

## **POLİAMİD 6/6 (PA 66) MİKROFİBERLER İLE TOKLAŞTIRILMIŞ TABAKALI KOMPOZİTLERİN MOD-I DELAMİNASYON DİRENCİNİN İSTATİKSEL ANALİZİ**

**Bertan BEYLERGİL<sup>1,2</sup> (ORCID: 0000-0002-3204-6746)\***  
**Metin TANOĞLU<sup>2</sup> (ORCID: 0000-0001-9770-1302)**  
**Engin AKTAŞ<sup>3</sup> (ORCID: 0000-0002-5706-2101)**

<sup>1</sup>Alanya Alaaddin Keykubat Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, 07425, Alanya, Antalya, Türkiye

<sup>2</sup>İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsü, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, 35430, İzmir, Türkiye

<sup>3</sup>İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsü, Mühendislik Fakültesi, İnşaat Mühendisliği Bölümü, 35430, İzmir, Türkiye

**Geliş / Received:** 07.05.2018

**Kabul / Accepted:** 30.07.2018

### **ÖZ**

Fiber takviyeli kompozitler, ağırlıklarına oranla yüksek mukavemet ve rijitlikleri nedeniyle uzay ve otomotiv yapısal parçalarında yaygın olarak kullanılmaktadır. Delaminasyon, bu kompozitlerde görülen en yaygın ve kritik hasar modudur. Bu kompozitlerin delaminasyon direncini arttırmak amacıyla, nanokatıklar ile epoksi toklaştırması, dikişleme, z-pimler ve arayüzeyde mikro/nanofiber kullanılması gibi pek çok sayıda teknik geliştirilmiştir. Bu çalışmada, poliamid 6/6 (PA 66) mikrofiberler ile toklaştırılmış karbon fiber/epoksi kompozitlerin Mode-I delaminasyon direnci Weibull dağılımı kullanılarak istatistiksel olarak analiz edilmiştir. Test verilerinin istatistiksel olarak değerlendirilmesi sonucunda PA 66 mikrofiberlerin kullanılmasının %90 güven seviyesinde kırılma tokluğunu yaklaşık %445 mertebesinde arttırdığı gözlemlenmiştir.

**Anahtar kelimeler:** Tabakalı kompozitler, Mikrofiberler, Kırılma tokluğu, Weibull dağılımı, İstatistiksel analiz

## **STATISTICAL ANALYSIS OF MODE-I DELAMINATION RESISTANCE OF LAMINATED COMPOSITES TOUGHENED BY POLYAMIDE 6,6 (PA 66) MICROFIBERS**

### **ABSTRACT**

Fiber reinforced composites are being extensively used in many applications such as aerospace and automotive structural components due to their specific strength and stiffness. Delamination is the most common and critical failure mode observed in these composites. Many different methods such as epoxy toughening by nanofillers, stitching, z-pinning and micro/nanofiber interleaving have been developed to improve their delamination resistance. In this study, the Mode-I delamination resistance of carbon fiber/epoxy composites toughened by polyamide 6/6 (PA 66) microfibers has been statistically analyzed using Weibull distribution. The statistical analyses of the test data showed that the use of PA 66 microfibers could improve Mode-I fracture toughness by as much as 445% at a 90% confidence level.

**Keywords:** Laminated composites, Microfibers, Fracture toughness, Weibull distribution, Statistical analysis

\*Corresponding author / Sorumlu yazar. Tel.: +90242 5106060; e-mail / e-posta: bertan.beylergil@alanya.edu.tr

