



Mechanical and electrical characterization of elastomer-based pressure sensors containing graphene filler material under cycled load

Hasan Kasım*^{ORCID}, Büşra Demir^{ORCID}

Pega Automotive, R&D Center, Bursa ,16245, Turkey

Highlights:

- Development of easy production method for preparing nanocomposite containing graphene
- Investigation of nanocomposites by Four-Probe Method of Force-Resistance Relationship system
- Providing pressure sensors containing graphene to be used in air suspension elements

Keywords:

- Graphene,
- Elastomers
- Pressure Sensors
- Compression

Article Info:

Research Article
Received: 09.04.2021
Accepted: 13.06.2021

DOI:

10.17341/gazimmfd.912640

Correspondence:

Author: Hasan Kasım
e-mail: hskasim@gmail.com
Phone: +90 535 789 48 65

Graphical/Tabular Abstract

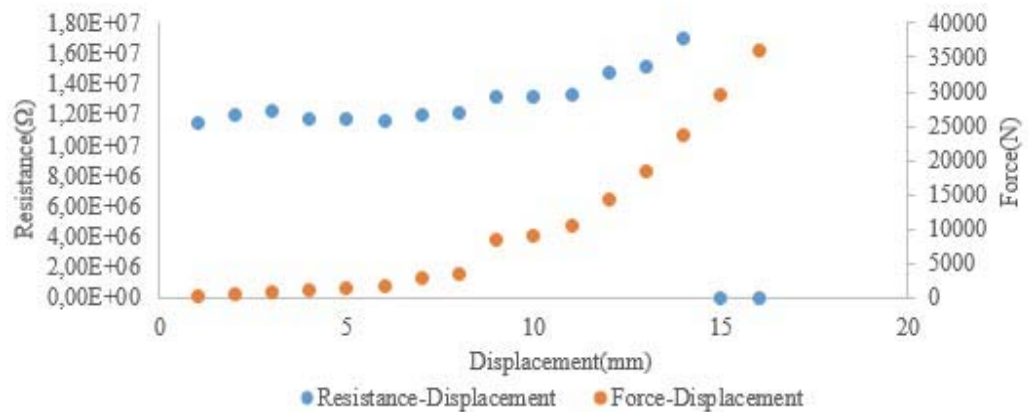


Figure A. Representation the resistance-displacement and force-displacement graphic during the movement of the bumper

Purpose: The working conditions of the bellows were investigated with the pressure sensor application on the bumper used in the air suspension elements.

Theory and Methods:

Firstly, the graphene containing elastomer composite material prepared in two steps is obtained. The composite material is vulcanized in molds of determined dimensions to prepare a compression sample. By applying force to the specimens, they are compressed in certain amounts and the Resistance-Force relationship depending on time is examined by the Four-Probe method. Then a specific piece composite material is mounted on the bumper. The Resistance-Force relationship is examined by compressing the bumper in certain amounts.

Results:

Graphene-containing materials were prepared in 6 mm diameter and compressed up to 1mm / 2mm and 3mm. The highest resistance value was determined as $5.29 \times 10^6 \Omega$ after 3 mm compression. Then, the amount of resistance was examined by applying compression to the bumper used in the air suspension system. A mat made of nanocomposite material was placed under the bumper. Compression has been applied, providing certain increments. While the resistance increased until 14 mm was compressed, a decrease in the resistance was observed after 14 mm. The values measured by the method made decreased to kohm after 14 mm compression.

Conclusion:

It is thought that it can be used in high precision pressure sensors with graphene. When all the samples were compared, it was determined that they showed higher resistance than the others at the result of 3 mm compression. As a result of the test on the bumper, the conductivity increased after 14 mm of compression. This study presented the device design concept, an easy production method for its applications, the examination of muscle movements in the health field, and that it can be produced with precision that can be used in air suspension systems.



Grafen dolgu malzemesi içeren elastomer esaslı basınç sensörlerinin çevrimli yük altında mekanik ve elektriksel karakterizasyonu

Hasan Kasım*^{ID}, Büşra Demir^{ID}

Pega Otomotiv, Arge Merkezi, 16245 Osmangazi, Bursa, Türkiye

Ö N E Ç İ K A N L A R

- Grafen içeren nanokompozitlerin hazırlanması için kolay üretim yönteminin geliştirilmesi
- Nanokompozitlerin Kuvvet-Direnç ilişkisinin Four-Probe yöntemi ile incelenmesi
- Basınç sensörlerinin, hava süspansiyon elemanlarında kullanılmasının sağlanması

Makale Bilgileri

Araştırma Makalesi

Geliş: 09.04.2021

Kabul: 13.06.2021

DOI:

10.17341/gazimmfd.912640

Anahtar Kelimeler:

Grafen,
elastomers,
basınç sensörleri,
sıkıştırma

ÖZ

Grafen(GrF) katkılı elastomer esaslı basınç sensörleri (PgS) iki aşamada elde edilmiştir. Bu malzemeler SEM cihazında analiz edilerek dolgu malzemelerinin dağılımı ile direnç arasındaki etkileşimi incelenmiştir. PgS'lere, farklı deplasman değerleri için çevrimli yüklemeler uygulanarak, numunelerin iç yapısına bağlı direnç değerlerinde oluşan değişiklikler gözlemlenmiştir. Matris içindeki iletken dolgu malzemesinin yüzey alanı, mekanik özellikleri ve dağılım şekli PgS'lerin iletkenliğini belirlemektedir. Basınç-Direnç ilişkisine bağlı olarak dirençteki azalma ve iletkenlikteki artış, 3 mm sıkıştırmada daha yüksektir. GrF katkılı PgS'lerin direnç değişimi yükün bir fonksiyonu olarak değişkenlik göstermektedir. Uygulanan kuvvet artışı ile bir miktar direnç artsa da, yükün dolgu malzemesine aktarılması sonucu direnç düşme eğilimindedir. PgS'lere, 1mm, 2mm ve 3mm'lik deplasmanlarda çevrimli yükleme-boşaltma testleri yapılmış, sırasıyla 85 N, 273 N ve 601 N sıkıştırma kuvvetleri elde edilmiştir. En yüksek direnç değeri 3 mm sıkıştırma sonucunda $5,29 \times 10^6 \Omega$ olarak tespit edilmiştir. Çalışmamızda PgS'nin bu eşsiz özelliğinden yararlanarak hava süspansiyon körüklerinin ikincil süspansiyon elemanı olan sönümleme takozu üzerine uygulaması ile yaptığımız testlerde, körüğün çalışma şartları ile ilgili tahminler yapılmıştır.

