NANOSİLİKA KATKILI CAM/EPOKSİ KOMPOZİTLERİN ÇEKME DAYANIMLARININ VE KIRILMA YÜZEYLERİNİN İNCELENMESİ

Osman AYDOĞUŞ¹, Mehmet Turan DEMİRCİ¹ Selçuk Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Konya Türkiye o_aydogus@hotmail.com, turandemirci@selcuk.edu.tr

Özet

Teknolojinin gelişmesiyle birlikte kompozitlerin kullanımı artmaktadır. Cam/Epoksi kompozitler üretim maliyetlerinin düşük olması ve yüksek dayanım sergilemeleri sayesinde birçok endüstriyel alanda kullanılmaktadır. Dolayısıyla bu durum Cam/Epoksi kompozitlerden beklentilerin artmasına neden olmakta ve araştırmacıları da çalışmalarını bu yöne odaklamaktadır. Bu çalışmada el yatırma yöntemiyle 10 tabakadan oluşan ağırlıkça %4 nanosilika katkılı ve katkısız Cam/Epoksi kompozit levhalar üretilmiştir. ASTM D 3039/D 3039M standartlarına uygun olarak üretilen levhalardan çekme numuneleri hazırlanmıştır. Hazırlanan numunelerin çekme deneyleri sonrasında hasar analizleri yapılmıştır. Elde edilen sonuçlara göre nanosilika katkılı Cam/Epoksi kompozitlerin çekme dayanımlarında ve birim uzama miktarlarında sırasıyla ortalama %30 ve % 14.5'lik artış tespit edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Cam Elyaflar, Kompozitler, Nanosilika, Mekanik Özellikler

INVESTIGATION OF FRACTURE SURFACES AND TENSILE STRENGTHS OF NANOSILICA FILLED GLASS/EPOXY COMPOSITES

Abstract

The usage for composite materials is increasing with the development of technology. Glass/ Epoxy composites are used in many industrial fields due to their low production costs and high strength. Therefore, it increases the expectations of glass / epoxy composites and the researchers focus their studies on this aspect. In this study, 4% wt nanosilica filled and unfilled Glass / Epoxy composite layers consisting of 10 layers as were produced by hot press method. Tensile samples were prepared from plates produced in accordance with ASTM D 3039 / D 3039M standards. After the

tensile tests of the prepared samples, damage analysis was performed. According to the obtained results, an average increase of 30% and 14.5% in tensile strength and elongation of nanosilica filled Glass / Epoxy composites were determined respectively. **Keywords:** Glass Fibers, Composites, Nanosilica, Mechanical Properties

1. Giriş

18.yy dan sonra teknoloji giderek artan bir hızla ilerlemektedir. Her alanda ilerleyen teknoloji beraberinde daha üstün özelliklere sahip malzemelere ihtiyacın artmasına neden olmaktadır. Kompozit malzemeler, istenilen özelliklere uygun ve farklı kombinasyonlarda üretilebilme kabiliyetleri sayesinde, monolitik malzemelerin beklentileri karşılayamadığı birçok alanda tercih edilmektedir. Monolitik malzemelerde istenilen yüksek dayanım beraberinde yüksek yoğunluğu da getirmektedir ancak kompozit malzemeler çok daha düşük yoğunluklarda benzer hatta daha üstün dayanım sergilemektedirler. Dolayısıyla havacılık, ulaşım ve sualtı uygulamaları gibi yüksek dayanım, rijitlik, darbe absorbsiyonu, aşınma ve korozyon direnci vb. özelliklerin istenildiği alanlarda kompozit malzemeler sıkça tercih edilmektedirler [1-3].

Yüksek dayanım ve elastikiyet modülüne sahip elyaflarla düşük dayanım ve elastikiyet modülü sergileyen epoksilerin bir araya getirilmesiyle elyaf takviyeli epoksi kompozitler elde edilmektedir. Kullanım alanları göz önünde tutularak takviye ve matris oranlarında değişiklik yapılabilmektedir [1-4].

Kompozit malzemelere etkiyen kuvvet, matris malzemeden arayüzeyler vasıtasıyla elyaflara aktarılmaktadır [1]. Bu nedenle arayüzey bağının iyi olması çok önemlidir. Arayüzey bağının kuvvetli olabilmesi için matrisin fiberleri ıslatabilmesi gereklidir. Bunun içinde matrisin viskozitesinin elyaf veya takviye malzemenin kritik yüzey geriliminden daha düşük olması gerekmektedir. Islatmanın haricinde arayüzey bağını mekanik, difüzyonla birlikte kimyasal bağlar ve elektrostatik çekim mekanizmaları da etkilemektedir [5].