## 1. GİRİŞ

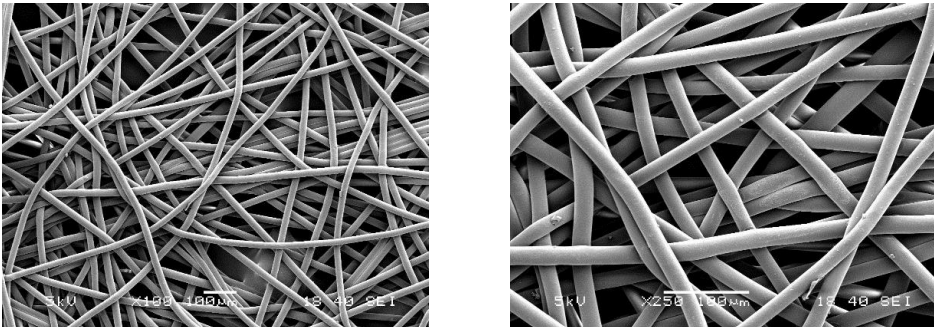
Karbon fiber takviyeli kompozitler, özellikle savunma, havacılık ve uzay vb. uygulamalarında kullanılan yüksek performansı nedeniyle kritik öneme sahip malzemelerdendir. Laminalararası bölgenin kırılması (delaminasyon) fiber takviyeli kompozitlerde en yaygın görülen hasar modudur ve yapıda herhangi bir hasar belirtisi göstermeksizin ani ve yıkıcı bir şekilde gerçekleşir. Bu nedenle araştırmacılar kompozitlerin delaminasyon direncini arttırmak amacıyla çeşitli yöntemler geliştirmişlerdir. Bu yöntemler iki alt başlık halinde sıralanabilir; (i) mekanik yaklaşım ve (ii) malzeme yaklaşımı [1, 2].

Mekanik yaklaşım, dikişleme (stitching) ya da z-pimler, fiber kumaşlara endüstriyel tekstil makineleri ya da ultrasonik tabanca gibi farklı cihazlar kullanılarak yapılan ince pimlerin yerleştirilmesidir (tow). Malzeme yaklaşımında ise, epoksi matrisi sonikatör/manyetik karıştırıcı/yüksek kesme hızında karıştırıcı gibi cihazlar kullanılarak mikro ya da nano boyutta katkıları ile toklaştırılır. Mekanik yaklaşım tekniklerinde, kırılma tokluk değerleri önemli ölçüde artsa da [3-6], kompozit içyapısında meydana getirdikleri kusurlar (boşluklar, fiber diziliminde bozulmalar vb.) nedeniyle düzlemler arası mukavemet değerleri önemli ölçüde düşmektedir. Bir diğer teknik olan malzeme yaklaşımında ise en önemli problem, vakum infüzyon ya da reçine transfer kalıplama (RTM) gibi otoklav dışı imalat yöntemlerinde düşük ıslanabilirlik gibi sorunlar yaratan artan reçine viskozitesidir. Buna ek olarak, eklenen katkı nedeniyle düzlemler arası mukavemet değerlerinde ve kompozit camı geçiş sıcaklığında ( $T_{camsı}$ ) düşüşler görülebilir. Ayrıca, bu teknikte sıklıkla kullanılan grafen ve karbon nanotüp gibi katkıları insan sağlığına oldukça zararlı malzemelerdir [7-10]. Son yıllarda, laminalararası bölgede termoplastik malzemeden ikincil bir takviye elemanının kullanılması, bahsedilen problemlerin çözümünde avantaj sağladığından biliminsanları tarafından yaygın olarak çalışılmaktadır.