Mechanical and electrical characterization of elastomer-based pressure sensors containing graphene filler material under cycled load

H I G H L I G H T S

- Development of easy production method for preparing nanocomposite containing graphene
- Investigation of nanocomposites by Four-Probe Method of Force-Resistance Relationship system
- Providing pressure sensors containing graphene to be used in air suspension elements

Article Info

Research Article

Received: 09.04.2021

Accepted: 13.06.2021

DOI:

10.17341/gazimmfd.912640

Keywords:

Graphene,
elastomers,
pressure sensors,
compression

ABSTRACT

Graphene (GrF) doped elastomer based pressure sensors (PgS) were obtained in two stages. These materials were analyzed in the SEM device and the interaction between the distribution of filler materials and the resistance was examined. By applying cyclic loads for different displacement values to PgS, changes in resistance values due to the internal structure of the samples were observed. The surface area, mechanical properties and distribution shape of the conductive filler material in the matrix determine the conductivity of PgS. The decrease in resistance and increase in conductivity due to the pressure-resistance relationship is higher at 3 mm compression. The resistance change of GrF doped PgS varies as a function of the load. Although some resistance increases with the increase in force, the resistance tends to decrease as a result of the transfer of the load to the filler material. Cyclic loading-unloading tests were performed on PgS at 1mm, 2mm and 3mm displacements, and compression forces of 85 N, 273 N and 601 N were obtained, respectively. The highest resistance value was determined as $5.29 \times 10^6 \text{ ohm}$ after 3 mm compression. In our study, by making use of this unique feature of PgS, in the tests we made with the application of air suspension bellows on the damping bumper, which is the secondary suspension element, estimates were made about the working conditions of the bellows.

*Sorumlu Yazar/Yazarlar / Corresponding Author/Authors : *hasan@pegaaairsprings.com, busra@pegaaairsprings.com /

Tel: +90 535 789 4865

1.GİRİŞ (INTRODUCTION)

Son yıllarda sağlık, otomotiv ve akıllı hizmet sistemleri uygulamaları ile oldukça yaygınlaşmaya başlayan basınç sensörleri, belirli yükler altında sinyaller üretir [1, 2]. Bu sensörlerin yüksek esneme özelliği ve ölçüm duyarlılığı dolayısıyla bilimsel araştırmaları büyük ölçüde genişletmiştir [3].Yüksek hassasiyete, geniş algılama aralığına sahip ve uygun maliyetli olarak üretilebilen sensörler, basınç ve kuvvet duyarlı uygulamalara yönelik çalışmalarda tercih edilmiştir [4]. Basınç duyarlı sensörler, mekanik uyarılara tepki olarak direnç değişikliği gösterir. Bu tür sensörler elektriksel iletkenlikle ilişkili olduğu için elastomer kompozit malzeme (ECM) içerisinde iletken ağlar oluşturması gerekmektedir [5]. İletken ağların oluşması kompozit malzeme içerisine iletken nanodolguların eklenmesiyle gerçekleşir [6]. Sensörlerin hassasiyetleri matris içerisine eklenen dolgu maddelerinin homojen dağılımı ile oluşan iletim ağı ve nanokompozitin morfolojisine bağlıdır [7]. Nano boyutlu iletken dolgu maddelerinin kullanımı, kuvvet uygulandığında direnç değişimine uğrayan yarı iletken PgS'lerin üretimine izin verir [8]. Bu tür sensörlerinin hazırlanmasında daha önceki çalışmalarda iletken dolgu malzemeleri olarak anorganik malzemeler kullanılmıştır. Ancak tamamen esnek ve uyumlu olmaması gibi sebeplerden dolayı araştırmacıları organik malzemelere (karbon bazlı dolgu malzemeler) yönlendirmiştir [9]. Bilim insanları, karbon bazlı dolgu maddeleri olarak; grafit ya da grafen (GrF) gibi nano katmanlı yapıları tercih etmişlerdir. Söz konusu nano dolgu malzemeleri kompozit malzemelerin elektriksel ve mekanik özelliklerine olumlu katkılar sağlamıştır.

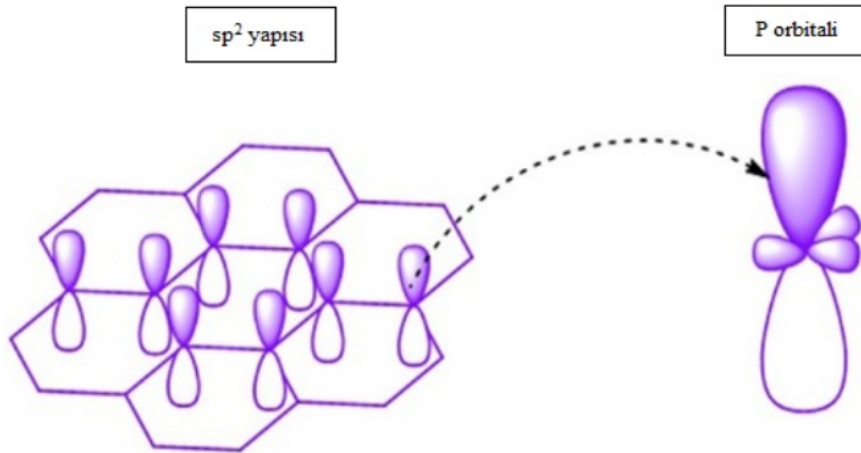
Karbon bazlı dolgu malzemeleri içerisinde GrF yapı özellikleri nedeniyle diğer dolgu malzemelerine göre kullanım alanı daha fazladır [10]. Grafenin 2 boyutlu, tek katmanlı bal peteği şekline benzeyen yüksek taşıyıcı hareket kabiliyetine sahip yapısı sebebiyle PgS'lerin üretiminde tercih edilen karbon içerikli bir yapıdır. Şekil 1'de

gösterildiği gibi karbon atomları arasında sp^2 hibritleşmesi gerçekleşmektedir. Kimyasal kararlılığı, yüksek elektriksel ve termal iletkenliği ile yüksek mekanik kuvveti sebebiyle tanımlanmış yapıların geliştirilmesi için potansiyel bir aday görevi görür [11-13].

Yan vd. grafen nanodolgu bir basınç sensörü hazırlamışlar ve bu sensörleri üretmek için bir vakum filtrasyon yöntemi kullanmışlardır. Geliştirilen iletken tabakayı, daha gerilebilir ve esnek bir poli (dimetilsiloksan) (PDMS) matrisi içerisinde kapsülleyerek, maksimum %100 gerilebilen bir sensör elde etmişlerdir. Bununla birlikte, numunelerin ölçü faktörünün, maksimum %100 gerilme için 2'den 7'ye kadar uygulanan gerilme miktarına göre değiştiğini bildirmişlerdir [14]. Scaffaro vd. biyobozunur poli (laktik asit) (PLA) -Polimere indirgenmiş Grafen oksit (rGO)ekleyerek (etilen-glikol) (PEG) karışımları için piezorezistif sensörler hazırlamışlardır. Nanodolguların dahil edilmesiyle mekanik sertlikte bir artış olduğunu gözlemlemişler ve sensörleri, mikrometrik yer değiştirmeleri doğru hassasiyetle izlemişlerdir. Bununla birlikte, geliştirilen sensörler yalnızca %13'e varan doğrusal bir bölgeye sahip oldukları görülmüştür [15].