Epoksi reçinelerin düşük olan mekanik, termal performans, korozyon direnci, ısı ve elektrik yalıtkanlığı gibi özelliklerini iyileştirmek için uygulanan birçok yöntem bulunmaktadır. Epoksi reçine içerisine bazı nanopartiküllerin katkısı matris malzemenin dayanımını arttırmaktadır. Belirli katkı oranlarında nanosilikalar çekme ve eğme

153

dayanımlarını, elastikiyet modülü, % uzama miktarları, sehim miktarları yorulma ömürlerin vb. mekanik özelliklerini arttırmaktadır [1, 6-11].

Nanosilikalarının katkı oranının artmasıyla birlikte matrisin viskozitesi de artmakta dolayısıyla takviye malzemesini ıslatma kabiliyeti düşmektedir. Islatma faktörünün yanı sıra nanopartiküllerin matris içinde homojen dağıtılabilmesi, epoksi ağırlığı, ışık geçirgenliği ile birlikte maliyetleri de % katkı oranının belirlenmesinde göz önünde bulundurulmalıdır [1].

Yapılan çalışmada ağırlıkça %4 oranında nanosilika katkılı Cam/Epoksi kompozitlere ve katkısız Cam/Epoksi kompozitlere çekme deneyleri yapılması ve meydana gelen artış miktarının tespit edilmesiyle birlikte hasar analizi yapılarak aktif hasar mekanizmasının belirlenmesi amaçlanmıştır.

2. Materyal ve Metot

Cam elyaf takviyeli epoksi kompozitlerin üretiminde, 0°/90° yönlenmis 300 gr/m² kumaş ve matris malzemesi olarak MGS L160 epoksi reçine ve MGS H160 sertleştirici 100/36 katkı oranında kullanılmıştır. El yatırma yöntemi ile ıslatılan kumaslar, ticari firma tarafından 90°C ön kürleme ve 120°C son kürleme islemleri ile plaka haline getirilmiştir. Nanopartikül katkılı Cam/Epoksi kompozitlerin üretiminde nanopartikül olarak nanosilikaların kullanılması yapılan literatür araştırmaları neticesinde uygun bulunmuştur. Nanosilika MkNano firmasından temin edilmiş olup, silan ile modifiye edilmiş olarak hazır alınmıştır. Nanosilikalar; ortalama 15 nm çapında olup, 650 gr/m² spesifik yüzey alanına sahiptir. Nanosilikalar literatür taramaları neticesinde epoksi reçineye ağırlıkça %4 oranında katılmıştır. %4 katkı oranındaki nanosilikalar matris malzeme olan epoksi reçine ilave edilerek 5 dk mekanik karışım işlemine ve sonra homojen karışım elde etmek için metal uçlu sonikatör kullanılarak 15 dk ultrasonik karışıma tabi tutulmuştur. Nanosilika katkılı ve katkısız kompozit numunelerin tabaka sayısı 10 olarak belirlenmiştir. Plakalar halinde üretilen nanosilika katkılı ve katkısız Cam/Epoksi kompozitlerden ASTM D 3039/D 3039M standardına göre 250x25mm boyutlarında çekme numuneleri hazırlanmıştır. Şekil 1'de standarda göre hazırlanan çekme deneyi numuneleri verilmiştir. Çekme deneyleri ise Şekil 2'de verilen üniversal çekme test cihazında 5mm/dk çekme hızında 3'er kez tekrarlanarak gerçekleştirilmiştir. Çekme deneyleri sonucunda elde edilen çekme dayanımları ve birim şekil değiştirmelerinin ortalama değerleri deney sonuçları kısmında grafik halinde sunulmuştur.



Şekil 1. Nanosilika katkılı ve katkısız Cam/Epoksi çekme test numuneleri [12]



Şekil 2. Universal çekme test ünitesi

3. Deneysel Sonuçlar ve Tartışma

ASTM D 3039/D 3039M standardına göre her bir numune için 3'er kez tekrar yapılarak %4 nanosilika katkılı ve katkısız Cam/Epoksi kompozitlerin çekme dayanımları ve birim şekil değiştirme (mm/mm) değerleri Şekil 3 ve Şekil 4'de grafikler halinde sunulmuştur.



Şekil 3. Nanosilika katkılı ve katkısız Cam/Epoksi kompozitlerin ortalama çekme dayanımı-birim şekil değiştirme grafiği

Şekil 3.ve Şekil 4'de verilen Cam / Epoksi kompozitlerin çekme dayanımı sonuçları incelendiğinde ağırlıkça % 4 oranında nanosilika katkılı Cam/Epoksi kompozitlerin çekme dayanımının katkısız Cam/Epoksi kompozitlere göre daha yüksek olduğunu görülmektedir.

