



Effect of functionalized boron nanoparticles on the adhesively bonded single lap composite joints

Kürşat Gültekin*¹, Mustafa Enes Yazıcı¹

Department of Mechanical Engineering, Ondokuz Mayıs University, Samsun, 55270, Turkey

Highlights:

- Boron nanoparticles reinforced adhesive joints
- Mechanical properties of composite joints
- Failure load increase

Keywords:

- Boron nanoparticles
- Adhesives
- Composites
- Tensile test
- Failure load

Graphical/Tabular Abstract

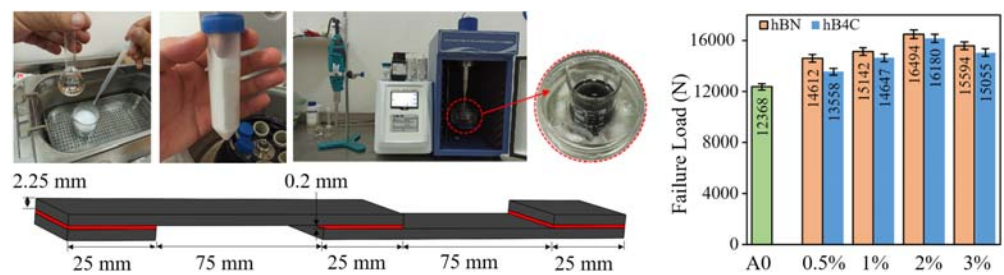


Figure A. Production of adhesively bonded single lap composite joints

Article Info:

Research Article
Received: 26.12.2020
Accepted: 18.05.2021

DOI:

10.17341/gazimmfd.847462

Acknowledgement:

This study was supported by The Scientific and Technological Research Council of Turkey (Project number: 119M939) and Ondokuz Mayıs University, Scientific Researched Project Department (Project number: PYO.MUH.1904.20.015)

Correspondence:

Author: Kürşat Gültekin
e-mail:
kursat.gultekin@omu.edu.tr
phone: +90 362 312 1919

Purpose: This study aims to develop a new nanocomposite adhesive by reinforcing hexagonal boron nitride (hBN) and boron carbide (hB₄C) nanoparticles into epoxy and examine the effect on adhesively bonded joints for the first time in literature. For this purpose, the surface of boron nanoparticles was functionalized with silane coupling agents to obtain homogenous dispersion and better adhesion of the nanoparticles, and then nano modified adhesives were produced with the newly developed mixing method. Adhesively bonded joints were prepared and tested to see the effect of boron particles on the different adhesive and adhesively bonded joints.

Theory and Methods:

In this experimental study, hBN nanoparticles were functionalized using 3-(aminopropyl) triethoxysilane and hB₄C nanoparticles were functionalized by using 3-(glycidylxypropyl) trimethoxysilane compound. New nanocomposite adhesives were manufactured by adding functionalized boron nanoparticles into two different epoxy adhesives with different viscosity values (Araldite 2011 and MGS-LR285) at 0.5%, 1%, 2% and 3% proportions by weight. Single lap joints were produced using the new enhanced nanocomposite adhesives and plain woven carbon fiber composites. Tensile test was carried out according to ASTM D1002 standard in order to determine mechanical properties of the adhesively bonded neat and reinforced joints.

Results:

According to experimental results, failure load of the joints increased 33% and 31% with the addition of 2 wt.% functionalized hBN and hB₄C nanoparticles into Araldite 2011 adhesive, respectively. Similarly, failure load of joints increased 31% and 52%, with the addition of 2 wt.% functionalized hBN and hB₄C nanoparticles into MGS-LR285 adhesive, respectively. In addition, special cohesive failure was seen at the failure surface of composite adherend for all samples.

Conclusion:

Tensile test results showed that functionalized boron nanoparticles increased the failure loads and displacement of the adhesively bonded joints remarkably. Additionally, it was observed that the failure loads of the joints vary depending on the type of boron nanoparticles, the reinforcement ratio and the viscosity value of the adhesives.



Fonksiyonelleştirilmiş bor nanopartiküllerinin yapıştırıcıyla birleştirilmiş tek tesirli kompozit bağlantılar üzerinde etkisi

Kürşat Gültekin*^{ID}, Mustafa Enes Yazıcı^{ID}

Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, 55270, Atakum, Samsun, Türkiye

Ö N E Ç I K A N L A R

- Bor nanopartikülleri takviyeli yapıştırma bağlantıları
- Kompozit bağlantıların mekanik özellikleri
- Hasar yükü artışı

Makale Bilgileri

Araştırma Makalesi

Geliş: 26.12.2020

Kabul: 18.05.2021

DOI:

10.17341/gazimmfd.847462

Anahtar Kelimeler:

Bor nanopartikülleri,
yapıştırıcı,
kompozit,
çekme testi,
hasar yükü

ÖZ

Yapılan bu çalışmada; hegzagonal bor nitür (hBN) ve hegzagonal bor karbür (hB₄C) nanopartiküllerinin yapıştırma bağlantıları üzerine etkisi araştırılmıştır. Nanopartiküllerin epoksi yapıştırıcı içerisinde homojen dağılımının sağlanması ve adhezyonunun iyileştirilmesi amacıyla, hBN nanopartikülleri 3-(aminopropyl) triethoxysilane, hB₄C nanopartikülleri ise 3-(glycidyoxypropyl) trimethoxysilane bileşiği kullanılarak fonksiyonelleştirilmiştir. Fonksiyonelleştirilen nanopartiküller, farklı viskozite değerine sahip iki farklı epoksi yapıştırıcı içerisine (Araldite 2011 ve MGS-LR285), ağırlıkça %0,5, %1, %2 ve %3 oranlarında katılarak yeni nanokompozit yapıştırıcılar üretilmiştir. Geliştirilen nanokompozit yapıştırıcılar ve üretilen düz dokuma karbon fiber kompozitler kullanılarak tek tesirli yapıştırma bağlantıları üretilmiştir. Yapıştırma bağlantılarının mekanik özellikleri ASTM D1002 standardına göre yapılan çekme testi ile belirlenmiştir. Çalışma sonuçları incelendiğinde, fonksiyonelleştirilen hBN ve hB₄C nanopartikülleri ile birleştirilmiş bağlantıların hasar yükünde önemli artış sağlandığı görülmüştür. Hasar yüklerindeki bu artışın bor nanopartiküllerine, partiküllerin katkı oranına ve yapıştırıcının türüne bağlı olarak değiştiği görülmektedir. Araldite 2011 yapıştırıcısı içerisine ağırlıkça %2 oranında fonksiyonelleştirilmiş hBN ve hB₄C nanopartikülleri katkısıyla bağlantıların hasar yükünde sırasıyla %33 ve %31 oranlarında artış elde edilmiştir. Benzer şekilde MGS-LR285 yapıştırıcısı içerisine %2 oranında fonksiyonelleştirilmiş hBN ve hB₄C nanopartikülleri katkısıyla ise bağlantıların hasar yükleri sırasıyla %31 ve %52 oranlarında artmıştır.

Effect of functionalized boron nanoparticles on the adhesively bonded single lap composite joints

H I G H L I G H T S

- Boron nanoparticles reinforced adhesive joints
- Mechanical properties of composite joints
- Failure load increase

Article Info

Research Article

Received: 26.12.2020

Accepted: 18.05.2021

DOI:

10.17341/gazimmfd.847462

Keywords:

Boron nanoparticles,
adhesive,
composite,
tensile test,
failure load

ABSTRACT

In this study, the effects of hexagonal boron nitride (hBN) and hexagonal boron carbide (hB₄C) nanoparticles on adhesive joints were investigated. In order to increase uniform distribution and adhesion of nanoparticles in epoxy adhesive, hBN nanoparticles were functionalized by using 3-(aminopropyl) triethoxysilane and hB₄C nanoparticles were functionalized by using 3-(glycidyoxypropyl) trimethoxysilane compound. New nanocomposite adhesives were manufactured by adding functionalized nanoparticles into two different epoxy adhesives with different viscosity values (Araldite 2011 and MGS-LR285) at 0.5%, 1%, 2% and 3% proportions by weight. Single lap adhesive joints were produced with using the new enhanced nanocomposite adhesives and plain woven carbon fibre composites. In order to determine the mechanical properties of the adhesive joints, tensile test was carried out according to ASTM D1002 standard. When the results of the study were examined, it was seen that failure loads of adhesive joints increased by using hBN and hB₄C nanoparticles. It can be seen that increase in failure loads depend on reinforcement ratio, types of boron particles and adhesives. The failure load of the joints increased 33% and 31% with the addition of 2 wt.% functionalized hBN and hB₄C nanoparticles into Araldite 2011 adhesive, respectively. Similarly, the failure load of joints increased 31% and 52%, with the addition of 2 wt.% functionalized hBN and hB₄C nanoparticles into MGS-LR285 adhesive, respectively.

*Sorumlu Yazar/Yazarlar / Corresponding Author/Authors : kursat.gultekin@omu.edu.tr, mustafaenesyazici1@gmail.com /

Tel: +90 362 312 1919

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Aynı veya farklı malzemeleri birleştirmek için perçin, civata, kaynak vb. gibi yöntemlere ek olarak, son yıllarda yapıştırma bağlantıları yaygın bir şekilde kullanılmaya başlanmıştır. Yapıştırma bağlantıları uzay, havacılık ve otomotiv gibi sektörlerde, daha hafif ve dayanıklı sistemleri oluşturmayı hedeflemektedir [1, 2]. Bu amaçla, yapıştırma bağlantılarının mekanik özelliklerini ve sürdürülebilirliğini iyileştirmek amacıyla araştırmacılar tarafından birçok yöntem ortaya koyulmuştur. Artık gerilme ve şekil değiştirme kullanımı [3-5], uç kısımlara dolgu (spew fillet) [6, 7], geometri dizaynı [8-10] ve ikili yapıştırıcı kullanımı [11, 12] gibi yöntemler bağlantıların mukavemetini artırmak için kullanılmaktadır.