Sheng vd. 161,6 kPa'lık ultra yüksek hassasiyet gösteren, kabarcıklarla süslenmiş bal peteği benzeri Grafen filmlerden oluşan basınç sensörü tanıtmışlardır [16].

Jia vd. yüksek hassasiyete ve geniş çalışma aralığına sahip grafen film bazlı esnek bir kuvvet uyarımlı sensör tasarlamışlardır. Grafen nin bu gelişmiş yapısı sayesinde, grafen film bazlı basınç sensörü 10.39kPa-1 (<2kPa) yüksek hassasiyette etkileyici performansın yanı sıra 200 kPa'ya kadar olağanüstü ultra geniş çalışma aralığı sunmuştur. Dahası, grafen, 11,6 ms'lik hızlı yanıt süresi ve 6 Hz'lik yüksek çalışma frekansı göstermiştir. Bu arada elde edilen basınç sensörünün biyomedikal alanda ve biyonik yüzeylerde bazı uygulamalarını da göstermeyi amaçlamışlardır[17].



Şekil 1. Grafen malzemelerin sp^2 yapısı (Sp^2 structure of graphene materials)

Kasım vd., Hava süspansiyon sistemlerinde kullanılmak amacıyla basınç sensorlerinde kullanılabilecek iletken nanokompozit malzemeler tasarlamışlardır. Karbon bazlı 3 farklı malzeme hazırlayarak kuvvet altında belirli miktarlarda sıkıştırarak dirençlerini hesaplamış ve GrF içeren malzemenin 2,5 mm sıkıştırmada 5,6 bar basınç uygulama sonucunda yüksek dirence ($5,28E+06 \Omega$) sahip olduğunu gözlemlemişlerdir [18]. Bu çalışmada, yüksek hassasiyetli PgS elde etmek için yeni bir proses sonucunda GrF içeren doğal elastomer bazlı nanokompozit hazırlanmıştır. Farklı miktarlarda sıkıştırılarak tek katmanlı karbon esaslı dolgu içeren kompozitlerin elektriksel özellikleri ve sonuçları karşılaştırılarak nanokompozit malzemenin mekanik ve elektriksel özellikleri incelenmiştir. PgS'ler, çeşitli hareketlerin ve titreşimlerin algılanmasını ve izlenmesini sağlamak amacıyla üretilmiş ve süspansiyon elemanlarının sönümlenme takozuna uygulanarak oldukça umut vaat edici sonuçlar ortaya çıkarmıştır. Dinamik değişken yüklenme durumları için PgS'lerin kullanılması ile elde edilen kesintisiz elektriksel sinyallerin otomotiv sektöründe büyük ilgi görmesi düşünülmektedir.

2. DENEYSSEL METOT (EXPERIMENTAL METHOD)

2.1 Malzemeler (Materials)

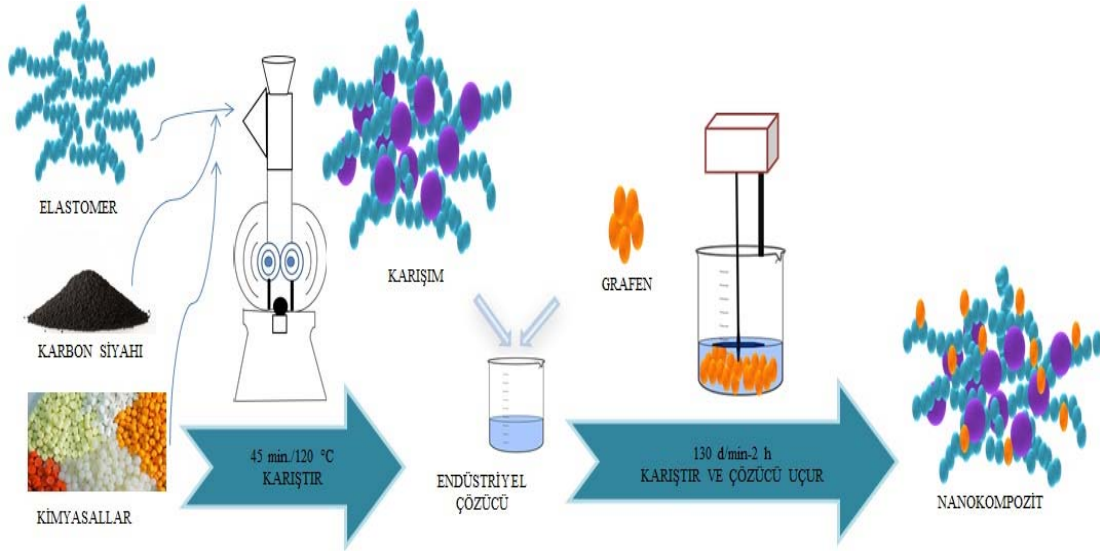
Hazırlanan kauçuk formülasyonlarında, polimer matriks olarak cis-izopren (SMR 10), cis-polibutadien elastomer

(CBR 1203) ve Stiren-butadien elastomer (SB 1500) mevcuttur. Elastomerlar ve katkı maddeleri (karbon siyahı (CB) çinko oksit, stearik asit, CBS hızlandırıcı, parafinik yağ ve kükürt) Anlaş Anadolu Lastik A.Ş. firmasından tedarik edilmiştir. Karbon dolgu maddeleri, Grafen (safılık > % 99,9, Yüzey alanı: $135 \text{ m}^2 / \text{g}$, Çap: $1,5 \mu\text{m}$) Nanografi Nano Teknoloji A.Ş.'den temin edilmiştir. Dolgu malzemelerini homojen dağılımını sağlamak için kullanılan etil alkol (safılık %99) ve metil alkol, TEKKİM A.Ş., Türkiye'den satın alınmıştır.

2.2 Malzemelerin Üretim Süreci (Production Process of Materials)

Hibrit dolgu malzemesi içeren nanokompozit malzemeler Şekil 2'de gösterildiği gibi 2 aşamada elde edilmiştir.