Şekil 4'e bakıldığında ağırlıkça %4 nanosilika katkılı Cam/Epoksi kompozitin çekme dayanımının 490 MPa'la ulaştığı gözlenirken, katkısız Cam/Epoksi kompozit 375 MPa çekme dayanımı göstermiştir. Bu durumda nanosilika katkısı sayesinde Cam /Epoksi kompozitlerin ortalama çekme dayanımında katkısız Cam/ Epoksi kompozitlere kıyasla % 30'luk bir artış tespit edilmiştir.



Şekil 4. Nanosilika katkılı ve katkısız Cam/Epoksi kompozitlerin ortalama çekme dayanımları



Şekil 5. Nanosilika katkılı ve katkısız Cam/Epoksi kompozitlerin ortalama birim şekil değiştirme değerleri (mm/mm)

Şekil 3 ve Şekil 5'i incelediğimizde çekme deneyi sonucunda katkısız Cam/Epoksi kompozitler 0.0975 mm/mm birim uzama gösterirken ağırlıkça % 4 nanosilika katkılı Cam/Epoksi kompozitler artış göstererek ortalama 0.111 mm/mm birim uzama sergilemiştir. Katkısız Cam/Epoksi kompozitleri referans olarak aldığımızda, çekme deneyi neticesinde nanosilika katkılı Cam/Epoksi kompozitlerin birim uzama miktarında katkısız Cam/Epoksi kompozitlere göre yaklaşık % 14.5'lik artış tespit edilmiştir. Ajaj ve ark. (2013) çalışmalarında CTP epoksi içerisine belirli katkı oranlarında nanosilika takviye ederek yorulma dayanımlarını incelemişler ve maksimum yorulma dayanımının %3-5 katkı oranları aralığında olduğunu tespit etmislerdir [13]. Böger ve ark.(2010) CTP epoksi kompozitlere nanosilika katkı oranını %0.3 olarak belirlemişler ve yaptıkları testler sonucunda çekme dayanımında %16'lık artış elde etmişlerdir [6]. Wei ve ark. (2011) bazalt elyaf takviyeli kompozitlere %5 nanosilika katkısı yaparak çekme dayanımında %15 artış elde etmişlerdir [11]. Demirci ve ark. yapmış oldukları çalışmada bazalt elyaf takviyeli kompozitlere yaptıkları %4 oranında nanosilika katkısıyla, halka çekme deney sonuçlarında maksimum teğetsel gerilmede %30.3'lük artış elde etmişlerdir [14]. Subagia ve ark. (2014) bazalt elyaf takviyeli kompozitlere % 2'ye kadar nanosilika katkısı yapmışlardır ve deney sonuçlarına göre %2 nanosilika katkısıyla çekme dayanımında %5.9, eğme dayanımında 10.2, uzama miktarında %1.3 artış gözlemlemişlerdir [8-9]. Bozkurt ve ark (2017) sıcak pres metoduyla ürettikleri Cam/Epoksi kompozitlerin % 2 nanosilika katkı oranında maksimum çekme dayanımını aldıklarını ve %8'lik artış meydana geldiğini bununla birlikte en yüksek birim uzamanın da yine %2 katkı oranında elde edildiğini kayıtlara geçirmişlerdir [15]. Yapılan çalışmada çekme dayanımlarının elde edilen sonuçlar ile literatürün benzerlik gösterdiği yorumlanmıştır.



Şekil 6. Nanosilika katkılı Cam/Epoksi kompozitlerin kırılma yüzeyleri.

Şekil 6'da nanosilika katkılı Cam/Epoksi kompozitlerin kırılma davranışların kırılma yüzeyi incelenmiştir. Elyaf kırılması mekanizmasının etkin olduğu ve kırılmaların kırmızı çizgilerle de gösterildiği üzere düzlemsel olarak gerçekleştiği görülmektedir. Elyaf sıyrılması ve elyaf/matris arayüzey ayrılması hasar mekanizmalarının Nanosilika katkılı Cam/Epoksi kompozitlerde, katkısızlara göre etkin hasar şekli olmadığı, hasarın blok halinde gerçekleştiği anlaşılmaktadır. Nanosilikalar elyaf ile matris arasında iyi bir ara yüzey dayanımı sağlayarak kırılma hasarlarının bu şekilde meydana geldiği yorumlanmıştır.