Bahsedilen yöntemlerin yanı sıra, temel bilim ve mühendislik uygulamalarının birleştiği nanoteknoloji ve bu alanda kaydedilen gelişmeler, fonksiyonel nanokompozitlerin geliştirilmesini ve bunların özelliklerinin epoksi uygulamalarında kullanılmasına ışık tutmuştur [13, 14]. Park ve arkadaşları [15], karbon siyahı partiküllerinin yapıştırıcı ve yapıştırma bağlantıları üzerine etkisini inceledikleri bir çalışmada; nanopartikül katkısı ile yapıştırıcıların mekanik özelliklerinin arttığını, ısı genleşme katsayısının azaldığını ve yapıştırma bağlantılarının kayma gerilmesi mukavemetinin arttığını ifade etmişlerdir. Rao vd. [16], çok duvarlı karbon nanotüp (ÇDKNT) ve grafen nanopartikülleri (GNP) katkısıyla ürettikleri yapıştırıcıları kullanarak tek tesirli kompozit bağlantıları incelemiştir. Ağırlıkça %0,75 oranında ÇDKNT ve GNP katkılı yapıştırıcılarla üretilen kompozit bağlantıların kayma mukavemeti ve uzaması sırasıyla %36,6 ve %33,2 oranında arttığını ifade etmişlerdir. Eryıldız vd. [17], farklı nanopartiküllerin yapıştırma bağlantılarının mekanik özelliklerine etkisini incelemek amacıyla yaptıkları bir çalışmada; yapıştırıcı içerisine ağırlıkça %0,5-%5 oranları arasında ÇDKNT ve GNP katmışlardır. Ağırlıkça %0,5 oranına kadar partikül eklenmesiyle bağlantıların mekanik özelliklerinin arttığını fakat bu orandan sonra partiküllerin topaklanma eğilimi ve viskozite artışı nedeniyle mukavemet değerlerinin azaldığını belirtmişlerdir. Ayrıca, tek bileşenli epoksi yapıştırıcı içerisine GNP takviyesi ile mukavemetin, ÇDKNT'e kıyasla daha fazla arttığı ifade edilmiştir. Gültekin vd. [18], epoksi yapıştırıcı içerisine farklı karıştırma yöntemleriyle grafen katarak tek tesirli bağlantıların mekanik özelliklerini incelemiştir. Yapıştırıcı içerisine nanopartiküllerin homojen dağılımı için en etkili yöntem asetone ile ultrasonik karıştırma yöntemi olduğunu ve bu yöntem ile ağırlıkça %1 oranında grafen nanopartikülleri katkısının bağlantıların hasar yükünü yaklaşık %20 oranında artırdığını ifade etmişlerdir.

Literatürdeki bilgiler, yüksek maliyetli karbon nanopartikülleri yerine üstün özelliklere sahip bor nanopartikülleri (Bor Karbür, Bor Nitrür) kullanarak yüksek maliyetleri minimize edip daha ekonomik nanoyapıştırıcı üretilerek, yapıştırma bağlantılarının mekanik özelliklerinde

iyileştirmeler sağlanması fikrini ortaya koymuştur. Ayrıca literatür araştırıldığında bor nanopartikülleri katkısıyla üretilmiş epoksi kompozit malzemelerin olduğu çalışmalar olduğu görülürken [19-21], yapıştırma bağlantıları ile ilgili sınırlı sayıda çalışmaya rastlanılmamaktadır. Gültekin vd. [22], yapıştırıcı içerisine farklı oranlarda silan bileşiği ile fonksiyonelleştirilmiş hegzagonal bor nitrür (h-BN) nanopartikülleri katarak ürettikleri nanoyapıştırıcıların yapısal, termal ve mekanik özelliklerini inceledikleri bir çalışmada, BN nanopartiküllerinin fonksiyonelleştirilmesi ile yapıştırıcı içerisinden homojen bir partikül dağılımı elde ettiklerini ifade etmişlerdir. Ayrıca, yapıştırıcı içerisine farklı oranlarda BN nanopartikülleri katkısıyla, termal ve mekanik özelliklerinde önemli iyileşmeler sağlandığını ve yapıştırıcı içerisine %2 oranında BN katkısının optimum değer olduğunu belirtmişlerdir. Jakubinek vd. [23], epoksi içerisine ağırlıkça %2 oranında bor nitrür nanotüplerin (BNNT) katkısıyla, yapıştırma bağlantılarının dayanımının yaklaşık %10 oranında arttığını, %5 oranında BNNT katkısıyla da, yapıştırma bağlantısının dayanımının önemli miktarda azaldığını ifade etmişlerdir. BNNT katkısıyla üretilen yapıştırıcının kırılma tokluğu, çekme mukavemeti ve elastisite modülünün katkı oranına (%1-%7) bağlı olarak arttığını belirtmişlerdir. Ayrıca, BNNT'lerin karbon nanotüplere (KNT) kıyasla daha üstün özelliklere sahip olduğunu (elektriksel yalıtıcılık, optik şeffaflık vb.) ve epoksi ile daha iyi etkileşime girdiği sonucuna varmışlardır. Ulus ve arkadaşları tarafından yapılan bir çalışmada ise [24], BN ve ÇDKNT nanopartikülleri epoksi içerisine farklı oranlarda katarak ürettikleri kompozitlerin FT-IR, TGA, SEM ve XRD teknikleri ile karakterizasyonunu yapmışlardır. Ağırlıkça %0,5 BNNP+%0,3 ÇDKNT katkısıyla çekme dayanımı ve elastisite modülünün en yüksek değere ulaştığını belirtmişlerdir.

Bu çalışmada, hegzagonal bor nitrür (hBN) ve hegzagonal bor karbür (hB₄C) nanopartiküllerinin yapıştırma bağlantıları üzerine etkisi incelenmiştir. Nanopartiküllerin epoksi yapıştırıcı içerisinden homojen dağılımı ve adhezyonunu artırmak için, 3-(aminopropyl) triethoxysilane (APTES) ve 3-(glycidylpropyl) trimethoxysilane (GPS) bileşiği kullanılarak hBN ve hB₄C nanopartikülleri fonksiyonelleştirilmiştir.

Fonksiyonelleştirilen nanopartiküller, farklı viskoziteli iki farklı epoksi yapıştırıcı içerisine, ağırlıkça %0,5, %1, %2 ve %3 oranlarında katılarak yeni nanokompozit yapıştırıcılar üretilmiş ve bor nanopartiküllerinin tek tesirli karbon fiber kompozit bağlantı numunelerinin mekanik özelliklerine olan etkisi araştırılmıştır.

2. DENEYSEL METOT (EXPERIMENTAL METHOD)

2.1. Malzemeler (Materials)

Yapılan çalışmada, yapıştırıcı olarak çift bileşenli Araldite 2011 (Huntsman) ve MGS-LR285 (Hexion) epoksi sistemleri kullanılmıştır. Kullanılan yapıştırıcılar kompozit malzemeleri birleştirmede başarılı bir şekilde

kullanılmaktadır. Yapıştırıcıların epoksi-sertleştirici birleşim oranı ve kürleşme şartları Tablo 1’de verilmiştir. Çalışmada; yapıştırıcıların kürleşmesi için üretici firma tarafından önerilen sıcaklık/zaman değerleri kullanılmıştır. Gültekin vd. [22] tarafından yapılan çalışmada, kürleşmiş Araldite 2011 epoksi yapıştırıcısının FT-IR spektrumları, sertleştiricinin spektrumları ile kıyaslandığında, hidroksi, aromatik halkalar ve açılmış oksiran halkasıyla oluşan azot merkezli çapraz bağlanmalar da kürleşmenin gerçekleştiğini ortaya koymaktadır.

Yapıştırıcıların içerisine katılan nanopartikül olarak ise hegzagonal bor nitrür (hBN) ve hegzagonal bor karbür (hB₄C) partikülleri kullanılmıştır. hBN nanopartikülleri BORTEK A.Ş.’den (Eskişehir, Türkiye) tedarik edilmiştir. hB₄C nanopartikülleri ise Nanografi A.Ş. (Ankara, Türkiye)’den tedarik edilmiştir. Kullanılan nanopartiküllerin özellikleri Tablo 2’de, SEM görüntüleri ise Şekil 1’de verilmiştir. Bağlayıcı maddeler (coupling agents), organik polimer ile inorganik yüzey arasındaki ara yüzde adhezyonu artırmak için kullanılan kimyasallardır. Silan bağlayıcılar (silane coupling agents), iki farklı materyal (organik-

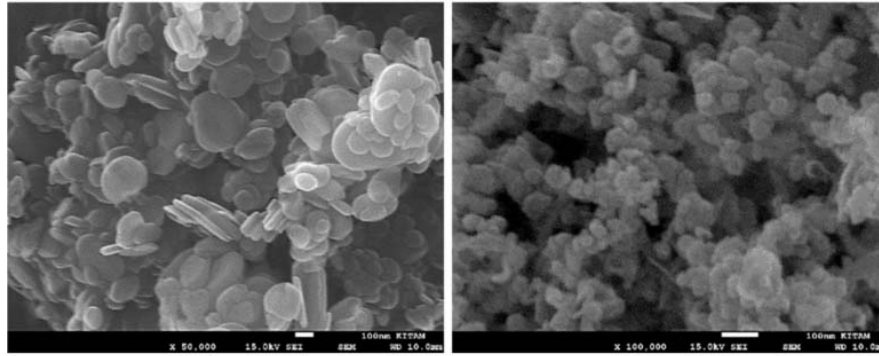
inorganik) arasındaki fazlar arası bölgede, adhezyonu iyileştirmek için bir bağlama ve köprüleme görevi görür. Bu çalışmada, bor nitrür nanopartikülleri ile epoksi arasındaki adhezyonu iyileştirmek amacıyla 3-(aminopropyl) triethoxysilane (APTES) silan bileşiği kullanılarak partiküller fonksiyonelleştirilmiştir. Benzer şekilde, bor karbür nanopartiküllerini fonksiyonelleştirerek, epoksi içerisinde homojen dağılma ve adhezyon sağlamak için ise 3-(glycididloxypropyl) trimethoxysilane (GPS) bileşiği kullanılmıştır. Çalışmada kullanılan silan bağlayıcı kimyasallar Evonik Industries’den (İstanbul, Türkiye) tedarik edilmiştir. Yapıştırıcılar içerisine fonksiyonelleştirilen nanopartikül katılarak tek tesirli kompozit bağlantı numuneleri üretmek için, yapıştırılan malzeme olarak karbon fiber kumaş takviyeli kompozit kullanılmıştır. Kompozit malzemeler, düz dokuma konfigürasyonunda olup, karbon fiber oranı 245 g.m² 3k (Elyaf başına 3000 filament) dir. Kompozit numuneler vakum infüzyon yöntemi ile üretilmiş olup, kürleşmesi 100°C’de 1 saat süre ile sağlanmıştır. Çalışmada kullanılan kompozit malzemenin mekanik özellikleri Tablo 3’de verilmiştir.

Tablo 1. Yapıştırıcıların birleşim oranı ve kürleşme şartları (Mixing ratio and curing conditions of adhesives)

Yapıştırıcı	Araldite 2011	MGS-LR285
Birleşim Oranı (Epoksi:A/Sertleştirici:B)	A/B=1/0,8	A/B=1/0,4
Kürleşme Şartları (Zaman/Sıcaklık)	75 min/60°C	50 min/80°C

Tablo 2. Nanopartiküllerin özellikleri (Properties of nanoparticles)

Özellikler	Nanopartiküller	
	Bor Nitrür	Bor Karbür
Kristal Faz	Hegzagonal	Hegzagonal
Safılık	%99,97	%99,5
Partikül Boyutu	50-120 nm	40-60 nm
Form	Powder	Powder
Yoğunluk	2,3 g/cm ³	0,1 g/cm ³
Elastisite Modülü	865 GPa	445 GPa
Erime Noktası	3000°C	2540°C



(a)

(b)

Şekil 1. Nanopartiküllerin SEM görüntüleri (a) Bor Nitrür, (b) Bor Karbür (SEM images of nanoparticles (a) Boron Nitride, (b) Boron carbide)

Tablo 3. Kompozit malzemenin mekanik özellikleri [25]
(Mechanical properties of composite materials)

E_1	:	$72^{\pm 2,8}$ GPa
E_2	:	$72^{\pm 2,8}$ GPa
G_{12}	:	$5^{\pm 0,3}$ GPa
ν_{12}	:	0,1
σ_{12}	:	$650^{\pm 28}$ MPa
τ_{12}	:	$90^{\pm 4,5}$ MPa
Tabaka Kalınlığı	:	$0,25^{\pm 0,05}$ mm

E: Elastisite Modülü, ν : Poisson oranı, σ : Çekme dayanımı, τ : Kayma dayanımı

2.2. hBN ve hB₄C Nanopartiküllerin Silan Bileşikleriyle Fonksiyonelleştirilmesi

(Functionalization of hBN and hB₄C Nanoparticles with Silane Compound)

hBN nanopartikülleri ile epoksi ara yüzeyinde adhezyonu arttırmak amacıyla 3-(aminopropyl) triethoxysilane (APTES) bileşiği kullanılmıştır. Fonksiyonelleştirme işleminde ilk olarak hBN nanopartikülleri 1000°C'de 1 saat süre ile tavllanmış ve böylece partiküllerin yüzeyine hidrofilik özellik kazandırılmıştır. Daha sonra 0,5 g hBN nanopartikülü üzerine 30 ml saf su eklenerek ultrasonik karıştırıcıda 30 dakika süre ile karıştırılmıştır. Partiküller birbiri arasında dağıldıktan sonra, karışım üzerine hacimce %5 APTES içeren 70 ml fonksiyonelleştirme çözeltisi eklenmiştir (Şekil 2).