İlk aşamada doğal ve sentetik elastomerler (EL), pişiriciler, aktivatörler, karbon siyahı ve kimyasal malzemeler Tablo 1'de belirtilen miktarlarda hazırlanarak 75°C 'de 45dk laboratuvar tipi (3 lt) banburide karıştırıldı. Karışım, dinlenmesi için bir gün boyunca oda sıcaklığında % 45 nem içeren ortamda bekletildi. CB/EL (ECM1) içeren karışım hazır hale getirildi. İkinci aşamada, lateks kıvamı oluşturmak için endüstriyel çözücü içinde çözüldü. Miktarı 4 phr olacak şekilde GrF dolgu malzemesi çözeltinin içerisine eklenmeden önce metil alkol içerisinde bekletildi. Homojen olarak dağılmasını sağlayan metil alkol uçurulduktan sonra dolgu malzemesi çözelti içerisine eklenerek mikser



Şekil 2. Nanokompozit malzemelerin hazırlanmasının gösterimi (The demonstration of the preparation of nanocomposite materials)

Tablo 1. Kimyasal malzemelerin phr cinsinden miktarları (Amounts of chemical materials in phr)

Elastomer Malzemeler	Kimyasal Malzemeler				Dolgu Malzemeleri				Pişiriciler					
	SMR 10	CBR 1203	SB 1500	N. C 100	Peptizer	IPPD	Yağ	S. Asit	A.S	ZnO	GRF	CB	CBS	S80
a	60	20	20	4	3	2	10	2	1	4	-	55	0,6	3
b	60	20	20	4	3	2	10	2	1	4	4	55	0,6	3

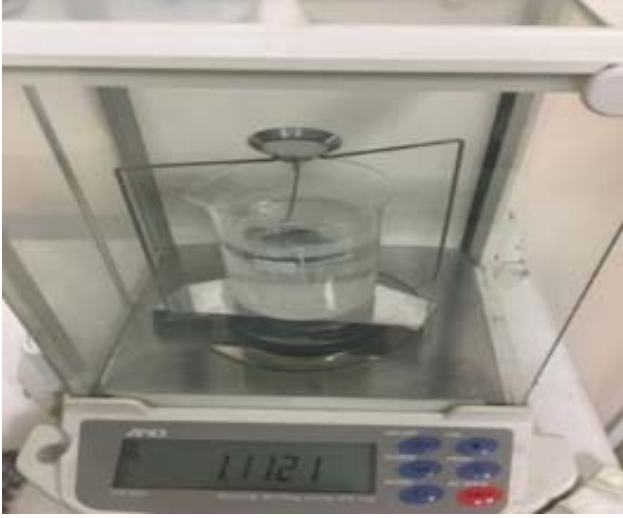
a:ECM1/b:ECM2

yardımla (130 d/dk, 2 saat) karıştırıldı. Çözelti içerisinde çözücü uzaklaştırmak için 70°C'de 1 gün bekletildi. GrF/EL (ECM2) nanokompozit malzeme tamamen kuru hamur halinde elde edildi.

2.3 Malzeme Boyutları ve Test Koşulları (Material Dimensions and Test Conditions)

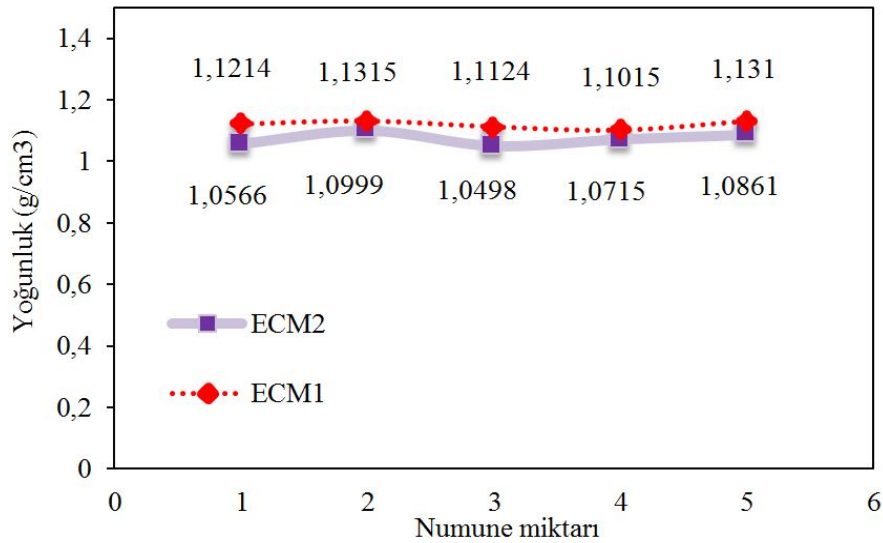
2.3.1 Yoğunluk ölçümü (Density Measurement)

PgS karışımlarının yoğunlukları Şekil 3'te belirtilen cihaz (AND GR 200 Analitik Hassas Terazi) ile ASTM D 297'ye göre, her bir numuneye ait karışımdan 1'er gramlık beş farklı malzeme alınarak ölçüm gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3. Yoğunluk ölçümünün gösterimi
(Demonstration of density measurement)

Dolgu malzemesinin artması ile yoğunluk ve sertliğin artması beklenir. Şekil 4'te görüldüğü gibi GrF dolgu malzemesinin eklenmesi ile nanokompozit karışımının

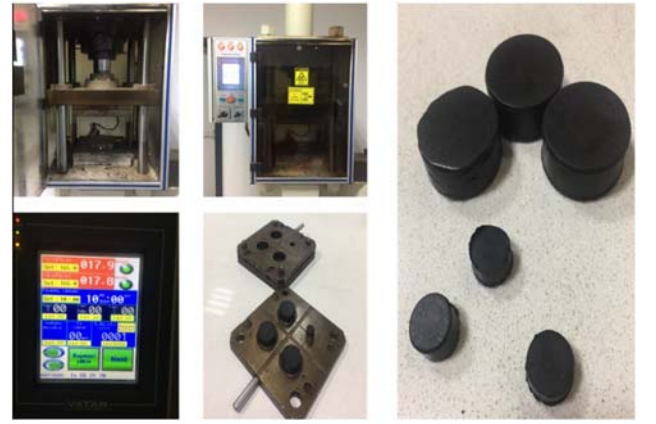


Şekil 4. Yoğunluk ölçüm grafiğinin gösterimi (Density measurement graphic representation)

yoğunluğunun azaldığı gözlemlenmiştir. Bu durum hazırlanan karışımların matris malzemeleri içerisindeki iki boyutlu grafen dolgusunun dağılımı ve hizalanmasına bağlıdır. Şekil 8a'daki SEM görüntüsünde grafen yapraklarının birbiri ile içi içe geçtiği yerlerde yapısal özellikleri ve deformasyon kaynaklı malzeme kırılmalarına bağlı hava boşlukları oluşmuştur. Bu şekildeki matris içerisindeki boşluklar karışım yoğunluğunun azalmasında etkili olmuştur.

2.3.2 Sertlik ölçümü (Hardness measurement)

Şekil 5'te görüldüğü gibi Ø13 mm, h:6 mm sahip silindirik şekiller bulunduran kalıplara yaklaşık 3 gr nanokompozit karışım yerleştirilerek 160°C 10dk vulkanize edildi.