Termoplastik mikrofiberlerin, tabakalı kompozitlerde ikincil takviye elemanı olarak kullanıldığı çalışmalarda çatlak uzunluğu boyunca kırılma tokluğu değerlerinin fiber köprüleme etkisi nedeniyle değişimler gösterdiği bilinmektedir. Çatlak, mikrofiber arayüzeyinden daha zayıf fiber/epoksi arayüzeyine atladığında kırılma tokluğu değerlerinde önemli değişimler görülmektedir. Bu da daha güvenli bir tasarım için istatistiksel analiz gerekliliğini doğurmaktadır. Bu analizlerden Weibull dağılımı, özellikle seramik ve kompozit malzemelerin statik ve dinamik davranışının belirlenmesinde kullanılmaktadır. Delaminasyon hasarının 3 modu vardır: mod I (açılma modu), mod II (kayma modu) ve mod III (kesme modu). Mühendislik yapılarında en yaygın görülen çatlak ilerleme modu ise açılma modu yani Mod-I'dir. Buna ek olarak, en yaygın kullanılan test metodu çift ankastre kiriş numunesi kullanılarak yapılan mod I delaminasyon testidir. Bu çalışmada, PA 66 dokusuz kumaşlarla arayüzeyi modifiye edilmiş karbon fiber/epoksi kompozitlerin Mod-I çatlak ilerleme kırılma tokluğu verileri (GIC, prop), Weibull dağılımı kullanılarak istatistiksel analize edilmiştir.

## 2. MOD-I KIRILMA TOKLUĞU TESTLERİ

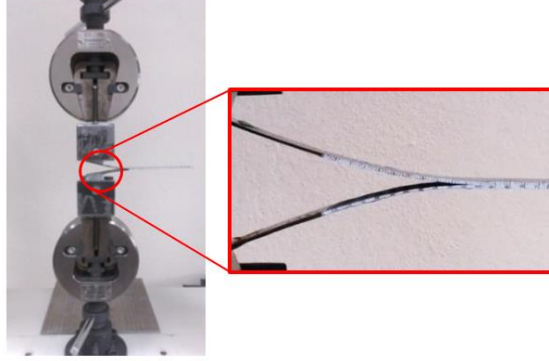
Referans ve PA 66 mikrofiberler ile modifiye edilmiş, dört tabakadan vakum infüzyon yöntemiyle üretilen karbon fiber/epoksi kompozit test numuneleri kullanılarak ASTM D3039 standardına uygun şekilde gerçekleştirilen, Mod-I kırılma tokluğu değerleri ( $G_{IC}$ ) istatistiksel olarak incelenmiştir. Referans ve PA 66 mikrofiber takviyeli kompozitler vakum infüzyon yöntemiyle üretilmişlerdir. PA 66 mikrofiber takviyeli kompozitlerin üretiminde, reçine enjeksiyonu öncesi PA 66 dokusuz kumaşlar (alansal yoğunluğu=50 g/m<sup>2</sup>, kumaş kalınlığı: 150µm) birincil takviye elemanı tek yönlü (UD) karbon kumaşların arasına yerleştirilmişlerdir. Numunelerin üretilmesi ve testlerin gerçekleştirilmesi ile ilgili daha detaylı bilgi [10] nolu referanstan elde edilebilir. Şekil 1'de PA 66 dokusuz kumaşlardan alınan numunelerin taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri verilmiştir.



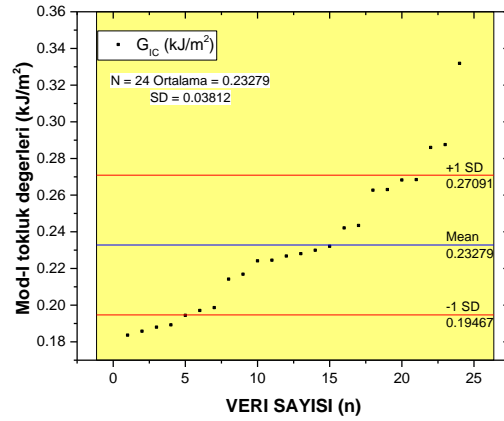
Şekil 1. PA 66 mikrofiberlerin SEM görüntüleri [7]

*POLİAMİD 6/6 (PA 66) MİKROFİBERLER İLE TOKLAŞTIRILMIŞ TABAKALI KOMPOZİTLERİN MOD-I DELAMİNASYON DİRENCİNİN İSTATİKSEL ANALİZİ*