Karışım 30 dakika süre ile ultrasonik karıştırıcıda karıştırılırken, hacimce %10'luk asetik asit çözeltisi (CH₃COOH) eklenerek, pH değeri 5 olarak ayarlanmıştır. Daha sonra karışım balona alınarak 80°C'de 100 dev/dk'da 12 saat boyunca reflüks yapılmıştır. Bu işlem sonrasında

silan bileşiklerini ortadan kaldırmak için, karışım ultrasonik karıştırıcıda kullanılarak saf su ile yıkanmıştır ve 80°C'de etüvde kurutulmuştur [22, 26]. 3-(aminopropyl) triethoxysilane (APTES) bileşiği kullanılarak fonksiyonelleştirilen BN nanopartiküllerinin, silan bileşiği ile kimyasal etkileşim mekanizması ve bağ değişimlerini gösteren spektrumlar literatürde yapılan çalışmalarda detaylı olarak yer almaktadır [22, 26]. hB₄C nanopartiküllerini fonksiyonelleştirmek için ise 3-(glycidyoxypropyl) trimethoxysilane (GPS) silan bileşiği kullanılmıştır. Bu amaçla, 0,5 g hB₄C nanopartikülü 50 ml saf su/etanol (1:1) içerisine eklenerek, ultrasonik karıştırıcıda 30 dakika karıştırılmıştır. Karışım üzerine 7,5 ml GPS bileşiği damla damla eklendikten sonra, karışımın pH değeri %10'luk asetik asit çözeltisi ile 7 olarak ayarlanmıştır. Karışım bir balona alınarak 40 °C'de 5 saat süre ile ısıtıcı manyetik karıştırıcıda karıştırılmıştır. Karışım işlemi tamamlandıktan sonra, çözelti saf su ve etanol ile ultrasonik karıştırıcı ile yıkanmıştır. Daha sonra fonksiyonelleştirilen nanopartiküller 60 °C'de kurutulmuştur [27].

2.3 hBN ve hB₄C Nanopartikülleri Katkılı Yapıştırıcıların Hazırlanması

(Preparation of hBN and hB₄C Reinforced Adhesives)

Nanopartikül katkı yapıştırıcıların hazırlanmasında, nanopartiküllerin epoksi içerisinde homojen dağıtılması gerekmektedir. Bu amaçla, Gültekin vd. [18, 22] tarafından literatüre kazandırılan yöntem kullanılarak nanopartikül katkı yapıştırıcılar aşağıda belirtildiği gibi hazırlanmıştır:

- Yapılması planlanan epoksi miktarına göre belirlenen bor nanopartikülleri üzerine yaklaşık 75 ml aseton eklenerek



Şekil 2. hBN nanopartiküllerinin silan bileşiği ile fonksiyonelleştirilmesi
(Functionalization of hBN nanoparticles with silane compound)



Şekil 3. Yapıştırıcıların hazırlanması (Preparation of adhesives)

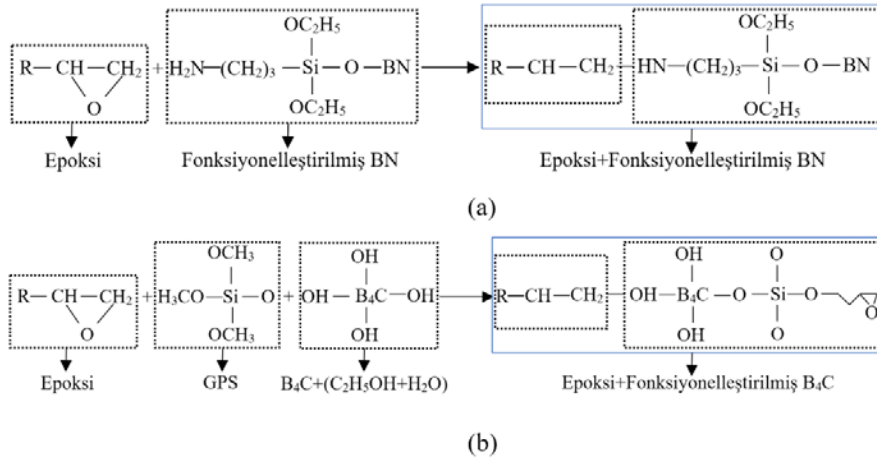
ultrasonik karıştırıcıda 15 dakika karıştırılmıştır. Böylece bir arada tutulan nanopartiküllerin eksfoliasyonu sağlanmıştır (Şekil 3).

- Aseton içerisinde dağılan nanopartiküller üzerine, yapılması planlanan epoksi yapıştırıcı eklenir. Karışım ilk olarak ultrasonik karıştırıcı ve daha sonra yüksek kayma mikserinde 30 dakika süre karıştırılmıştır. Karışım esnasında ortaya çıkan ısının, epoksi ve bor nanopartiküllerine zarar vermesini engellemek için, karıştırma işlemi buz banyosu içerisinde gerçekleştirilmiştir. Fonksiyonelleştirilmiş BN ve B₄C nanopartiküllerinin silan bileşikleri ve epoksi içerisindeki kimyasal etkileşim mekanizması Şekil 4'te gösterilmiştir.
- Karışım etüv içerisinde bekletilerek içerisindeki asetonun tamamen buharlaşması sağlanmıştır. Asetonun tamamen buharlaşıp buharlaşmadığı ağırlık kontrolü ile yapılmıştır.
- Aseton buharlaştırma işlemi tamamlandıktan sonra, nanopartikül+epoksi karışımına Tablo 1'de belirtilen epoksi/sertleştirici birleşim oranına göre sertleştirici eklenerek ve 10 dakika elde karıştırılmıştır.

Nanopartikül katkısız yapıştırıcılar hazırlanırken ise, yapılması planlanan epoksi üzerine aseton eklenerek ultrasonik karıştırıcıda ve yüksek kayma mikserinde 30 dakika sürede karıştırılmıştır. Daha sonra, nanopartikül katkılı yapıştırıcıların hazırlanmasında olduğu gibi, (c) ve (d) basamakları uygulanmıştır.

2.4. Bağlantı Numunelerinin Hazırlanması (Preparation of Adhesively Bonded Joints)

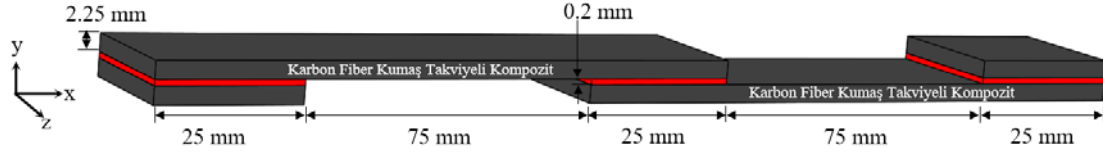
Tek tesirli kompozit bağlantı numuneleri üretilirken, ilk olarak levhalar halinde üretilen karbon fiber kumaş takviyeli kompozit malzemeler, 125x25 mm boyutlarında kesilmiştir. Yapışma bağlantılarının dayanımı, yapıştırılacak malzemenin yüzeyine bağlıdır. Bu amaçla, yapıştırılacak kompozit malzemeler sırasıyla alkali esaslı bir deterjan ve aseton ile temizlenerek yüzeylerdeki kir, yağ vb. gibi kirlenici maddelerden arındırılmıştır. Temizlenen numuneler daha sonra asetonu 15 dakika bekletilmiş ve ardından 80°C'de etüvde kurutulmuştur. Bor nanopartikülleri katkılı ve katkısız yapıştırıcılar ile yüzey hazırlığı tamamlanan numuneler kullanılarak bağlantı numunelerinin üretim aşamasına geçilmiştir. Bu aşamada, bağlantı numunelerinin yapıştırıcı kalınlığını ayarlayabilmek ve numunelerin kusursuz üretimi için Şekil 5'te gösterilen kalıp ve kalıp aparatları kullanılmıştır. Bağlantı numunelerinin kurluşma işleminden sonra kalıptan kolayca ayrılması için, kalıp üzerine silikon yağlayıcı ile ince bir film tabaka oluşturulmuştur. Hazırlanan yapıştırıcılar, kompozit malzemelerin yapışma bölgesine bir spatül ile uygulanmıştır. Bağlantı numuneleri, Tablo 1'de belirtilen sıcaklık ve zaman değerinde etüvde kurluşturulmuştur. Kurluşma işlemi tamamlanan numuneler, oda sıcaklığında soğumaya bırakılmış ve ardından numunelerin yapışma bölgesi dışına taşan yapıştırıcılar temizlenerek çekme testi öncesi



Şekil 4. Fonksiyonelleştirilmiş nanopartiküllerin epoksi yapıştırıcı ile kimyasal etkileşim mekanizmaları (a) Bor Nitrür, (b) Bor Karbür [22, 28] (Chemical interaction mechanism of particles with epoxy adhesives (a) Boron Nitride, (b) Boron carbide)



Şekil 5. Bağlantı numunelerinin hazırlanması (Preparation of adhesively bonded joints)



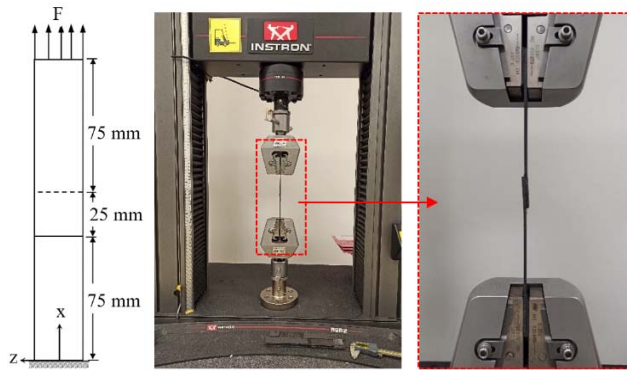
Şekil 6. Bağlantı geometrisi (Joint geometry)

Tablo 4. Deneysel parametreler (Experimental parameters)

Yapıştırıcı	Partikül	% Katkı Oranı	Kod	Yapıştırıcı	Partikül	% Katkı Oranı	Kod
-	-	-	A0	-	-	-	M0
Araldite 2011	BN	0,5	A-BN-05	MGS-LR285	BN	0,5	M-BN-05
	BN	1	A-BN-1		BN	1	M-BN-1
	BN	2	A-BN-2		BN	2	M-BN-2
	BN	3	A-BN-3		BN	3	M-BN-3
	B ₄ C	0,5	A-BC-05		B ₄ C	0,5	M-BC-05
	B ₄ C	1	A-BC-1		B ₄ C	1	M-BC-1
	B ₄ C	2	A-BC-2		B ₄ C	2	M-BC-2
	B ₄ C	3	A-BC-3		B ₄ C	3	M-BC-3

numuneler hazır hale getirilmiştir. Üretilen bağlantı numunelerinin geometrisi ve ölçüleri Şekil 6'da, deneysel parametreler ise Tablo 4'de gösterilmektedir.