Şekil 5. Sıkıştırma testi için numunelerin vulkanize prosesinin gösterimi (Representation of the vulcanizing process of samples for compression testing)

Numunelerin sertlikleri Zwick Roell 3130 cihazı ile Shore A cinsinden ölçülmüştür. Sertlik ölçüm deneyleri her test numune yüzeyinin beş farklı noktasından alınan ölçümler ile gerçekleştirilmiştir.

Şekil 6 incelendiğinde karışım içerisinde ECM2 olarak ifade edilen Grafen dolgululu kompozit karışımının sertliğinde maksimum %2,6 lık bir artış gözlenmiştir. Sertliğin artması dolgu malzemesi ya da yağ oranı ile ilgilidir. Yağ oranı sabit olduğundan iki farklı dolgu malzemesinin kullanımı ile sertlik artmıştır.

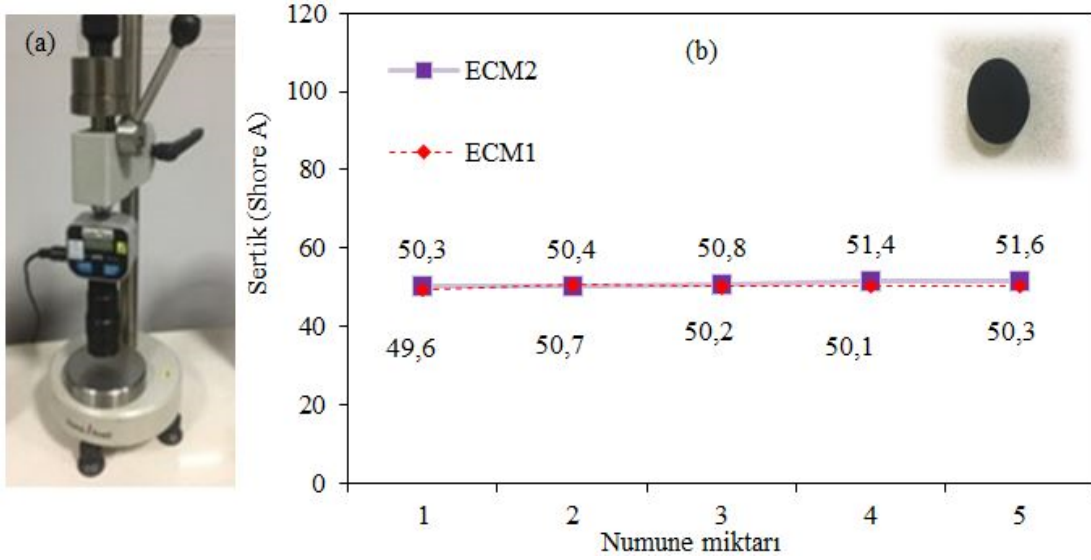
Çekme testleri için öncelikle hazırlanan karışım, laboratuvar tipi özel bir preste 150x150x2 mm ölçülerinde ve 160°C'de 10 dakika boyunca pişirilerek hazırlanmıştır.

Vulkanize edilen test plakaları oda sıcaklığında 16 saat bekletildikten sonra ASTM D 412 'e göre papyon şeklinde numuneler kesilerek çekme testlerinde kullanılmıştır. Hazırlanan numunelerin resimleri Şekil 7a ve Şekil 7b'de gösterilmiştir.

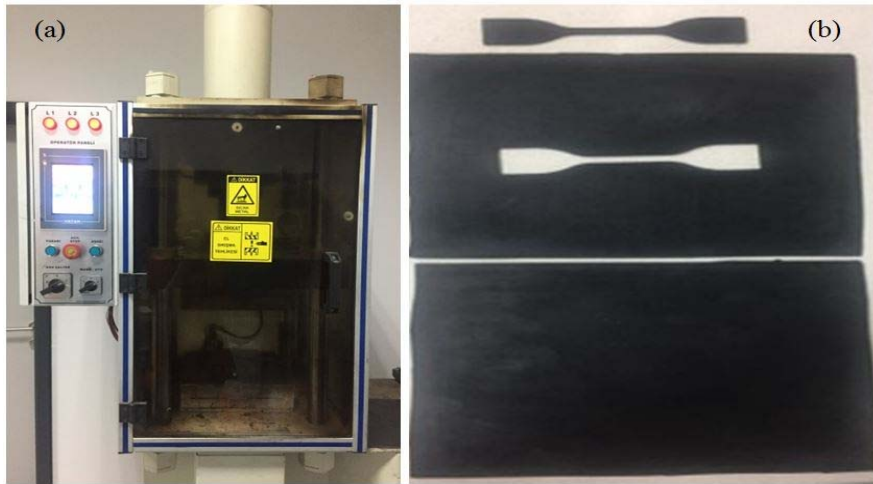
3. SONUÇLAR VE TARTIŞMALAR (RESULTS AND DISCUSSIONS)

3.1 Taramalı Elektron Mikroskobu Karakterizasyonu (SEM) (Scanning Electron Microscopy Characterization)

Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile dolgu malzemelerinin elastomerde homojen olarak dağılıp dağılmadığı araştırılmıştır. Elde edilen görüntüler dolgu malzemeleri ile elastomer arasındaki etkileşimin ve mekanik özelliklerin incelenmesinde katkı sağlamıştır. Uygun SEM görüntüleri elde etmek için hazırlanan malzemeler, çekme testi için vulkanize edilen plakalardan 2x2 mm boyutlarında metal değmeden kesilerek elde edildi. Numunelere, 3 mm kalınlığında analizden önce altın kaplama yapıldı. PgS'lerin nanoyapı morfolojisi 20 kV hızlanma voltajı ile VEGA 3

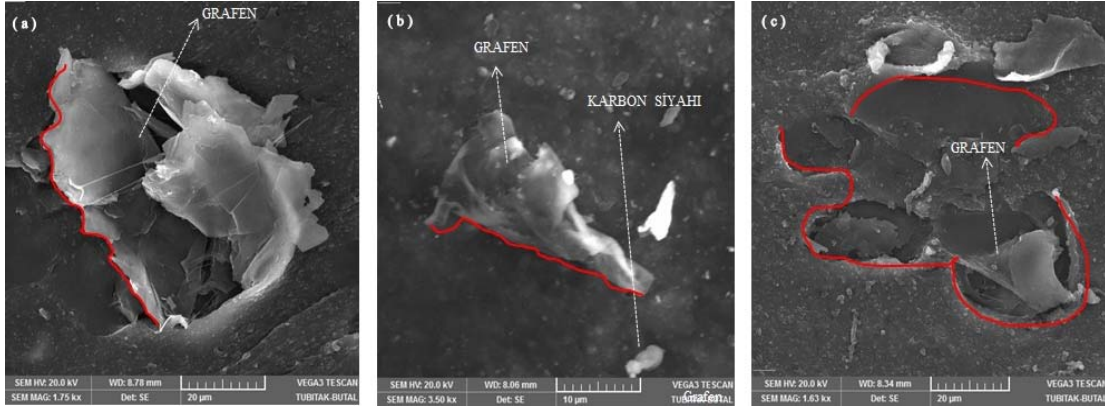


Şekil 6. Sertlik (a) ölçüm cihazının (b) Grafiğinin gösterimi (Representation of the hardness measurement (a) tester device and (b) graphic)