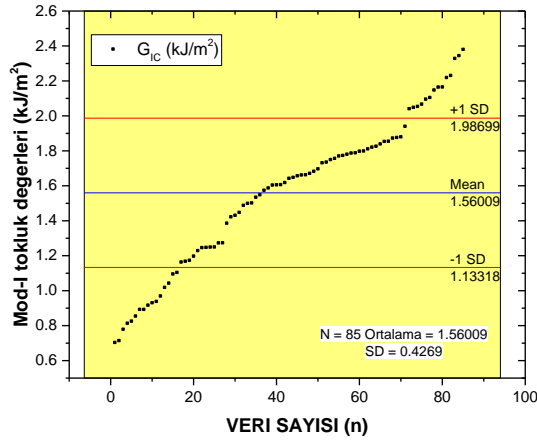
Şekil 2’de kompozit test numunesinin Mod-I kırılma yükü altındaki görüntüsü verilmiştir. Çatlak, yükleme boyunca gözlemlenir ve çatlak ilerlemesi boyunca kuvvet ve yer değiştirme değerleri kaydedilir. Çatlak başlangıç Mod-I kırılma tokluğu değeri ( $G_{IC}$ , başlangıç) ilerlemenin gözlemlendiği ilk değer olarak alınırken, çatlak ilerleme Mod-I kırılma tokluğu değeri ( $G_{IC}$ , ilerleme) verilerin ortalaması alınarak rapor edilir. Şekil 3’de referans ve PA 66 mikrofiberler ile toklaştırılmış numunelerin  $G_{IC}$  verileri sayısal olarak sıralanarak verilmiştir.



Şekil 2. ASTM D3039 standardına uygun olarak gerçekleştirilen Mod-I kırılma tokluğu test görüntüsü [7]



(a)



(b)

Şekil 3. (a) Referans ve (b) PA 66 mikrofiber (50 g/m<sup>2</sup>) takviyeli kompozitlerin Mod-I kırılma tokluk değerleri (Veriler küçükten büyüğe doğru sıralanmıştır) [7]

B. BEYLERGİL, M. TANOĞLU, E. AKTAŞ

Referans ve PA 66 mikrofiberler ile toklaştırılmış numunelerin ortalama çatlak ilerleme Mod-I kırılma tokluğu ( $G_{IC,ilerleme}$ ) değerleri sırasıyla 0.232 ve 1.560 kJ/m<sup>2</sup>'dir. Ortalama kırılma tokluğu değerleri gözönüne alındığında, çatlak ilerleme Mod-I kırılma tokluğu değeri ( $G_{IC,ilerleme}$ ) %572 mertebesinde artmıştır. Referans ve PA 66 mikrofiberler ile toklaştırılmış numunelerin standart sapma değerleri ise sırasıyla 0.038 ve 0.426 kJ/m<sup>2</sup>'dir. Görüldüğü gibi, PA 66 mikrofiberler ile toklaştırılmış numunelerde standart sapma değerleri referans numunelere kıyasla 11 kattan (tam olarak 11.21 kat) daha fazladır. Bunun nedeni çatlakın daha zayıf fiber/epoksi arayüzeyine atlamasından dolayı düşüş gösteren kırılma tokluğu değerleridir. Bu durumdan dolayı daha güvenli bir tasarım için söz konusu değerlerin istatistiksel analizi yapılması ihtiyacı ortaya çıkmaktadır.

### 3. WEIBULL DAĞILIMI

Weibull dağılımı, ilk olarak W. Weibull tarafından malzeme özelliklerinin modellenmesi amacıyla ortaya atılmış; günümüzde biyoloji, mühendislik ve kalite kontrol gibi birçok alanda deneysel verilerin yorumlanmasında kullanılmaktadır [11]. Bu çalışmada kullanılan iki parametrelili Weibull dağılımının olasılık yoğunluk fonksiyonu, kümülatif dağılım fonksiyonu ve güvenilirlik fonksiyonu sırasıyla Denklem (1), Denklem (2) ve Denklem (3)'de verilmiştir [12].