Katkısız ve fonksiyonelleştirilmiş hBN ve hB₄C nanopartikülleri ile güçlendirilmiş yapıştırıcılar kullanılarak, her bir parametreden 3 adet tek tesirli kompozit bağlantı numunesi üretilmiştir. Üretilen bağlantı numunelerinin mekanik özelliklerini belirlemek için çekme testi yapılmıştır. Tüm testler, oda sıcaklığında INSTRON marka Ünsel Çekme Test cihazında 1 mm/dk çekme hızında yapılmıştır. Çekme testi sonrasında bağlantı numunelerinin hasar yükü ve yer değiştirme değerleri kaydedilmiştir. Ayrıca, her bir numunenin hasar bölgesi incelenerek hasar türü belirlenmiştir. Uygulanan yük ve sınır şartları Şekil 7'da gösterildiği gibidir.



Şekil 7. Sınır şartları ve çekme testi (Boundary conditions and tensile test)

3. SONUÇLAR VE TARTIŞMALAR (RESULTS AND DISCUSSION)

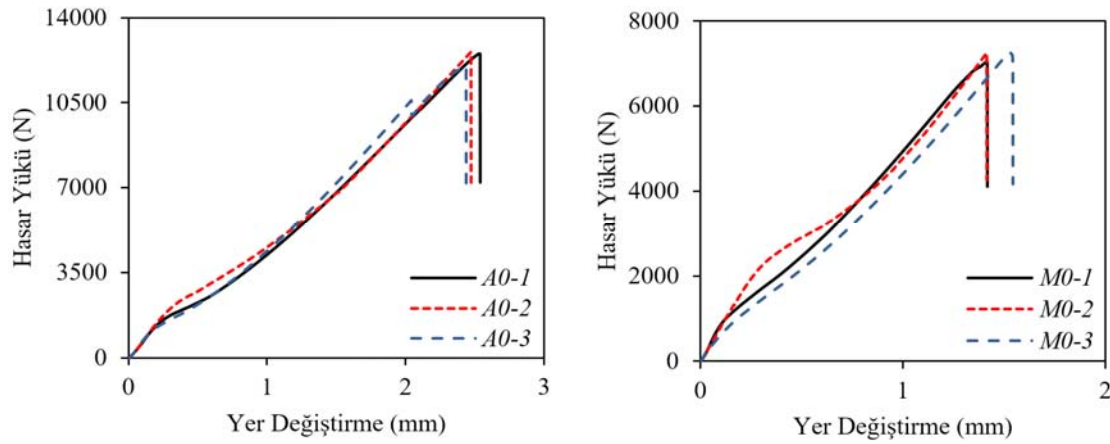
3.1. Yapıştırma Bağlantılarında Fonksiyonelleştirilmiş hBN Nanopartiküllerinin Etkisi (Effect of Functionalized hBN Nanoparticles on Adhesively Bonded Joints)

Yüksek viskoziteli Araldite 2011 ve düşük viskoziteli MGS-LR285 çift bileşenli epoksi yapıştırıcıları kullanılarak elde edilen katkısız ve fonksiyonelleştirilmiş BN nanopartikülleri katkılı tek tesirli kompozit bağlantı numunelerinden her bir parametre için üç adet numune test edilmiş olup, bu üç numunenin ortalaması alınarak bağlantıların ortalama hasar yükleri ve yer değiştirme değerleri Tablo 5 ve Tablo 6'da verilmiştir. Katkısız yapıştırıcıların ve hBN nanopartikülleri katkılı Araldite 2011 yapıştırıcısıyla birleştirilmiş bağlantıların hasar yükü-yer değiştirme eğrileri ise sırasıyla Şekil 8 ve Şekil 9'da verilmiştir.

Araldite 2011 yapıştırıcısına ait Tablo 5 ve Şekil 9'da verilen sonuçlar incelendiğinde, fonksiyonelleştirilmiş hBN katkısıyla tek tesirli kompozit yapıştırma bağlantılarının ortalama hasar yüklerinin, katkı oranına bağlı olarak artış sergilediği görülmektedir. Katkısız Araldite 2011 ile %0,5, %1, %2 ve %3 oranlarında fonksiyonelleştirilmiş hBN nanopartikülleri katkısıyla üretilen yapıştırma bağlantıları kıyaslandığında, hasar yükleri sırasıyla %18, %23, %33 ve %26 oranlarında artarken; ortalama yer değiştirme değerleri de sırasıyla %11, %45, %60 ve %56 oranlarında artmıştır. Yapıştırıcı içerisine %2 oranında hBN katkısıyla ortalama hasar yükünde en iyi artışın elde edildiği ve bu katkı oranından sonra (%3) bağlantının hasar yükünde azalma

Tablo 5. Katkısız ve hBN katkıli Araldite 2011 bağlantı numuneleri sonuçları
(Results of neat and hBN reinforced Araldite 2011 joint samples)

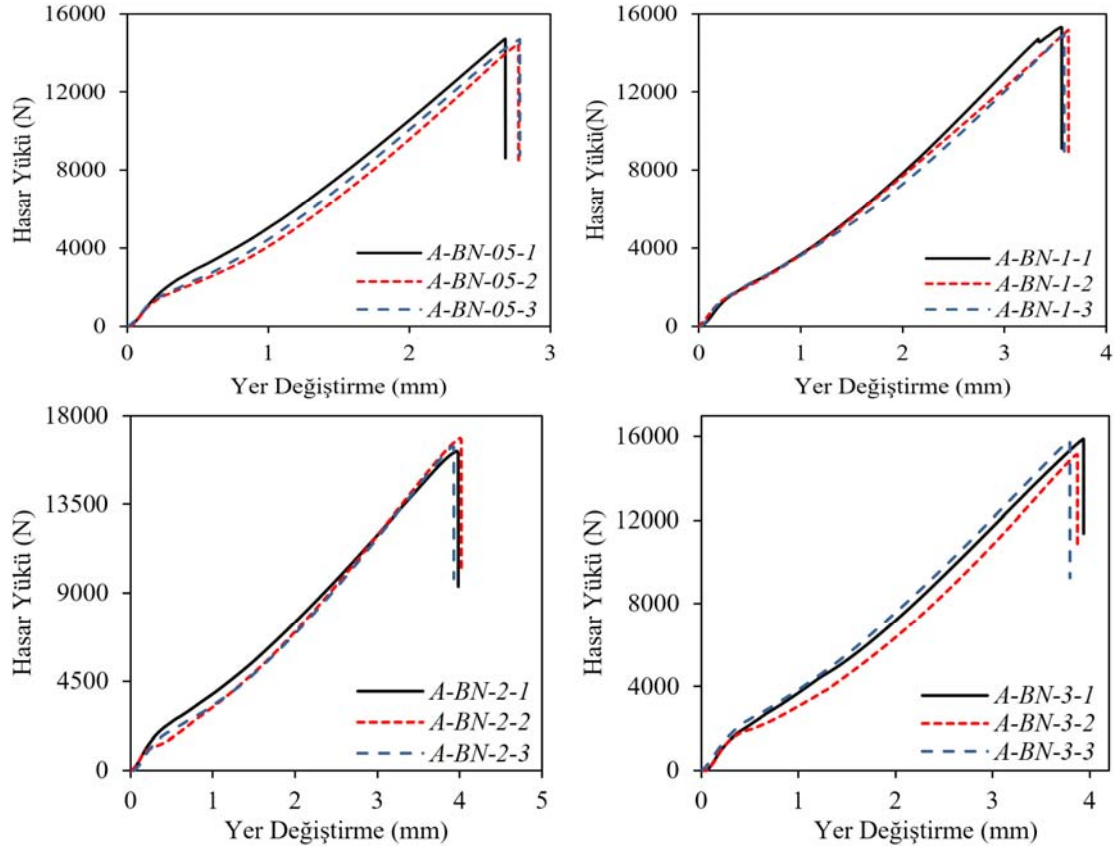
Bağlantı	Numune	Hasar Yüğü (N)	Maksimum Yer Değiřtirme (mm)	Ortalama Hasar Yüğü (N)	Ortalama Yer Değiřtirme (mm)
A0	Numune 1	12525	2,541	12368 \pm 323	2,484 \pm 0,052
	Numune 2	12583	2,472		
	Numune 3	11997	2,439		
A-BN-05	Numune 1	14710	2,681	14612 \pm 144	2,747 \pm 0,057
	Numune 2	14446	2,777		
	Numune 3	14681	2,785		
A-BN-1	Numune 1	15320	3,562	15142 \pm 187	3,592 \pm 0,035
	Numune 2	15159	3,631		
	Numune 3	14947	3,585		
A-BN-2	Numune 1	16200	3,981	16494 \pm 330	3,977 \pm 0,045
	Numune 2	16851	4,021		
	Numune 3	16431	3,931		
A-BN-3	Numune 1	15866	3,938	15594 \pm 402	3,870 \pm 0,07
	Numune 2	15132	3,875		
	Numune 3	15785	3,798		

**Şekil 8.** Katkısız bağlantı numunelerinin hasar kuvveti-yer deęiřtirme eęrileri
(Failure load-displacement curves of neat joint samples)

olduęu Tablo 5'te verilen sonuçlardan açıkça görölmektedir. Literatürdeki çalışmalar göz önüne alındığında da, Jakubinek vd. [23], bor nitrid nanotüpler için ideal katkı oranının %1-2 olduğunu ifade etmiştir. Ayrıca, artan BN katkı içerięi ile birlikte bağlantıların hasar yükünde azalma olduęu ifade edilmiştir.