Şekil 7. Kopma Dayanımı-Uzama testi için (a) Plakaların vulkanizasyonun gerçekleştirildiği pres makinesinin gösterimi (b) Vulkanize plakaların Kopma-Çekme testi için numunenin hazırlanışının gösterimi

(For the Stress-Strain (a) Representation of the press machine where the plates are vulcanized (b) Illustration of the preparation of the sample for the Stress-Strain test of vulcanized plates)



Şekil 8. ECM2 nanokompozitlerin SEM görüntüleri (a, b, c) (SEM images of ECM2 nanocomposites (a, b, c))

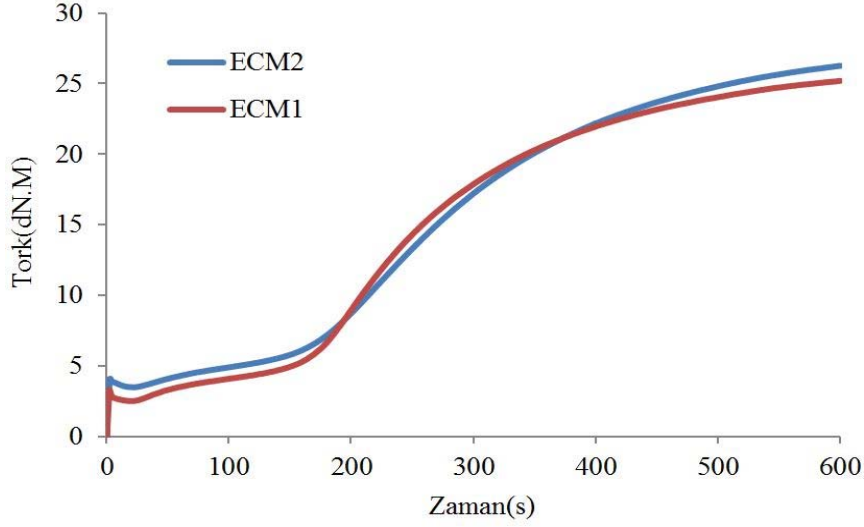
TESCAN'ın taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile ölçüm gerçekleştirilmiştir. Gelişmiş arayüz etkileşimleri ve özenle tasarlanmış GrF nanoyapı sayesinde, PgS'ler, otomotiv sektöründe titreşim takozları, havacılık sektöründe uçak kanatlarındaki gerilmelerin ölçülmesi, giyilebilir tekstil alanında önemli uygulama alanları bulmaktadır[19]. Karışımda kullanılan ana dolgu maddesi CB, banburide karıştırılarak homojen olarak dağılmıştır. Bunun sebebi CB ile organik malzeme arasındaki kimyasal çekim gücünden kaynaklanır. CB, kimyasal yapısı nedeniyle elastomer ile Van Der Waals bağları sayesinde ara yüz etkileşiminin kuvvetli olduğu gözlemlenmektedir. Ayrıca karbon siyahının şekli ve morfolojik dağılımı ile ilgili herhangi bir kusurun olmadığı görülmüştür.

GrF içeren nanokompozit malzemelerin kırılan bölgeleri oldukça net bir şekilde görülmektedir. Şekil 8a ve Şekil 8b incelendiğinde, kauçuğa saplanmış GrF dolgu malzemelerinin olduğu ortaya çıktığı görülmüştür. Kırılmaların oluşması aynı zamanda GrF'nin saplanmış şekilde konumlanması GrF ile matrisin elektron transferinin gerçekleşmesi için yeterli alan oluşturamamıştır. Bunun sebebi GrF katmanlarının tamamen yüzeyin elastomer ile temasta olmaması arayüz etkileşimini de azaltmıştır. Şekil 8c incelendiğinde ise GrF katmanının yüzeyin matrise paralel olarak konumlanması arayüz etkileşiminin kuvvetli olduğunu göstermektedir. GrF/ Elastomer nanokompozitin mekanik özelliği, elastomerde GrF'nin homojen dağılımı ve güçlü arayüz etkileşimi nedeniyle geliştirilmiştir. Bu durum karıştırma süresi ve hızından dolayı kaynaklanmaktadır. Yüksek sıkıştırılarda GrF nanopdolguların kırılmalarından dolayı iletkenliğin kesilmesi direncin artmasına sebep olmuştur. SEM görüntüleri, bazı çatlaklara sahip GRF katmanının, direnç varyasyonuna katkıda bulunabilecek elastomer yüzeyine eşit dağılmadığı Şekil 8b ve Şekil 8c'de göstermektedir.

3.2 Reometre Test Sonuçları (Rheometer Test Results)

Nanokompozitlerin kürlenme özellikleri çalışması, 10 dakika boyunca 160 ° C'de Montech Rheometer (MDR 3000 Basic) test cihazında gerçekleştirilmiştir. GrF yüklemesinin elastomerin vulkanizasyon kinetiği üzerindeki etkisini