$$f(x; \alpha, \beta) = \left(\frac{\beta}{\alpha}\right) \left(\frac{x}{\alpha}\right)^{\beta-1} \left\{ \exp\left(-\frac{x}{\alpha}\right)^\beta \right\}, x > 0, \alpha > 0, \beta > 0 \quad (1)$$

$$F(x) = 1 - \left\{ \exp\left(-\frac{x}{\alpha}\right)^\beta \right\} \quad (2)$$

$$R(x) = \left\{ \exp\left(-\frac{x}{\alpha}\right)^\beta \right\} \quad (3)$$

Burada  $\alpha$  ve  $\beta$  sırasıyla ölçek ve biçim parametresidir. Bu çalışmada, bu parametrelerin belirlenmesi için lineer regresyon metodu kullanılmıştır. Lineer regresyon metodunda, iki kez logaritma alınarak Denklem (4)'de gösterilen  $Y=mX+r$  formunda model elde edilir [12].

$$\ln \left[ \ln \left( \frac{1}{1 - f(x; \alpha, \beta)} \right) \right] = c \ln(x) - c \ln(b) \quad (4)$$

$f(x; \alpha, \beta)$  olasılık fonksiyonu,  $n$  tane deney verisinin küçükten büyüğe sıralanmasıyla,  $x_{(i)}$  en küçük deney kırılma tokluğu değeri için, medyan  $f(x_{(i)}; \alpha, \beta)$  aşağıdaki gibi hesaplanır (Denklem 5). En küçük kareler metodu ile  $(X, Y)$ , Denklem (6)'daki gibi hesaplanır. Hesaplanan her  $(X, Y)$  değerleri kümesine lineer regresyon yapılarak  $\alpha$  ve  $\beta$  parametreleri belirlenir [12].

$$\hat{f}(x_{(i)}; \alpha, \beta) = \frac{i - 0.3}{n + 0.4} \quad (5)$$

$$(X, Y) = \left( \ln(x_{(i)}), \ln \left[ \ln \left( \frac{1}{1 - \hat{f}(x_{(i)}; \alpha, \beta)} \right) \right] \right) \quad (6)$$

### 4. İSTATİSTİKSEL ANALİZ

Tablo 1'de yapılan lineer regresyon istatistikleri gösterilmiştir. Referans kompozit verileri için R kare ve düzeltilmiş R kare değerleri sırasıyla 0.8775 ve 0.8719 olarak belirlenmiştir. PA 66 mikrofiber ile toklaştırılmış numunelerin R kare ve düzeltilmiş R kare değerleri sırasıyla 0.9719 ve 0.9716 olarak belirlenmiştir. Referans ve PA 66 mikrofiber ile toklaştırılmış kompozit verilerinin standart sapma değerleri sırasıyla 0.423 ve 0.2088 olarak tespit edilmiştir. Şekil 4'de doğrusal regresyon sonuçları referans ve PA 66 mikrofiber takviyeli kompozitlerin kırılma tokluğu değerleri için gösterilmiştir. Biçim parametresi  $\beta$ , lineer doğrunun eğimi olup referans ve PA 66