Yapıştırıcı içerisinde fonksiyonelleştirilmiş hBN nanopartiküllerinin homojen bir şekilde dağılmasıyla, yapıştırma bağlantılarının hem hasar yükü hem de yer deęiřtirme kapasiteleri artmıştır. Hasar yüklerindeki standart sapma deęerinin %1 ile %3 gibi çok düşük deęer aralığında olması, nanopartiküllerin homojen dağıldığına işaret

etmektedir. Benzer sonuçlar Gültekin vd. [18] tarafından yapılan çalışmada da ifade edilmiş olup, sonuçların literatürle uyumlu olduęu görölmektedir. %2 oranından sonra artan BN partikülleri katkısıyla, yapıştırıcının viskozitesi artmakta ve bu durumda yapıştırıcı içerisinde bölgesel topaklanmalara yol açmaktadır. Bu durum, yapıştırma bağlantıları üzerinde olumsuz etki yaratarak, hasar yükünün azalmasına sebep olmaktadır. Ayrıca, BN partiküllerinin silan ile modifikasyonu sonucunda mekanik özelliklerin arttığı literatürde ifade edilmektedir. Barus vd. [29] tarafından yapılan çalışmada da, artan BN nanopartikül katkısıyla bağlantıların hasar yükünde azalma olduęu ifade edilmiştir. Tablo 6 ve Şekil 10'da düşük viskoziteli MGS-



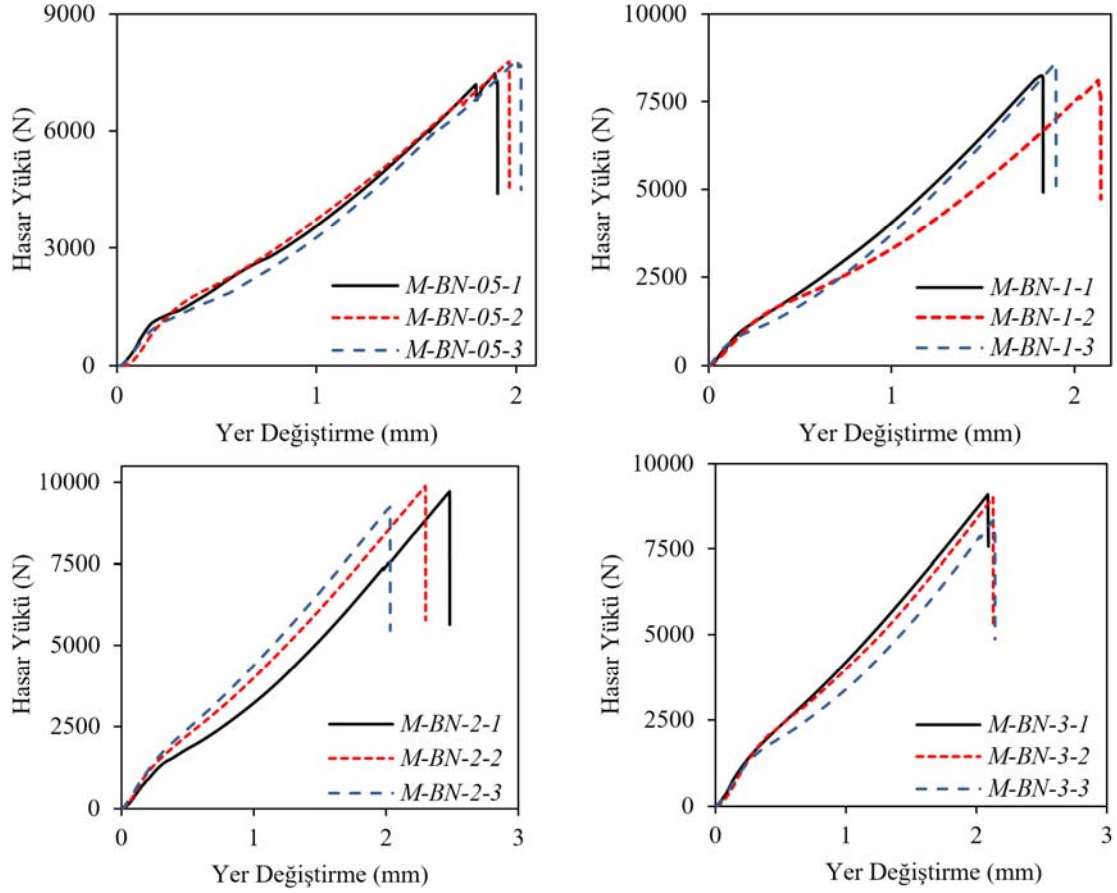
Şekil 9. hBN katkılı Araldite 2011 yapıştırıcısıyla birleştirilmiş bağlantıların hasar yükü-yer değiştirme eğrileri
(Failure load-displacement curves joints bonded with hBN reinforced Araldite 2011 adhesive)

Tablo 6. Katkısız ve hBN katkılı MGS-LR285 bağlantı numuneleri sonuçları
(Results of neat and hBN reinforced MGS-LR285 joint samples)

Bağlantı	Numune	Hasar Yüğü (N)	Maksimum Yer Değiştirme (mm)	Ortalama Hasar Yüğü (N)	Ortalama Yer Değiştirme (mm)
M0	Numune 1	7062	1,417	7188 ^{±110}	1,458 ^{±0,073}
	Numune 2	7257	1,415		
	Numune 3	7245	1,544		
M-BN-05	Numune 1	7474	1,908	7686 ^{±185}	1,966 ^{±0,058}
	Numune 2	7766	1,966		
	Numune 3	7818	2,024		
M-BN-1	Numune 1	8243	1,829	8316 ^{±254}	1,957 ^{±0,164}
	Numune 2	8107	2,143		
	Numune 3	8600	1,899		
M-BN-2	Numune 1	9720	2,479	9615 ^{±331}	2,263 ^{±0,234}
	Numune 2	9882	2,297		
	Numune 3	9245	2,014		
M-BN-3	Numune 1	9098	2,092	8817 ^{±407}	2,120 ^{±0,026}
	Numune 2	9003	2,127		
	Numune 3	8350	2,143		

LR285 yapıştırıcısına ait sonuçlar incelendiğinde, yapıştırıcı içerisine hBN katkısıyla, bağlantıların hasar yükünde önemli

artışların sağlandığı görülmektedir. Hasar yükündeki artış miktarı katkı oranına bağlı olarak değişmekte olup, %0,5



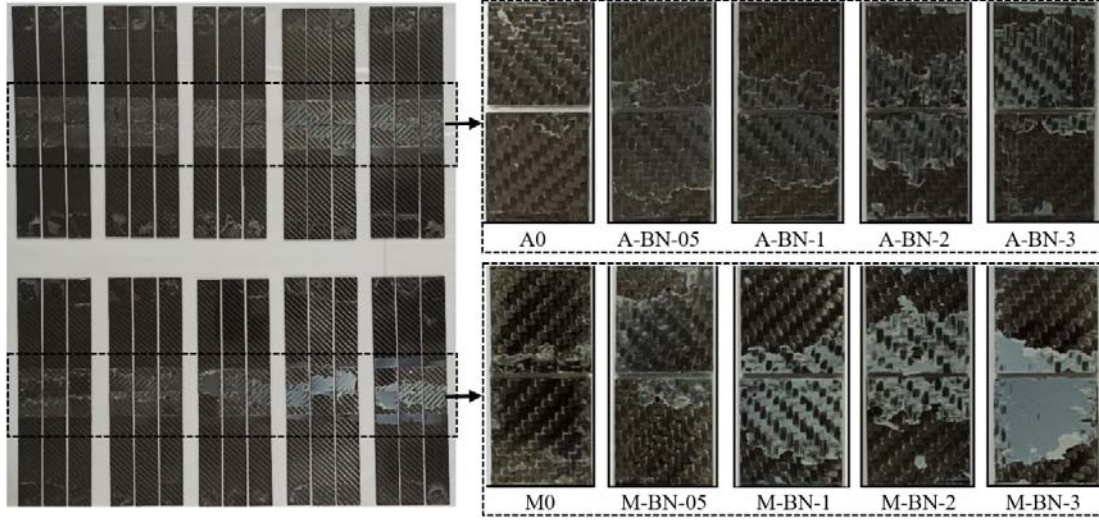
Şekil 10. hBN katkılı MGS-LR285 yapıştırıcısıyla birleştirilmiş bağlantıların hasar yükü-yer değiştirme eğrileri
(Failure load-displacement curves joints bonded with hBN reinforced MGS-LR285 adhesive)

oranında hBN katkısıyla üretilen bağlantı ile katkısız bağlantı kıyaslandığında, ortalama hasar yükünde %7 oranında artış olduğu görülmektedir. Benzer şekilde, ağırlıkça %1, %2 ve %3 oranlarında hBN katkısıyla hasar yükleri sırasıyla %16, %34 ve %23 oranlarında artış gerçekleşmiştir.

Yapıştırma bağlantılarının ortalama yer değiştirme değerleri incelendiğinde ise, hasar yüklerindeki artış oranı trendine benzer bir davranış sergilediği görülmektedir. Yapıştırma bağlantılarının yer değiştirme kapasitesinin artması ile bağlantıların hasar sönümlene kabiliyeti artmaktadır. Bu durum, bağlantının hasar yükünü önemli derecede arttırmaktadır. Ayrıca, fonksiyonelleştirilmiş hBN katkısıyla üretilen bağlantıların hasar yüklerindeki standart sapma değerlerinin %1-%4 aralığında olması, partiküllerin yapıştırıcı içerisinde homojen dağılarak epoksi reçine ile etkileşiminin arttığı sonucuna ulaşılabilir. Fonksiyonelleştirme işlemi sonucunda, hBN partikülleri ile epoksi arasında iyi bir adhezyon sağlanması ve hBN nanopartiküllerin boşlukları doldurması neticesinde, yapıştırıcı ile partiküller arasında yük transferi gerçekleşmektedir. Epoksi reçine ve nanopartiküller arasında gerçekleşen bu yük transferi sonucunda yapıştırıcının mukavemeti artmaktadır. Bu durum, çatlak oluşumunu geciktirerek bağlantıların hasar yükünü

artırmaktadır. Ayrıca, nanopartiküllerin epoksi içerisinde dağılımıyla birlikte polimerin segmental hareketleri kısıtlanmakta ve bunun dolaylı bir sonucu olarak çapraz bağ yoğunluğu artmaktadır. Bu durum da, yapıştırıcının mekanik özelliklerini iyileştirmektedir. Gültekin vd. [22], yapıştırıcı içerisine fonksiyonelleştirilmiş BN katkısıyla ürettikleri nanoyapıştırıcılar üzerine yaptığı bir çalışmada, silan ile fonksiyonelleştirilmiş BN nanopartiküllerinin epoksi matris ile arayüzey etkileşimi ve partikül ile epoksi arasında yük transferi sonucunda, epoksi yapıştırıcıların mekanik özelliklerinin arttığını ifade etmişlerdir. Literatürdeki çalışmalar dikkate alındığında, sonuçların literatürle uyumlu olduğu görülmektedir.