Şekil 7. Cam/Epoksi kompozitlerin kırılma yüzeyleri

Şekil 7 incelendiğinde ise katkısız Cam/Epoksi kompozitlerin kırılma yüzeylerinde Elyaf/Matris arayüzey ayrılması ile birlikte elyaf sıyrılması hasar mekanizmalarının etkin rol oynadığı görülmektedir. Kırılma yüzeyinde, nanosilika katkılı Cam/Epoksi kompozitlerde gözlenenin aksine kırılmaların düzlemsel olarak değil fırça ucu halinde gerçekleştiği görülmektedir [1-16]. Kırmızı çizgilerle de gösterildiği üzere hasar farklı kısımlara yayılmış ve katmanlar arasında ayrılmalar yani delaminasyonlar tespit edilmiştir.

Kırılma Yüzeylerinin Fırça Ucu Hali Alması



Arayüzey Dayanımı Yüksek Kırılma Formu

Şekil 8. Nanosilika katkılı ve katkısız Cam/Epoksi kompozitlerin kırılma yüzeylerinin şematik gösterimi [1, 16].

Kırılma yüzeylerinin fırça ucu halinde olduğu katkısız Cam/Epoksi kompozitler ve düzlemsel halde görüldüğü nanosilika katkılı Cam/Epoksi kompozitlerin iki farklı kırılma formu sergilemesinin sebebinin, epoksi içerisine ilave edilen nanosilika partikülleri olduğu anlaşılmaktadır (Şekil 8). Matris içinde yayılan nanosilika partikülleri elyaflar üzerinde pürüzlülük oluşturarak matrisin bu girinti ve çıkıntılara tutunmasını sağlamakta ve ara yüzey dayanımını güçlendirdiği düşünülmektedir [1]. Daha iyi arayüzey bağının oluşmasıyla, yükün elyaflar üzerinde daha geniş bir alana daha hızlı şekilde transfer edildiği yorumlanmıştır. Bu sayede yüksek çekme dayanımlarına sahip elyafların performansını kompozite daha iyi aktarabilmesi, yükün daha geniş alana dağıtılması ve yüksek çekme dayanımları sergilemesi Şekil 4'de ve kırılmanın düzlemsel halde gerçekleştiği Şekil 6 görülmektedir. Yapılan araştırmalar neticesinde nanosilikaların epoksi içerisine belirli oranlarda katılması, matrisinde dayanım değerlerinin yükselmesini sağlamaktadır. Bu durumda nanosilika partikülleri hem elyaf/matris ara yüzeyi dayanımını arttırarak hem de reçine dayanımını arttırarak aslında kompozitin her iki bileşenini de güçlendirerek nihai sonuçlara etki ettiği kanısına ulaşılmıştır.

Nanosilika partiküllerin çatlak saptırıcı özelliğinin olduğu, meydana gelen mikro çatlakların önünü keserek ve yuvarlak formu sayesinde çatlakları farklı yönlere dağıtarak makro çatlakların oluşmasını zorlaştırdığı yorumlanmaktadır [1, 6,-15]. Bu sayede mikro çatlakların birleşip, tek bir noktadan makro çatlak olarak ilerlemesini önlediği, elyaf sıyrılma ve elyaf/matris ara yüzey dayanımını arttırarak, Şekil 7.'de görülen kırılma yüzeyinin fırça halini alması yerine, yükün daha iyi dağıtılmasını sağlayarak, elyaf kırılması hasarının daha etkin hale getirdiği ve Şekil 6. da görülen düzlemsel kırılma yüzeyinin elde edilmesini sağladığı yorumu yapılmıştır.

4. Sonuçlar

Ağırlıça % 4 nanosilika katkılı Cam/Epoksi kompozitler ve katkısız Cam/Epoksi kompozitlerin ASTM D3039/D3039 standartlarına uygun olarak çekme deneyleri ile birlikte hasar analizleri yapılmış elde edilen sonuçlar aşağıda maddeler halinde sunulmuştur.

- Çekme deneyleri neticesinde ağırlıkça %4 nanosilika katkılı Cam/Epoksi kompozitlerde ortalama 490 MPa, katkısız Cam/Epoksi kompozitlerde 375 MPa çekme dayanımı elde edilmiştir.
- Nanosilika katkılı Cam/Epoksi kompozitlerin çekme dayanımlarında katkısız Cam/Epoksi kompozitlere kıyasla %30 artış tespit edilmiştir.
- Birim uzama değerlerine bakıldığında, katkısız Cam/Epoksi kompozitlerde % 0.097 mm/mm değeri elde edilirken nanosilika katkılı Cam/Epoksi kompozitlerde 0.111 mm/mm birim uzama elde edilerek %14.5 artış tespit edilmiştir.
- Yapılan hasar analiz neticesinde nanosilika katkılı Cam/Epoksi kompozitlerin kırılma yüzeyinde elyaf kırılması hasarının daha yoğun olduğunu görülmüştür.
- Katkısız Cam/Epoksi kompozitlerde elyaf sıyrılması ve elyaf/matris ara yüzey ayrılması mekanizmasının daha yoğun olduğu tespit edilmiştir.