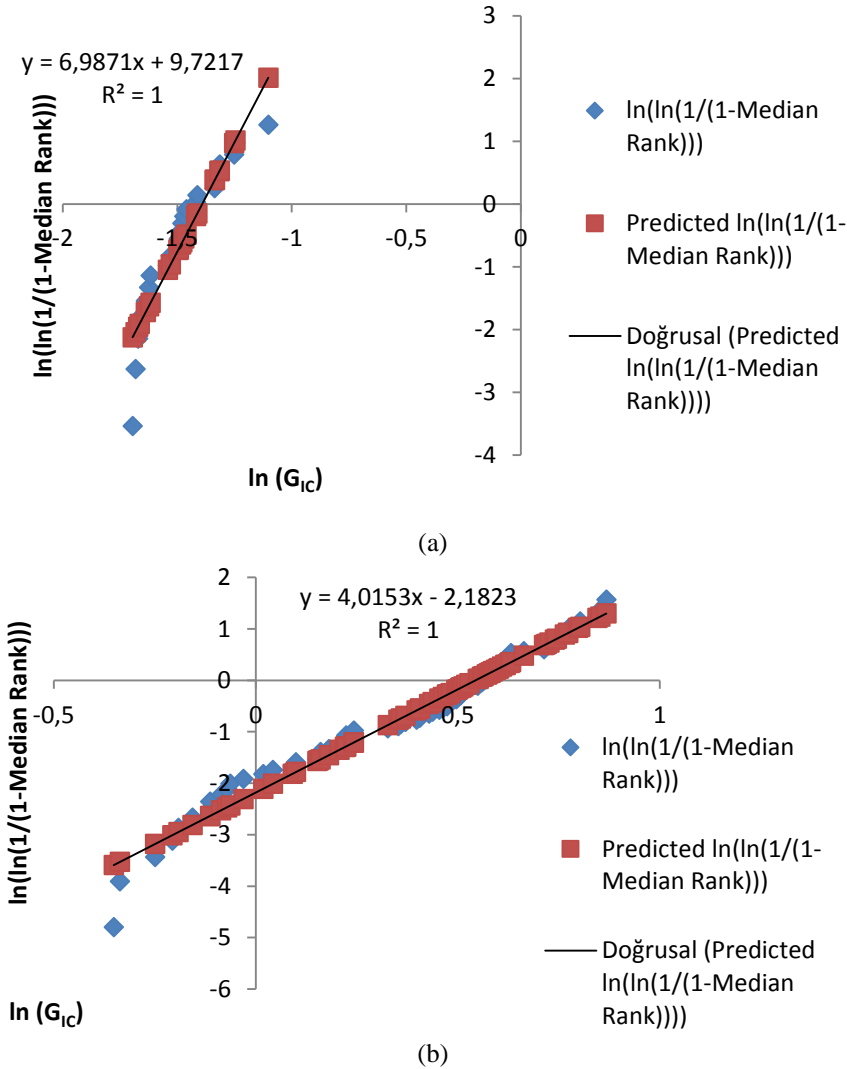
*POLİAMİD 6/6 (PA 66) MİKROFİBERLER İLE TOKLAŞTIRILMIŞ TABAKALI KOMPOZİTLERİN MOD-I DELAMİNASYON DİRENCİNİN İSTATİKSEL ANALİZİ*

mikrofiber ile toklaştırılmış kompozit için sırasıyla 6.9871 ve 4.0153 olarak belirlenmiştir.  $\alpha$  ölçek parametresi ise Denklem (7) kullanılarak elde edilmiştir. Ölçek parametresi  $\alpha$ , referans ve PA 66 mikrofiber ile toklaştırılmış kompozit için sırasıyla 0.2487 ve 1.7220 olarak belirlenmiştir.

$$\alpha = \exp\left(\frac{-r}{\beta}\right) \tag{7}$$

**Tablo 1.** Regresyon istatistikleri

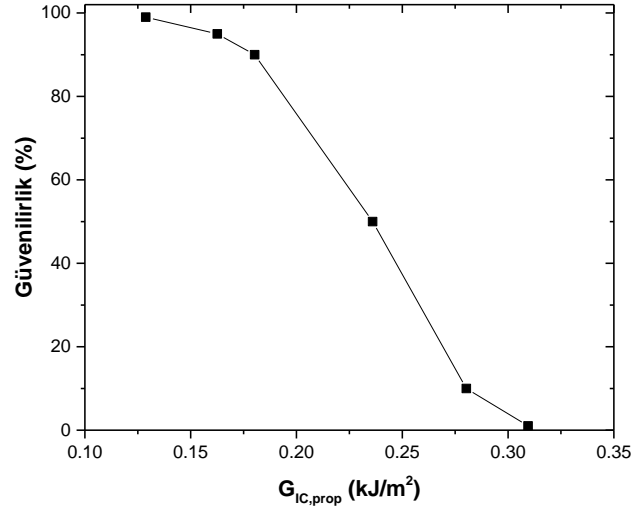
	Multiple-R	R <sup>2</sup>	Adjusted R <sup>2</sup>	Standard sapma	Veri sayısı (n)
<b>Referans kompozit</b>	0.936771916	0.877541623	0.871975333	0.423546307	24
<b>PA 66 mikrofiber takviyeli kompozit</b>	0.985889	0.971977	0.97164	0.2088	85