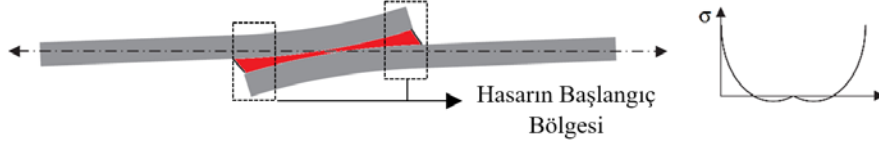
Şekil 11'de katkısız ve ağırlıkça %0,5, %1, %2 ve %3 oranlarında hBN katkılı Araldite 2011 ve MGS-LR285 epoksi yapıştırıcılarıyla birleştirilmiş bağlantıların çekme deneyi sonrası hasar yüzeyleri verilmiştir. ISO 10365'te yapıştırma bağlantıları için tanımlanan temel hasar türleri (Şekil 12) incelendiğinde, tüm bağlantılarda alt ve üst malzeme yüzeyinde eşit yapıştırıcı miktarının kalmadığı, özel kohezif hasarın olduğu görülmektedir [30]. Yapıştırma bağlantıları kayma gerilmelerine çok iyi direnç gösterirken, normal gerilmelere (soyulma gerilmesi) dayanıksızdır. Tek tesirli yapışma bağlantılarında, eksantrik yüklemekten kaynaklı moment, yapışma bölgesinin uç



Şekil 11. Katkısız ve hBN katkılı yapıştırma bağlantılarının hasar yüzeyleri (Failure surfaces of neat and hBN reinforced adhesive joints)



Şekil 12. Yapıştırma bağlantılarında temel hasar türleri (The main types of failure on adhesively bonded joints)



Şekil 13. Tek tesirli yapıştırma bağlantılarında soyulma gerilmesi (The peel stresses in adhesively bonded single lap joints)

kısımlarda soyulma gerilmelerine sebep olmaktadır. Yapıştırma bağlantılarında hasar, bağlantıların yapışma bölgesinin serbest uçlarında oluşan soyulma gerilmelerinden dolayı, uç kısımlardan başlamaktadır (Şekil 13). Katkısız ve fonksiyonelleştirilmiş hBN katkılı numunelerin hasar yüzeyleri incelendiğinde, hBN katkılı numunelerde hasara sebep olan çatlak bindirme bölgesinin orta kısımlarına doğru ilerleyerek başladığı görülmektedir. Bu durum bağlantıların yük ve yer değiştirme kapasitelerini arttırmış olup, sonuçların Tablo 5 ve Tablo 6'da verilen hasar yükü ve yer değiştirme değerleriyle uyumlu olduğu görülmektedir. Bağlantıların çekme testi sonrası Şekil 11'de verilen hasar yüzeyleri incelendiğinde, katkısız yapıştırıcının uç kısımlarında çok az miktarda yapıştırıcı olduğu görülmektedir. hBN katkısıyla üretilen yapıştırıcılarla birleştirilmiş bağlantılarda, hasar yüzeyindeki yapıştırıcı dağılımı incelenirse, uç kısımlarda daha fazla yapıştırıcı olduğu açıkça görülmektedir. Hasarın yapışma bölgesinin orta kısmına doğru bir bölgede başlaması, epoksi ve hBN nanopartikülleri arasındaki arayüz etkileşimden dolayı çatlakların geciktiğini ve dolayısıyla bağlantıların hasar yükünü artırdığını göstermektedir. Yapışma olayını açıklamak için çeşitli teoriler bulunmaktadır. Bu teorilerden en kapsamlı olanları; mekanik kilitlenme, difüzyon ve adsorpsiyon (yüzey tutunması) teorileridir [31]. Bu teorilerden hiçbiri tek

başına yapışma olayını açıklamamaktadır. Bu nedenle, bahsedilen teoriler, yapışma mekanizmasını tüm yönleriyle anlayabilmek için bir arada kullanılmaktadır. Mekanik kilitlenme teorisine göre, yapıştırıcı tarafından yüzeyin ıslatılması ve yapıştırılan malzemenin yüzeyindeki gözeneklere nüfuz etmesiyle yapışma olayı gerçekleşmektedir. Ayrıca Van der Waals kuvvetleriyle komşu yüzeyler arasında bir çekim kuvveti (kohezyon) oluştuğunu öne süren adsorpsiyon teorisine göre, atomlar ve moleküller arasında meydana gelen çekim kuvveti, malzemelerin birbirlerine yapışmasını sağladığı ifade edilmektedir. Şekil 11'de verilen hasar yüzeyleri incelendiğinde, hBN nanopartikülleri katkısıyla üretilen yapıştırma bağlantılarında, yapıştırıcının yüzeyi daha iyi ıslattığı ve kohezyon kuvvetinin artarak bunun sonucunda da yapıştırma bağlantısının mukavemetinin arttığı düşünülmektedir.

3.2. Yapıştırma Bağlantılarında Fonksiyonelleştirilmiş hB₄C Nanopartiküllerinin Etkisi

(Effect of Functionalized hB₄C Nanoparticles on Adhesively Bonded Joints)

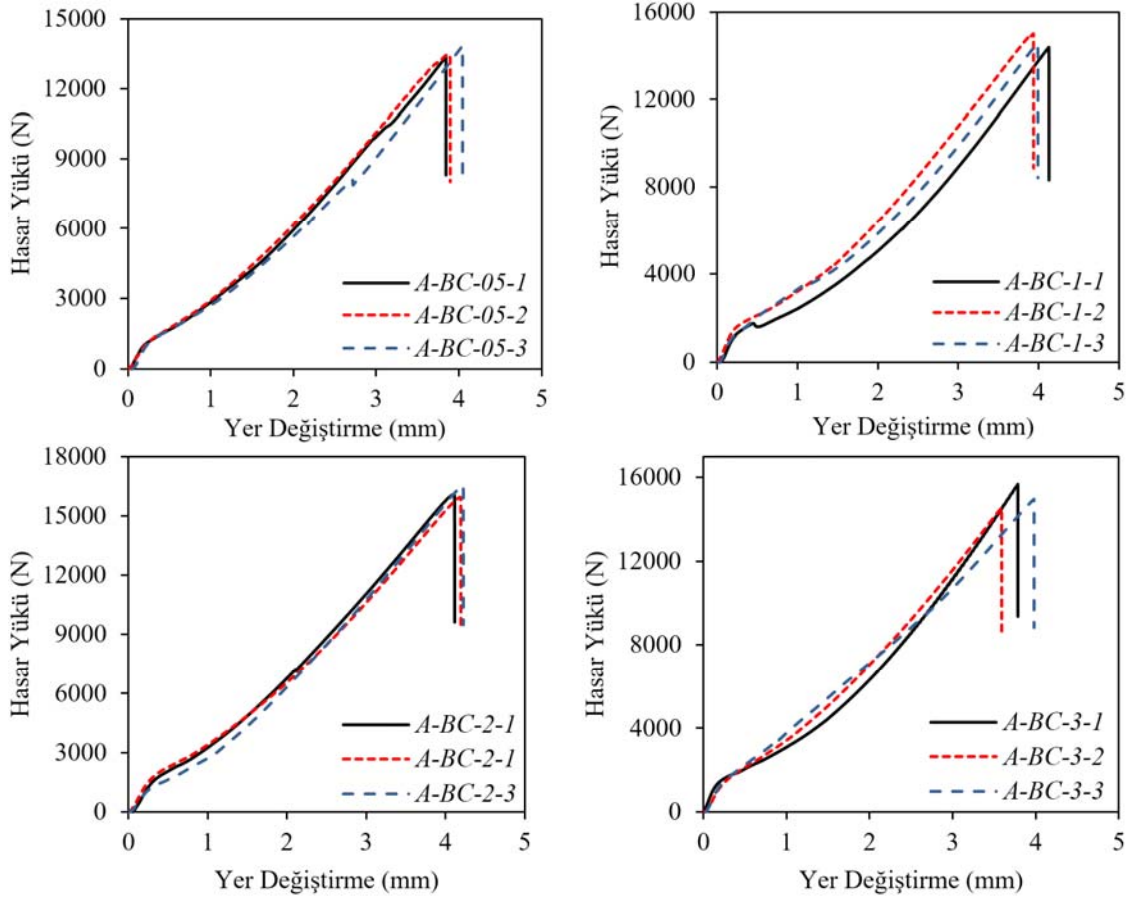
Araldite 2011 ve MGS-LR285 epoksi yapıştırıcılara %0,5, %1, %2 ve %3 oranlarında fonksiyonelleştirilmiş hB₄C nanopartikülleri katılarak elde edilen tek tesirli kompozit

yapıştırma bağlantılarından üçer adet numune test edilmiş ve bağlantıların ortalama hasar yükleri ile yer değiştirme kapasiteleri belirlenmiştir.

Tablo 7 ve Şekil 14'te verilen Araldite 2011 yapıştırıcısına ait hasar yükü ve hasar yükü-yer değiştirme eğrileri incelendiğinde, yapıştırıcı içerisine fonksiyonelleştirilmiş

Tablo 7. Katkısız ve hB₄C katkılı Araldite 2011 bağlantı numuneleri sonuçları
(Results of neat and hB₄C reinforced Araldite 2011 joint samples)

Bağlantı	Numune	Hasar Yükü (N)	Maksimum Yer Değiştirme (mm)	Ortalama Hasar Yükü (N)	Ortalama Yer Değiştirme (mm)
A0	Numune 1	12525	2,541	12368 ^{±323}	2,484 ^{±0,052}
	Numune 2	12583	2,472		
	Numune 3	11997	2,439		
A-BC-05	Numune 1	13370	3,841	13558 ^{±250}	3,927 ^{±0,105}
	Numune 2	13462	3,896		
	Numune 3	13842	4,045		
A-BC-1	Numune 1	14392	4,126	14647 ^{±315}	4,018 ^{±0,097}
	Numune 2	15000	3,937		
	Numune 3	14548	3,991		
A-BC-2	Numune 1	16053	4,116	16180 ^{±321}	4,177 ^{±0,054}
	Numune 2	15943	4,193		
	Numune 3	16546	4,222		
A-BC-3	Numune 1	15668	3,787	15055 ^{±572}	3,786 ^{±0,195}
	Numune 2	14535	3,591		
	Numune 3	14964	3,982		

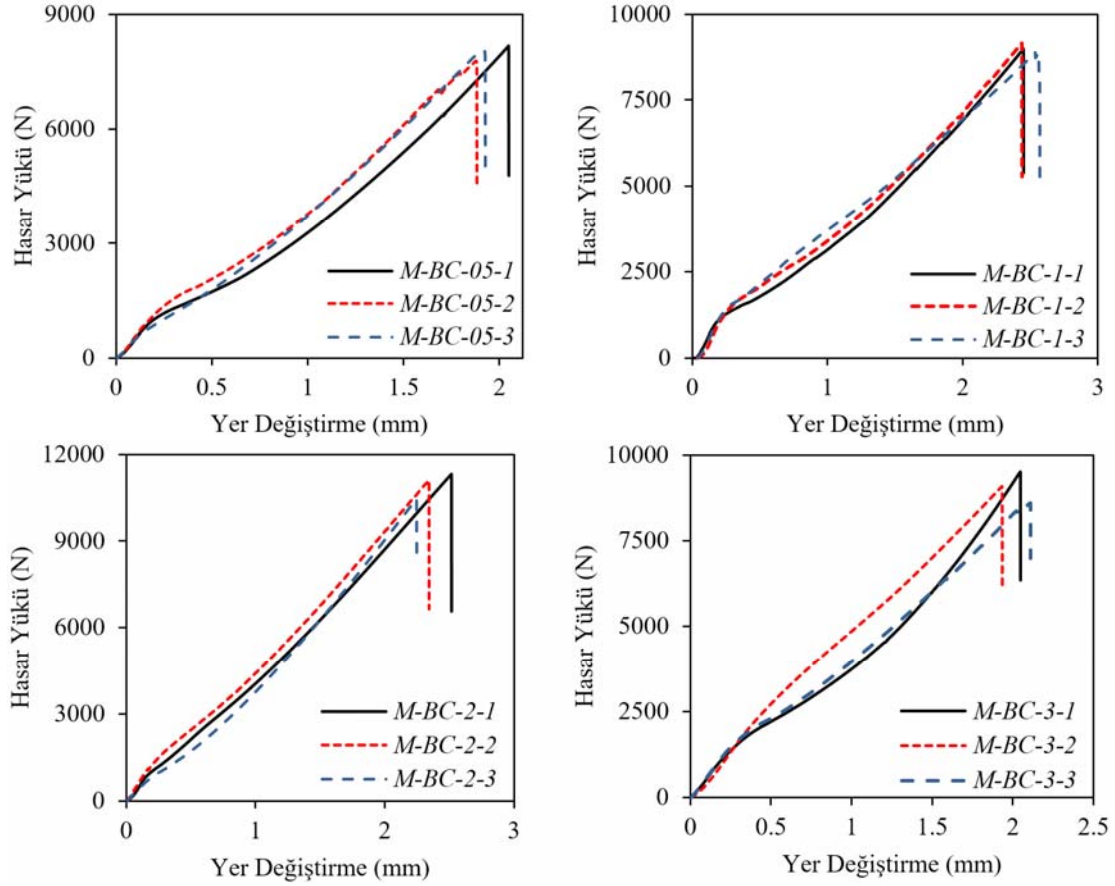


Şekil 14. hB₄C katkılı Araldite 2011 yapıştırıcısıyla birleştirilmiş bağlantıların hasar yükü-yer değiştirme eğrileri
(Failure load-displacement curves joints bonded with hB₄C reinforced Araldite 2011 adhesive)