Teşekkür

Gerçekleştirilen bu makale çalışması Osman AYDOĞUŞ' un yüksek lisans tezinden faydalanılarak türetilmiştir.

Kaynaklar

[1] Demirci MT. The effects of SiO₂ nanoparticle addition on the fatigue behaviors of surface cracked and uncracked basalt fiber reinforced composite pipes, Ph. D. Thesis.

Konya, Turkey: The Graduate School of Natural and Applied Science of Selcuk University the Degree of Doctor of Philosophy in Metallurgical and Materials Engineering, 2015.

- [2] W. D. ve Rethwisch, D. G., Malzeme Bilimi ve Mühendisliği (8 th), 2013 627-657.
- [3] Demirci İ. Avcı A. Deniz suyu korozyon ortamında bazalt/epoksi kompozitlerin mekanik davranışlarının incelenmesi. Selçuk Teknik Dergisi 2017; 2(16);44-54.
- [4] Gemi, L., Filaman sarım CTP boruların iç basınç etkisi altında yorulma davranışı, Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, (2004) Konya.
- [5] Şahin, Y., , Kompozit malzemelere giriş, Gazi Kitapevi, Ankara. (2000).
- [6] Böger, L., Sumfleth, J., Hedemann, H., Schulte, K., Improvement of fatigue by incorporation of nanoparticles in glass fibre reinforced epoxy, Composites: Part A 2010; 41, 1419-1424.
- [7] Manjunatha, C.M., Taylor, A.C., Kinloch, A.J., Sprenger, S., The tensile fatigue behaviour of a silica nanoparticle-modified glass fibre reinforced epoxy composite, Composite Science and Technology (2010)70, 193-199.
- [8] Subagia, I.D.G.A., Kim, Y., Tijing, L.D., Kim, C.S., Shan, H.K., Effect of stacking sequence on the flexural properties of hybirid composites reinforced with carbon and basalt fibers, Composite Part B: Engineering (2014) 58, 251-258.
- [9] Subagia, I.D.G., Tijing, L.D., Kim, Y., Kim, C.S., Vista, F.P., Shan, K.H., Mechancal performance of multiscale basalt fiber-epoxy laminates containing tourmaline micro/nano particles, Composites:Part B (2014)58, 611-617.
- [10] Tsai, J.L. and Cheng, Y.L., Investigating silica nanoparticle effect on dynamic and quasi-static compressive strengths of glass fiber/epoxy nanocomposites, Journal of Composite Materials (2009), 43, 3143-3155.
- [11] Wei, B., Song, S., Cao, H., Strengthening of basalt fibers with nano-SiO₂-epoxy composite coating, Materials and Design (2011) 32, 4180-4186.
- [12] Aydoğuş, O., Investigation of Mechanical Behavours of Nanographene/Silica Filled Hybride Composites, MSc. Thesis. Konya, Turkey: The Graduate School of Natural and Applied Science of Selcuk University the Degree of Master of Science in Metallurgical and Materials Engineering, 2019.

- [13] Ajaj, A.E., Jubier, N.J., Majeed, K.J., Fatgiue behaviour of epoxy/SiO2 nanocomposites reinforced with E-glass fiber, International Journal of Application or Innovation in Engineering and Management (2013);2; 62-69.
- [14] Demirci, M. T., Tarakçıoğlu, N., Avcı, A., Akdemir, A., & Demirci, I. (2017). Fracture toughness (Mode I) characterization of SiO2 nanoparticle filled basalt/epoxy filament wound composite ring with split-disk test method. Composites Part B: Engineering(2017), 119, 114-124.
- [15] Bozkurt Ö.Y., Al-Azzawi W. K., Ozbek Ö. The Effect of nanosilica on tensile and flexural behavior of glass fiber reinforced composite laminates. Proceedings of Academics World International Conference, Lisbon, Portugal, 11th-12th July 2017.
- [16] Gamstedt, E.K., Andersen, S. I, Fatigue degradation and failure of rotating composite structure-materials characterisation and underlying mechanisms, Riso National Laboratory (2001)Riso-R-1261(EN) report, 1-55.