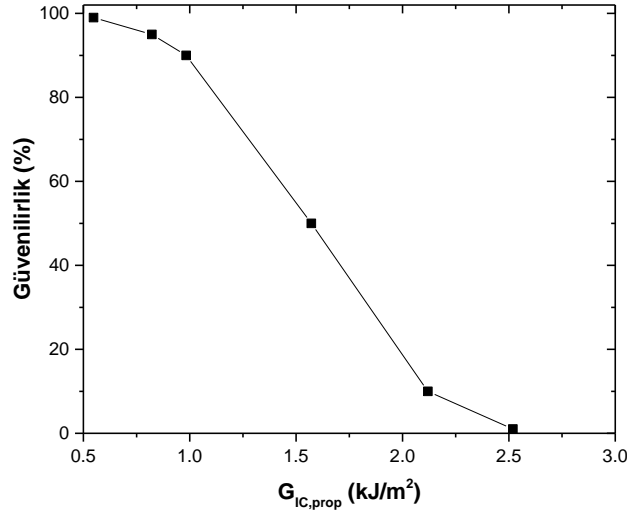
**Şekil 4.** Lineer regresyon sonuçları (a) Referans ve (b) PA 66 mikrofiber (50 g/m<sup>2</sup>) takviyeli kompozitler

Şekil 5’de güvenilirlik derecesine göre referans ve PA 66 mikrofiber ile güçlendirilmiş kompozitlerin çatlak ilerleme kırılma tokluğu ( $G_{IC, prop}$ ) değerleri gösterilmiştir. Görüldüğü gibi, güvenilirlik derecesi arttıkça kırılma tokluğu değerlerinde düşüş görülmektedir.

B. BEYLERGİL, M. TANOĞLU, E. AKTAŞ



(a)



(b)

**Şekil 5.** (a) Referans ve (b) PA 66 mikrofiber (50 g/m<sup>2</sup>) takviyeli kompozitlerin farklı güvenilirlik derecelerine göre kırılma tokluğu değerleri

Tablo 2’de farklı güvenilirlik dereceleri için kırılma tokluğu değerleri gösterilmiştir. Ortalama değer gözönüne alındığında mikrofiberlerin kompozitin kırılma tokluğunu %572 mertebesinde arttırdığı görülmektedir.

	%1	%10	%50	%90	%95	%99
<b>Referans kompozit</b>	0.309496817	0.28026726	0.236020809	0.180241964	0.16259744	0.128765928
<b>PA 66 mikrofiber takviyeli kompozit</b>	2.518917977	2.119550209	1.571786509	0.983189369	0.821828289	0.547628949

**Tablo 2.** Farklı güvenilirlik derecelerine göre kırılma tokluğu değerleri

*POLİAMİD 6/6 (PA 66) MİKROFİBERLER İLE TOKLAŞTIRILMIŞ TABAKALI KOMPOZİTLERİN MOD-I DELAMİNASYON DİRENCİNİN İSTATİKSEL ANALİZİ*

Kompozitlerin ortalama kırılma tokluğu değerleri dikkate alındığında güvenilirlik derecesi %50 seviyelerinde olmaktadır. Ancak %90 güvenilirlik için referans kompozitin kırılma tokluğu değeri 0.1802 kJ/m<sup>2</sup> iken, PA 66 mikrofiber ile toklaştırılmış kompozitin kırılma tokluğu değeri bu güvenilirlik seviyesi için 0.983 kJ/m<sup>2</sup> olmaktadır. Bu da %445'lük bir artış anlamına gelmektedir. Buna göre daha güvenli bir tasarım için ortalama değer yerine istatistiksel analizin yapılmasının gerekliliğini ispatlamaktadır.