hB₄C katkısıyla, bağlantıların hasar yüklerinin önemli oranda arttığı görülmektedir. Ağırlıkça %0,5, %1, %2 ve %3 oranlarında hB₄C katkısıyla elde edilen bağlantıların hasar yüklerinde meydana gelen artış oranları katkısız numune ile kıyaslandığında sırasıyla yaklaşık %10, %18, %31 ve %22'dir. Tüm katkı oranlarından elde edilen hasar yükleri birlikte değerlendirildiğinde, yapıştırıcı içerisine ağırlıkça %2 oranında hB₄C katkısıyla, hasar yükünde maksimum artış değeri elde edilmiştir. %2 katkı oranında, nanopartiküller epoksi içerisinde homojen dağılım sergilemiş olup, yapıştırıcı ile ara yüzey etkileşiminin artması sonucunda, bağlantının hasar yüküne olumlu bir etki sağlamıştır. Yüksek yüzey enerjisine sahip hB₄C nanopartiküllerinin yüzey modifikasyonu sonucunda her ne kadar homojen dağılım elde edilmiş olsa da, artan nanopartikül içeriği ile birlikte kısmi topaklanmalar ortaya çıkabilmektedir. %2 oranında hB₄C katkısıyla üretilen bağlantılarla kıyaslandığında; %3 oranında hB₄C katkısıyla üretilen yapıştırma bağlantılarında kısmi topaklanmalar oluşması ve topaklanan nanopartikülleri çentik etkisi yaratmasıyla bağlantıların hasar yükünde bir miktar azalmaya sebep olmuştur. Hasar yükündeki artış miktarları değerlendirildiğinde, yapıştırıcı içerisine %2 oranında hB₄C katkısının, yapıştırma bağlantılarının mukavemeti açısından optimum değer olduğu ifade edilebilir. Ayrıca, bağlantıların yer değiştirme kapasiteleri hB₄C katkısıyla artması ile

birlikte hasar oluşumunu geciktirerek bağlantıların dayanımının arttığı ifade edilebilir. Saraç vd. [32], tarafından yapılan bir çalışmada da, epoksi içerisine inorganik nanopartiküller eklenmiş ve tek tesirli bağlantıların statik ve yorulma dayanımları incelenmiştir. Çalışma sonucunda, yapıştırıcı içerisine nanopartikül katkısıyla bağlantıların hasar sönümlene kabiliyetleri ile yer değiştirme değerlerinin arttığını ve buna bağlı olarak hasar yükünün arttığını ifade etmişlerdir. Sonuçların literatürle uyumlu olduğu görülmektedir.

Tablo 8'de verilen MGS-LR285 kullanılarak elde edilen katkısız ve hB₄C nanopartikül katkılı tek tesirli kompozit bindirme bağlantılardan elde edilen ortalama hasar yükleri ve Şekil 15'te verilen hasar yükü-yer değiştirme eğrileri incelendiğinde, hB₄C katkı oranına bağlı olarak, hasar yükü ve yer değiştirme değerlerinde artış olduğu görülmektedir. Ağırlıkça %0,5, %1, %2 ve %3 oranlarında hB₄C katkısıyla elde edilen bağlantıların ortalama hasar yükleri katkısız bağlantıyla kıyaslandığında, sırasıyla yaklaşık %11, %25, %52 ve %26 oranlarında artış sağlandığı görülmektedir. Buna paralel olarak, yer değiştirme değerlerinde de benzer artış trendi görülmektedir. Yapıştırıcı içerisinde homojen dağılılan hB₄C nanopartikülleri sayesinde, yapıştırıcı ve nanopartiküller arasında yük transferi sağlanarak, bağlantıların yük taşıma kapasiteleri iyileştirilmiştir. Hasar



Şekil 15. hB₄C katkılı MGS-LR285 yapıştırıcısıyla birleştirilmiş bağlantıların hasar yükü-yer değiştirme eğrileri (Failure load-displacement curves joints bonded with hB₄C reinforced MGS-LR285 adhesive)

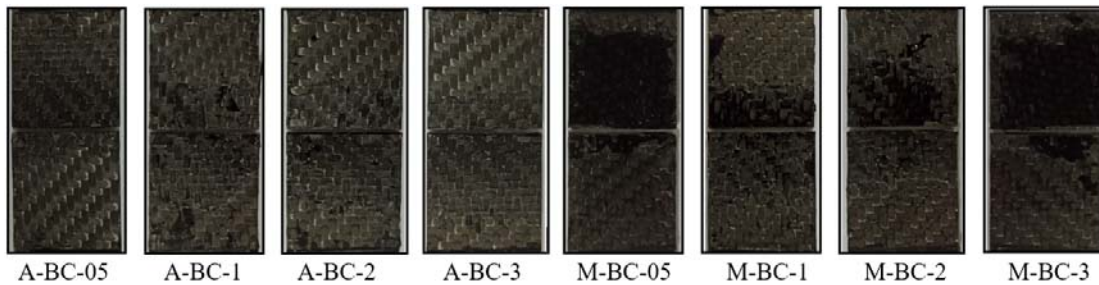
yüklerindeki standart sapma değerlerinin minimum (%1-%5 aralığında) olması da nanopartiküllerin homojen dağıldığını desteklemektedir. Ayrıca tüm sonuçlar birlikte değerlendirildiğinde, Araldite 2011 yapıştırıcısında olduğu gibi, ağırlıkça %2 hB₄C katkı oranının, MGS-LR285 yapıştırıcısı için ideal katkı oranı olduğu ifade edilebilir. hB₄C nanopartiküllerinin hBN nanopartikülleri ile benzer geometride olması, yapıştırıcılar için benzer karakteristik özellikler ortaya koymaktadır. Her iki partikülde inorganik partikül olup, epoksi içerisindeki davranışlarının benzer olduğu, çalışmadan elde edilen sonuçlardan ortaya çıkmaktadır. Her iki yapıştırıcı için, nanopartiküllerin katkı oranına bağlı olarak farklı oranlarda artış/azalış göstermesi,

yapıştırıcının vizkosite değerinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Nanopartikül katkısıyla, yapıştırıcıların vizkosite değerleri değişmekte, bu durum da epoksi reçinenin nanopartikülleri ıslatmasını ve dolayısıyla mekanik özelliklerini etkilemektedir.

Şekil 16'da verilen fonksiyonelleştirilmiş hB₄C katkı Araldite 2011 ve MGS-LR285 yapıştırıcılarıyla birleştirilmiş bağlantıların hasar yüzeyleri incelendiğinde, tüm bağlantılarda özel kohezif hasarın olduğu görülmektedir. Ayrıca, hB₄C katkısıyla üretilen yapıştırıcıların kompozit malzemelerin yüzeyini daha iyi ıslattığı ve böylelikle yapıştırıcı ile kompozit malzeme

Tablo 8. Katkısız ve hB₄C katkılı MGS-LR285 bağlantı numuneleri sonuçları
(Results of neat and hB₄C reinforced MGS-LR285 joint samples)

Bağlantı	Numune	Hasar Yüğü (N)	Maksimum Yer Değişirme (mm)	Ortalama Hasar Yüğü (N)	Ortalama Yer Değişirme (mm)
	Numune 1	7062	1,417		
M0	Numune 2	7257	1,415	7188 ^{±110}	1,458 ^{±0,073}
	Numune 3	7245	1,544		
	Numune 1	8162	2,048		
M-BC-05	Numune 2	7769	1,882	7989 ^{±200}	1,952 ^{±0,086}
	Numune 3	8036	1,926		
	Numune 1	8980	2,451		
M-BC-1	Numune 2	9152	2,441	9003 ^{±139}	2,487 ^{±0,072}
	Numune 3	8877	2,571		
	Numune 1	11306	2,518		
M-BC-2	Numune 2	11091	2,345	10955 ^{±434}	2,370 ^{±0,136}
	Numune 3	10469	2,249		
	Numune 1	9506	2,049		
M-BC-3	Numune 2	9084	1,935	9063 ^{±453}	2,030 ^{±0,087}
	Numune 3	8600	2,108		



Şekil 16. hB₄C katkılı yapıştırma bağlantılarının hasar yüzeyleri (Failure surfaces of hB₄C reinforced adhesively bonded joints)

arasında güçlü ara yüzey etkileşimi olduğu söylenebilir. Hasar yüzeylerindeki bu durum ile A-BC-2 ve M-BC-2 bağlantılarının yer değiştirme kapasitesindeki artış göz önüne alındığında, bu bağlantıların ortalama hasar yüklerindeki artışı ile uyumlu olduğu anlaşılmaktadır. hBN katkılı bağlantılarda olduğu gibi, hB₄C katkılı bağlantılarda da, hasara neden olan çatlak bindirme bölgesinin uç kısımlarından orta kısmına doğru artan katkı oranı ile birlikte ilerlemiştir. hB₄C katkısıyla üretilen yapıştırma bağlantıları, katkısız numunenin yüzeyi ile kıyaslandığında, hB₄C katkısı ile üretilen yapıştırıcıların uç kısımlarında daha fazla yapıştırıcı olduğu görülmektedir. Bu durum, çatlakın başlamasını geciktirerek hasar yükünde artışa sebep olmaktadır.