göstermek için, ECM1 ve ECM2 malzemelerinin kürlenme eğrileri Şekil 9'da gösterilmektedir. Nanokompozitlerin reometre sonuçları da Tablo 2'de verilmiştir. Kürlenme eğrileri normal olarak daha kısa bir zamana doğru kaydırılır. Bu durum vulkanizasyon olgusunun hızlanmasına işaret eden dolgu malzemesinin artırılmasıyla sağlanır. Kürlenme eğrilerinin maksimum tork değerleri GrF'nin varlığıyla artırılabilir. Bu durum ECM2'nin vulkanizasyon işleminin gözle görülür şekilde hızlandıracağını düşündürmektedir. Aynı zamanda, GrF'nin varlığı, sertleşme eğrilerinin hem minimum hem de maksimum tork değerlerini arttırmıştır. Malzemenin %20, üzerinde tork artışı zamanı temsil eden t_{s2} , aktif hızlandırıcı kompleksinin hızlandırıcı ve aktivatörün reaksiyonu yoluyla oluşmaktadır. Kompleksin moleküler kükürt ile reaksiyona girerek polisülfid türlerinin bir dağılımını oluşturduğu yapıyı karakterize etmek için kullanılabilir. GrF dolgu malzemesinin eklenmesiyle kürlenme süresi (t_{s2}) bir miktar artmıştır. Optimum vulkanizasyon süresi, t_{90} , % 90, minimum tork artışı zamanıdır. Bu işlem sırasında, aktive edilmiş polisülfür türleri, elastomer zincirlere bağlanmış hızlandırıcı uçlu polisülfidik asılı gruplar olan çapraz bağlantı öncülerini oluşturmak için elastomer zincirler üzerindeki doymamış bölgeler ile reaksiyona girer. Bu çapraz bağlantı öncüleri daha sonra ek doymamış bölgelerle veya diğer çapraz bağlantı öncüleriyle reaksiyona girerek polisülfidik çapraz bağlara neden olmaktadır. Bazı önemli vulkanizasyon parametreleri elde etmek için t_{90} kür süresi (yani, uygun kürlenme süresi) t_{s2} (aynı zamanda kavrulma güvenliği ölçmek için kullanılabilir) kür süresi ile arasındaki fark ($t_{90} - t_{s2}$) kürlenme oranını göstermektedir. ECM1 nanokompozit malzemenin kürlenme oranı 5,07 iken ECM2 nanokompozit malzemenin kürlenme oranı 5,17'dir. Tablo 2 ve Şekil 9'u incelediğimizde $t_{90} - t_{s2}$ farkının artması GrF'nin 4 phr olarak eklenmesinden dolayı ısıyı daha yavaş iletmesine neden olmuştur. Bu nedenle kürlenme süresi daha geniş zamanda devam etmiştir. Elastomer/nanodolgu sisteminde Minimum tork (ML) ve maksimum tork (MH), dolgu maddelerinin dağılım durumuna, dolgu-elastomer ağı ya da bileşiklerdeki elastomer-elastomer ağına bağlıdır. Minimum tork (ML), viskozitesinin dolaylı bir ölçüsü olarak kabul edilir. Bu nedenle, vulkanize edilmemiş bileşiğin sertliğinin bir ölçüsü olarak düşünülebilir. GrF'lerin eklenmesiyle viskozitedeki



Şekil 9. ECM1 ve ECM2 reometre grafiği (ECM1 and ECM2 rheometer graph)

artışı, GrF içeren nanokompozitlerin kolayca akmadığı ihtimalini ortaya koymaktadır. GrF yüklü nanokompozitler için minimum tork (ML) değeri artmıştır.

Kükürt ve hızlandırıcının miktarlarının değişmemesi üzerine elastomer-elastomer malzemenin etkileşimi ihmal edilebilir. Zincirlerin hareketini engelleyen dolgu tabakaları arasında veya sistemde bulunan dolgu-elastomer arasındaki güçlü etkileşim etkili ısı transferine yol açmaktadır. Bu vulkanizasyon reaksiyonunu ilerleterek çapraz bağlanma ağını oluşmasını kolaylaştırmıştır. Dolgu-elastomer etkileşiminin artmasıyla ve homojen karışımın sağlanmasıyla nanokompozitler için ML ve MH değerleri, sırasıyla GrF'nin eklenmesiyle artmıştır. Tablo 2 incelediğimizde maksimum tork değeri ile minimum tork değeri arasındaki fark (MH-ML) çapraz bağ yoğunluğunun sonuçlarını göstermektedir. Her iki malzeme için çapraz bağ yoğunlukları arasında çok fark bulunmamaktadır. Fakat mevcut farkın etkisi her iki malzemenin kopma dayanımı-uzama miktarı sonuçlarında görülmektedir. ECM1 nanokompozit malzemenin çapraz bağ yoğunluğu 22,58 iken ECM2 malzemesi için bu oran 22,6'e yükselmiştir.

Tablo 2. ECM1 ile ECM2 Reometre Sonuçları (ECM1 and ECM2 Rheometer Results)

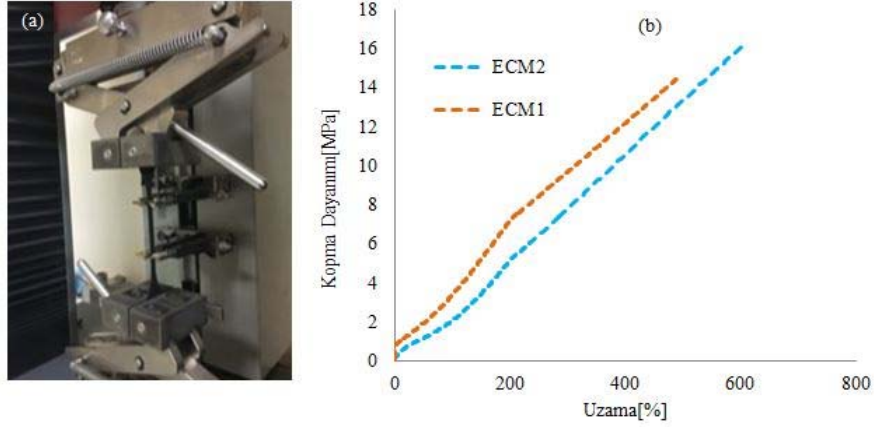
	Reometre Sonuçları				
	T ₂₀	T ₉₀	ML	MH	MH-ML
ECM1	2,09	7,16	2,5	25,08	22,58
ECM2	2,23	7,4	3,61	26,25	22,64

Grafen malzemesinin ilave edilme miktarının düşük olmasına rağmen daha yüksek en-boy oranına ve homojen dağılımına bağlı olarak, nanokompozit malzemeleri farklı hazırlama prosesine rağmen elektriksel ve mekanik olarak iyileştirmiştir. Çeşitli elastomerlerin sertliğinin ve mekanik özelliklerinin genellikle GrF bazlı nanodolguların eklenmesinden sonra önemli ölçüde geliştirir.

Shivakumar ve ark., olağanüstü GSMH dolgu maddesi, mekanik özelliklerini zenginleştirmek için epoksi matris ve karbon kumaş / epoksi hibrit nanokompozit döşemelere takviye edilmiştir. Ağırlıkça yüzde 0,5, 1, 1,5 ve 2 grafen nanoplateletler epoksiye entegre edilerek fiziko-mekanik (mikroyapı, yoğunluk, çekme, eğilme ve darbe dayanımı) özellikleri incelendi. Ayrıca, dolgunsuz ve ağırlıkça% 1 GNP dolgululu karbon kumaş / epoksi hibrit nanokompozit döşemelerin mekanik özellikleri araştırılmıştır. Daha sonra, karbon kumaş / epoksi hibrit nanokompozitler için mekanik özelliklerde kayda değer gelişme sağlandı [20].

Nanokompozit malzemelerin çekme deneyi yapılırken kuvvet açısından düşük kapasiteli ve yüksek hassasiyetli çekme cihazı olan Zwick Roell Z10 cihazı kullanılmıştır [21]. ECM1 ve ECM2 için kopma dayanımı ve uzaması sonuçları Şekil 10'da ve Tablo 3'te verilmiştir.