**5. SONUÇLAR**

Bu çalışmada, poliamid 6/6 (PA 66) mikrofiberler ile toklaştırılmış karbon fiber/epoksi kompozitlerin Mode-I delaminasyon direnci Weibull dağılımı kullanılarak istatistiksel olarak analiz edilmiştir. Test verilerinin istatistiksel olarak değerlendirilmesi sonucunda daha güvenli bir tasarım için istatistiksel analizin önemi ortaya konmuş, mikrofiberler ile toklaştırılmış kompozitlerin kırılma tokluğunun belirlenmesinde kullanılan ortalama değer yerine istatistiksel analiz yapılması gerektiği gösterilmiştir. PA 66 mikrofiberlerin kullanılmasının %90 güven seviyesinde kırılma tokluğunu yaklaşık %445 mertebesinde arttırdığı gözlemlenmiştir.

**KAYNAKLAR**

- [1] GREENHALGH, E. S., ROGERS C., ROBINSON, P. Fractographic observations on delamination growth and the subsequent migration through the laminate, *Composite Science and Technology*, 69, 2345–2351, 2009.
- [2] GREENHALGH, E. S. In *Woodhead Publishing Series in Composites Science and Engineering*; CRC Press: Boca Raton, FL, 164–165, 2009.
- [3] KANG, T. J., LEE, S. H. Effect of stitching on the mechanical and impact Properties of woven Laminate Composite, *Journal of Composite Materials*, 28(16), 1574–1587, 1994.
- [4] YUDHANTO, A., WATANABE, N., IWAHORİ, Y., HOSHİ, H. Compression properties and damage mechanisms of stitched carbon/epoxy composites, *Composites Science and Technology*, 86: 52–60, 2013.
- [5] MOURITZ, A. P. Review of z-pinned composite laminates, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 38(12), 2383-2397, 2007.
- [6] STEEVES, C, FLECK, N. Z-pinned composite laminates. Knock down in compressive strength. Fifth deformation and fracture of composites, London: ImechE. 1999.
- [7] BEYLERGİL, B. Toughening of carbon fiber based composites with electrospun fabric layers, Doktora Tezi, İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsü, 2017.
- [8] BEYLERGİL, B., TANOGLU, M. and AKTAŞ, E. “Enhancement of interlaminar fracture toughness of carbon fiber/epoxy composites using polyamide 6/6 electrospun nanofibers”, *Journal of Applied Polymer Science*, 134(35), 45244, 2017.
- [9] BEYLERGİL, B., TANOGLU, M. and AKTAŞ, E. “Modification of carbon fiber epoxy composites by polyvinyl alcohol (PVA) based electrospun nanofibers”, *Advanced Composites Letters*, , 26(3), 69-76, 2016.
- [10] BEYLERGİL, B., TANOGLU, M. and AKTAŞ, E. “Effect of polyamide-6,6 (PA 66) nonwoven veils on the mechanical performance of carbon fiber/epoxy composites”, *Composite Structures*, 194, 21-35, 2018.
- [11] KURBAN, M., KANTAR, Y. M., HOCAOGLU, F.O. “Weibull dağılımı kullanılarak rüzgar hız ve güç yoğunluklarının istatistiksel analizi”, *Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, 7 (2) , 205-218, 2007.
- [12] DİRİKOLU, H, AKTAS, A. Statistical analysis of fracture strength of composite materials using weibull distribution. *Tr. J. Eng. Environ. Sci.* 26, 45–48, 2002.