4. SONUÇLAR (CONCLUSIONS)

Bu çalışmada, hBN ve hB₄C nanopartiküllerinin epoksi içerisinde homojen bir şekilde dağılmasını sağlamak ve epoksi ile adhezyonunu artırmak amacıyla; hBN nanopartikülleri 3-(aminopropyl) triethoxysilane ve h-B₄C nanopartikülleri ise 3-(glycidylxypropyl) trimethoxysilane bileşiği kullanılarak fonksiyonelleştirilmiştir. İki farklı karakterdeki yapıştırıcı içerisine farklı oranlarda (%0,5, %1, %2 ve %3) fonksiyonelleştirilen nanopartiküller katılarak üretilen yapıştırıcılar ile tek tesirli kompozit yapıştırma bağlantılarının çekme yükü altında mekanik özellikleri incelenmiştir. Çalışmanın sonuçları aşağıda özetlenmiştir:

- Araldite 2011 yapıştırıcısı içerisine fonksiyonelleştirilmiş hBN nanopartikülleri katılarak üretilen bağlantıların hasar yükünde önemli artış elde edilmiştir. %0,5, %1, %2 ve %3 oranlarında hBN nanopartikülleri katkısıyla üretilen yapıştırma bağlantılarının katkısız bağlantıyla kıyaslandığında, hasar yükleri sırasıyla %18, %23, %33 ve %26 oranlarında artmıştır.
- MGS-LR285 yapıştırıcısı içerisine ağırlıkça %0,5, %1, %2 ve %3 oranında fonksiyonelleştirilmiş hBN katkısıyla üretilen bağlantıların hasar yükleri ise sırasıyla %7, %16, %34 ve %23 oranlarında artmıştır.
- Araldite 2011 yapıştırıcısı içerisine ağırlıkça %0,5, %1, %2 ve %3 oranlarında hB₄C katkısıyla elde edilen bağlantıların hasar yüklerinde meydana gelen artış oranları sırasıyla yaklaşık %10, %18, %31 ve %22 olup, MGS-LR285 yapıştırıcısı için hasar yükündeki artış oranları yaklaşık %11, %25, %52 ve %26 olarak belirlenmiştir.
- Tüm bağlantıların hasar yüklerindeki standart sapma değerinin %1 ile %5 gibi çok düşük aralıkta olması, nanopartiküllerin homojen dağıldığına işaret etmektedir.
- Fonksiyonelleştirme işlemi sonucunda, hBN ve hB₄C nanopartikülleri ile epoksi arasında iyi bir adhezyon sağlanması sonucu, yapıştırıcı ile partiküller arasında yük transferi gerçekleşmektedir. Bu durum, çatlak oluşumunu geciktirerek bağlantıların hasar yüklerini artırmaktadır.

- Ayrıca, hBN ve hB₄C nanopartikül katkısıyla üretilen bağlantıların yer değiştirme kapasiteleri artmaktadır. Yer değiştirme kapasitesinin artmasıyla, bağlantıların hasar sönümlene kabiliyeti artmakta ve bu durum bağlantıların hasar yükünde artışa sebep olmaktadır.
- Tüm katkı oranlarından elde edilen hasar yükleri birlikte değerlendirildiğinde, yapıştırıcı içerisine ağırlıkça %2 oranında hBN ve hB₄C katkısıyla, hasar yükünde maksimum artış değeri elde edilmiştir. Ağırlıkça %2 hBN ve hB₄C katkı oranının, her iki yapıştırıcı için ideal katkı oranı olduğu söylenebilir.
- Yapıştırma bağlantılarının hasar yüzeyleri incelendiğinde ise, tüm bağlantı türlerinde özel kohesiv hasarın oluştuğu görülmüştür. Katkısız yapıştırma bağlantılarında hasar bindirme bölgesinin uç kısımlarından başlarken, yapıştırıcı içerisine hBN ve hB₄C katkısıyla üretilen bağlantılarda ise hasar bindirme bölgesinin orta kısımlarına yakın bir bölgede başladığı görülmüştür. Bununla birlikte, hBN ve hB₄C katkısıyla üretilen yapıştırıcıların, kompozit malzemelerin yüzeyini daha iyi ıslatarak, daha iyi bir mekanik tutunma sağladığı sonucuna varılmıştır. Hasar yüzeylerinden elde edilen sonuçlar ile hasar yükleri birbirini desteklemektedir.

TEŞEKKÜR (ACKNOWLEDGEMENT)

Bu çalışma Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu (TÜBİTAK) tarafından 119M939 ve Ondokuz Mayıs Üniversitesi tarafından PYO.MUH.1904.20.015 proje numarası ile desteklenmiştir.

KAYNAKLAR (REFERENCES)

1. Banea M.D., Rosioara M., Carbas R.J.C., da Silva L.F.M., Multi-material adhesive joints for automotive industry, *Composite Part B: Engineering*, 151, 71–77, 2018.
2. Lutz C., Ma Z., Thelen R., Syurik J., Il'in O., Ageev O., Jouanne P., Hölscher H., Analysis of Carbon Nanotube Arrays for Their Potential Use as Adhesives Under Harsh Conditions as in Space Technology, *Tribology Letters*, 67 (10), 1-10, 2019.
3. Jørgensen J.B., Sørensen B.F., Kildegaard C., The effect of residual stresses on the formation of transverse cracks in adhesive joints for wind turbine blades, *International Journal of Solids and Structures*, 163, 139–156, 2019.
4. Safaei S., Ayatollahi M.R., Akhavan-Safar A., Moazzami M., da Silva L.F.M., Effect of residual strains on the static strength of dissimilar single lap adhesive joints, *The Journal of Adhesion*, 97 (11), 1052-1071, 2021.
5. Tsokanas P., Loutas T., Kotsinis G., Kostopoulos V., Brink W.M., Escalera F.M., On the fracture toughness of metal-composite adhesive joints with bending-extension coupling and residual thermal stresses effect, *Composite Part B: Engineering*, 185, 107694, 2020.

6. Çalik A., Yildirim S., An investigation on the effect of parallel slot in bi-adhesive single lap joints with spew fillet, *Journal of Engineering Research*, 3 (4), 95–110, 2015.
7. Taib A.A., Boukhili R., Achiou S., Gordon S., Boukehili H., Bonded joints with composite adherends. Part I. Effect of specimen configuration, adhesive thickness, spew fillet and adherend stiffness on fracture, *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 26 (4), 226–236, 2006.
8. Shang X., Marques E.A.S., Machado J.J.M., Carbas R.J.C., Jiang D., da Silva L.F.M., Review on techniques to improve the strength of adhesive joints with composite adherends, *Composite Part B: Engineering*, 177, 107363, 2019.
9. Nosouhi F., Farahani M., Ansari M., Experimental and numerical study on the composite adhesive joint reinforcement using wavy edge, *Journal of Adhesion Science and Technology*, 32, 1007–1024, 2018.
10. Ashrafi M., Ajdari A., Rahbar N., Papadopoulos J., Nayeb-Hashemi H., Vaziri A., Adhesively bonded single lap joints with non-flat interfaces, *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 32, 46–52, 2012.
11. Jairaja R., Naik G.N., Single and dual adhesive bond strength analysis of single lap joint between dissimilar adherends, *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 92, 142–153, 2019.
12. Kanani A.Y., Hou X., Ye J., The influence of notching and mixed-adhesives at the bonding area on the strength and stress distribution of dissimilar single-lap joints, *Composites Structures*, 241, 112–136, 2020.
13. Evcin A., Ersoy B., Uygunoğlu T., Güneş İ., The effect of different mineral additives on non-wettability and surface energy of epoxy floor coating, *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, 33 (2), 581-590, 2018.
14. Kaştan A., Investigation on thermal properties of nanoclay added polyamide 6 / high density polyethylene (HDPE) composites, *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, 32 (1), 89-99, 2017.
15. Park S.W., Kim B.C., Lee D.G., Tensile strength of joints bonded with a nano-particle-reinforced adhesive, *Journal of Adhesion Science and Technology*, 23, 95–113, 2009.
16. Rao Q., Huang H., Ouyang Z., Peng X., Synergy effects of multi-walled carbon nanotube and graphene nanoplate filled epoxy adhesive on the shear properties of unidirectional composite bonded joints, *Polymer Testing*, 82, 106299, 2020.
17. Eryildiz E., Uysal A., Altan E., Mechanical strength of single-lap joints bonded with nano graphene and MWCNT reinforced epoxy-based nanocomposite adhesives, *Material Testing*, 61, 349–352, 2019.
18. Gültekin K., Akpınar S., Gürses A., Eroglu Z., Cam S., Akbulut H., Keskin Z., Ozel A., The effects of graphene nanostructure reinforcement on the adhesive method and the graphene reinforcement ratio on the failure load in adhesively bonded joints, *Composite Part B: Engineering*, 98, 362–369, 2016.
19. Shi Y., Lin G., Ma X.F., Huang X., Zhao J., Luo H., Sun D., Boron nitride nanoplatelets as two-dimensional thermal fillers in epoxy composites: new scenarios at very low filler loadings, *Journal of Polymer Engineering*, 40, 859-867, 2020.
20. Khalaj M., Golkhatmi S.Z., Alem S.A.A., Baghchesaraee K., Azar M.H., Angizi S., Recent Progress in the Study of Thermal Properties and Tribological Behaviors of Hexagonal Boron Nitride-Reinforced Composites, *Journal of Composites Science*, 4 (3), 116, 2020.
21. Bhatia S., Angra S., Khan S., A review on mechanical and tribological characterization of boron carbide reinforced epoxy composite, *Advanced Composite Materials*, 30 (4), 307-337, 2020.
22. Gultekin K., Uguz G., Ozel A., Improvements of the structural, thermal, and mechanical properties of structural adhesive with functionalized boron nitride nanoparticles, *Journal of Applied Polymer Science*, 138 (21), 50491, 2021.
23. Jakubinek M.B., Ashrafi B., Martinez-Rubi Y., Rahmat M., Yourdkhani M., Kim K.S., Laqua K., Yousefpour A., Simard B., Nanoreinforced epoxy and adhesive joints incorporating boron nitride nanotubes, *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 84, 194–201, 2018.
24. Ulus H., Üstün T., Eskizeybek V., Şahin Ö.S., Avcı A., Ekrem M., Boron nitride-MWCNT/epoxy hybrid nanocomposites: Preparation and mechanical properties, *Applied Surface Science*, 318, 37–42, 2014.
25. Akpınar I.A., Gültekin K., Akpınar S., Akbulut H., Ozel A., Research on strength of nanocomposite adhesively bonded composite joints, *Composite Part B: Engineering*, 126, 143–152, 2017.
26. Mostovoy A.S., Vikulova M.A., Lopukhova M.I., Reinforcing effects of aminosilane-functionalized h-BN on the physicochemical and mechanical behaviors of epoxy nanocomposites, *Scientific Reports*, 10, 10676 2020.
27. Wang J., He Y., Xie Z., Chen C., Yang Q., Zhang C., Wang B., Zhan Y., Zhao T., Functionalized boron carbide for enhancement of anticorrosion performance of epoxy resin, *Polymers for Advanced Technologies*, 29, 758–766, 2018.
28. Rodrigues D.D., Broughton J.G., Silane surface modification of boron carbide in epoxy composites, *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 46, 62-73, 2013.
29. Barus M., Weleman H., Nassiet V., Fazzini M., Boron nitride inclusions within adhesive joints: Optimization of mechanical strength and bonded defects detection, *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 98, 102531, 2020.
30. International Standard, ISO 10365, Adhesives-Designation of main failure patterns, International Organization for Standardization, 1992.

31. da Silva L.F.M., Öchsner A., Adams R. D., Handbook of Adhesion Technology, Springer, Berlin, 2011.
32. Saraç İ., Adin H., Temiz Ş., Experimental determination of the static and fatigue strength of the adhesive joints bonded by epoxy adhesive including different particles, Composite Part B: Engineering, 155, 92-103, 2018.

