I., and Manuspiya, H., "Wood flour-high density polyethylene composites: Influence of silanization and esterification on mechanical properties", *Journal Of Applied Polymer Science*, 138 (15): 1–9 (2021).
46. France, C. A. M., Sugiyama, N., and Aguayo, E., "Establishing a preservation index for bone, dentin, and enamel bioapatite mineral using ATR-FTIR", *Journal Of Archaeological Science: Reports*, 33 (August): 102551 (2020).
47. Lopes, C. de C. A., Limirio, P. H. J. O., Novais, V. R., and Dechichi, P., "Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) application chemical characterization of enamel, dentin and bone", *Applied Spectroscopy Reviews*, 53 (9): 747–769 (2018).
48. Pedrosa, M., Curate, F., Batista de Carvalho, L. A. E., Marques, M. P. M., and Ferreira, M. T., "Beyond metrics and morphology: the potential of FTIR-ATR and chemometrics to estimate age-at-death in human bone", *International Journal Of Legal Medicine*, 134 (5): 1905–1914 (2020).

49. Ku, H., Wang, H., Pattarachaiyakoo, N., and Trada, M., "A review on the tensile properties of natural fiber reinforced polymer composites", *Composites Part B: Engineering*, 42 (4): 856–873 (2011).
50. Karadağ, S., "Cam Elyaf/Kalsit Dolgulu Polietilen Ve Geri Dönüşüm Pet Polimer Hibrit Kompozit Geliştirilmesi Ve Karakterizasyonu", *Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*.
51. Göde, C., "TM ile üretilmiş ALUMIX–231 SiCp ve B4Cp kompozitlerin farklı üretim yöntemlerinin mekanik özelliklere etkisi", *Pamukkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, (2011).
52. Deniz, M. E. and Güneş, A., "Pamukkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü", 10 (2): 453–467 (2021).
53. Tayfun, U., Dogan, M., and Bayramli, E., "Effect of Surface Modification of Rice Straw on Mechanical and Flow Properties of TPU-Based Green Composites", *Polymers And Polymer Composites*, (2014).
54. Ye, L., Wu, Q., and Qu, B., "Synergistic effects of fumed silica on intumescent flame-retardant polypropylene", *Journal Of Applied Polymer Science*, 115 (6): 3508–3515 (2010).
55. Bertini, F., Canetti, M., Audisio, G., Costa, G., and Falqui, L., "Characterization and thermal degradation of polypropylene-montmorillonite nanocomposites", *Polymer Degradation And Stability*, 91 (3): 600–605 (2006).
56. Özcan, T., "Alev geciktirici katkı içeren polipropilen kompozitlerin karakterizasyonu ve yanma özelliklerinin incelenmesi", *Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, (2021).
57. Cestari, F., Chemello, G., Galotta, A., and Sglavo, V. M., "Low-temperature synthesis of nanometric apatite from biogenic sources", *Ceramics International*, 46 (15): 23526–23533 (2020).
58. Sahin, A. E., Karsli, N. G., and Sinmazcelik, T., "Comparison of the Mechanical, Thermomechanical, Thermal, and Morphological Properties of Pumice and Calcium Carbonate-Filled Poly(phenylene sulfide) Composites", *Polymer Composites*, (2016).
59. Kharghanian, M., Perchicot, R., Irusta, S., Argon, C. Y., Leonardi, F., and Dagneou, S., "Manufacture and rheological behavior of all recycled PET/PP microfibrillar blends", *Polymer Engineering And Science*, 63 (6): 1702–1715 (2023).
60. Kaya, N., Atagur, M., Akyuz, O., Seki, Y., Sarikanat, M., Sutcu, M., Seydibeyoglu, M. O., and Sever, K., "Fabrication and characterization of olive pomace filled PP composites", *Composites Part B: Engineering*, 150: 277–283 (2018).

61. Şirvan, O. C., "Kolloidal süspansiyon formundaki ligand bağlı nano- bakırın tribolojik performansının incelenmesi", *Konya Teknik Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü*, (2022).
62. Eayal Awwad, K. Y., Yousif, B. F., Fallahnezhad, K., Saleh, K., and Zeng, X., "Influence of graphene nanoplatelets on mechanical properties and adhesive wear performance of epoxy-based composites", *Friction*, 9 (4): 856–875 (2021).
63. Kilincarslan, E., Kabave Kilincarslan, S., and Cetin, M. H., "Evaluation of the clean nano-cutting fluid by considering the tribological performance and cost parameters", *Tribology International*, 157: (2021).
64. Cetin, M. H., Kesen, Ay., Korkmaz, S., and Kabave Kilincarslan, S., "Performance Evaluation of the Nano-Silver Added Vegetable-Oil-Based Cutting Fluid in Drilling Process", *Surface Topography: Metrology And Properties*, 6 (2020).
65. Cetin, M. H. and Kabave Kilincarslan, S., "Effects of cutting fluids with nano-silver and borax additives on milling performance of aluminium alloys", *Journal Of Manufacturing Processes*, 50: (2020).
66. Kabave Kilincarslan, S. and Cetin, M. H., "Improvement of the milling process performance by using cutting fluids prepared with nano-silver and boric acid", *Journal Of Manufacturing Processes*, 56 (May): 707–717 (2020).
67. Salem, T. F., Tirkes, S., Akar, A. O., and Tayfun, U., "Enhancement of mechanical, thermal and water uptake performance of TPU/jute fiber green composites via chemical treatments on fiber surface", *E-Polymers*, 20 (1): 133–143 (2020).

ÖZGEÇMİŞ

Sena KABAVE KILINÇARSLAN ilk ve orta öğrenimini Ankara’da tamamlamıştır. 2011 yılında Karabük Üniversitesi Makine Mühendisliği (%100 İngilizce) bölümünü kazanmıştır. 2016 yılında Makine Mühendisliği (%100 İngilizce) bölümünden 3,37 ortalama ile mezun olmuştur. 2016 yılında Karabük Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Mühendisliği Anabilim Dalı’nda başladığı yüksek lisans öğrenimini “Nano Gümüş ve Organik Borat Katkılı Kesme Sıvılarının Frezeleme İşlemindeki Performansının İncelenmesi” başlıklı tez çalışması ile tamamlamıştır. Yüksek lisans tez çalışmasına ait 2 adet SCI indeksli makalesi bulunmaktadır. 2019 yılında Karabük Üniversitesi Lisansüstü Enstitüsü Makine Mühendisliği Anabilim Dalı’nda doktora programına başlamıştır. Yüksek lisans tez çalışması dışında yayınlanmış 5 adet SCI indeksli yayını, 1 adet TR indeksli yayını ve 2 adet uluslararası bildirisi bulunmaktadır. 2018 yılı temmuz ayından itibaren Karabük Üniversitesi Makine Mühendisliği Bölümü Mekanik Anabilim Dalı’nda araştırma görevlisi olarak çalışmaktadır. İngilizce ve Arapça dillerini bilmektedir. Evli ve bir çocuk sahibidir.