ECM1 ve ECM2 karşılaştırıldığında kopma dayanımı ve uzama değerinde meydana gelen gelişme, dolgu malzemelerinin nanoboyut etkisinin homojen karışıma sağladığı kolaylıktan kaynaklanır. Bu kolaylık 4 phr GrF yüklemesinde, ECM1'e kıyasla kopma dayanımı ~11,95% (1,74 MPa) artış, kopmada uzamada ~% 24 artış olduğunu göstermektedir. Dolgu malzemelerinin nano boyutlarından dolayı ve uygulanan karışım sebebiyle dolgu malzemeleri homojen olarak dağılmıştır. Grafene herhangi bir kimyasal grup ile fonksiyonlaştırma prosesi uygulanmadan kopma dayanımı ve uzamasındaki bu artış, GrF'lerin elastomer ile daha fazla temas etmesi ve GrF nanodolguların yüksek yüzey alanı nedeniyle mümkün olduğu düşünülmektedir. ECM1'e kıyasla daha düşük miktarda malzemeye eklenmesiyle kayda değer takviye etkisi gösteren GrF, elastomer matris içinde iyi bir dağılım yeteneğine sahiptir. Yüksek uzama(%610,94) ile birlikte nispeten daha yüksek kopma dayanımı(16,25 MPa) sergilediğini Tablo 3'de gösterilmektedir. Bu aynı zamanda, GrF'nin yüksek yüzey alanı(135 m²/g) nedeniyle, bu parçacıkların, CB'ye(52 m²/g)



Şekil 10. Kopma - Uzama testi için (a) Kopma-Uzama test cihazı (b) ECM1 ve ECM2 nanokompozit malzemelerinin Kopma – Uzama test sonuçlarının gösterimi
(Representation (a) Stress-Strain test device (b) the Stress-Strain test results of ECM1 and ECM2 nanocomposite materials)

kıyasla güçlü bağlar oluşturmak için polimer zincirleri tarafından etkileşimde bulunmasının daha yüksek olduğunu göstermektedir. ECM2 nanokompozitleri kuvvete maruz kaldığında dolgu malzemesi ve matris arasında oluşan kuvvetli etkileşim sayesinde yük aktarımı elastomer den dolgu malzemesine aktarılmıştır.

Tablo 3. ECM1 ve ECM2 ‘nin Kopma dayanımı ve uzama değerleri (Stress-strain values of ECM1 and ECM2)

	σ_{max} (Mpa)	ϵ_{Fmax} (%)
ECM1	14,51	493,46
ECM2	16,25	610,94

3.2 Elektriksel Karakterizasyon (Electrical Characterization)

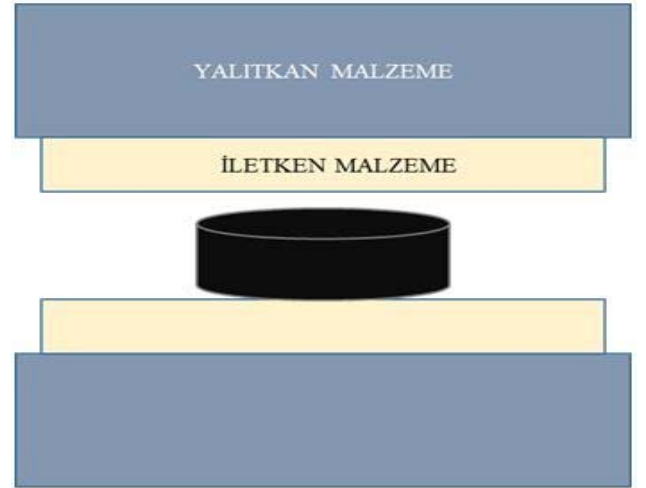
Hazırlanan silindir şeklindeki örnekler, elektriksel özellikleri incelemek için iletken(bakır) ve yalıtkan(Poliamit) malzemeler Şekil 11’de belirtildiği gibi arasına yerleştirildi. Burada yalıtım plakalarının bulunmasının amacı, test düzeneğinde, sabit akım kaynağı ile numuneye uygulanan akımın kapalı bir döngü oluşturmasıdır.

İletken plakaların bulunmasının amacı ise, sabit akımı numuneye homojen bir şekilde uygulamaktır. Malzemelerin elektriksel karakterizasyonu için düzenli sabit bir akım kaynağı olarak Keithley Instruments Model 6221 kullanıldı. Bir dijital multimetre olan Keithley Instruments Model 2000 DM ve iki Keithley 6814 Elektrometre kullanarak iki probe arasındaki elektrik direnci ölçmek için Four-Probe tekniği uygulandı. LabView yazılım sistemi ile tüm veriler kaydedildi. Ölçümler 100mA sabit akım ve 10V sabit voltajda yapılmıştır. Numunelerin yük altındaki elektriksel davranışlarına ait testler Zwick / Roell 10 KN çekme test makinesinde gerçekleştirilmiştir.

Her numune 6 döngü olacak şekilde 1 mm, 2 mm, 3 mm sıkıştırma ile mekanik testlere tabi tutuldu. Bası testlerinde, numuneler istenen sıkıştırma değerine kadar sıkıştırılır ve ardından 5 saniye yüklü durumda tutulur ve ardından orijinal

konumuna geri döndürülür. Sıfır pozisyonuna dönen numune yüksüz durumda 5 saniye tutulduktan sonra istenilen ilerleme hızında mekanik testler ve elektriksel testler yapılmıştır.

Numunelerin 83,35 N değerinde ve yüksüz durumda 5 saniye tutulması, dolgu ve matris nedeniyle malzemede hareketliliğin stabilize olmasını sağlamıştır. Hazırlanan karışımlardan elde edilen tes numuneleri ile gerekli ölçümler yapıldıktan sonra, aynı karışım malzemesi ile hava süspansiyon körüğünde ikincil süspansiyon elemanı olarak kullanılan sönümlenme takozu üretilmiş ve nihai ürün üzerinden saha ölçümleri gerçekleştirilmiştir.



Şekil 11. Elektriksel özelliklerin incelenmesinde yardımcı aparatların gösterimi
(Representation of auxiliary apparatus in the examination of electrical properties.)

Bilim insanları, nanoboyutta dolgu malzemeler kullanarak nanokompozit malzemeler üretmek amacıyla çok fazla çalışma yapmışlardır. Dolgu malzemelerinin yüzey özellikleri(yüzey alanı, hacim oranı vs.) nanokompozitlerin

arayüz etkileşimlerinde önemli etkiye sahiptir. Nano ölçekli katkı maddeleri, mikro boyuttaki dolgu malzemelerine kıyasla takviye için daha verimlidir.

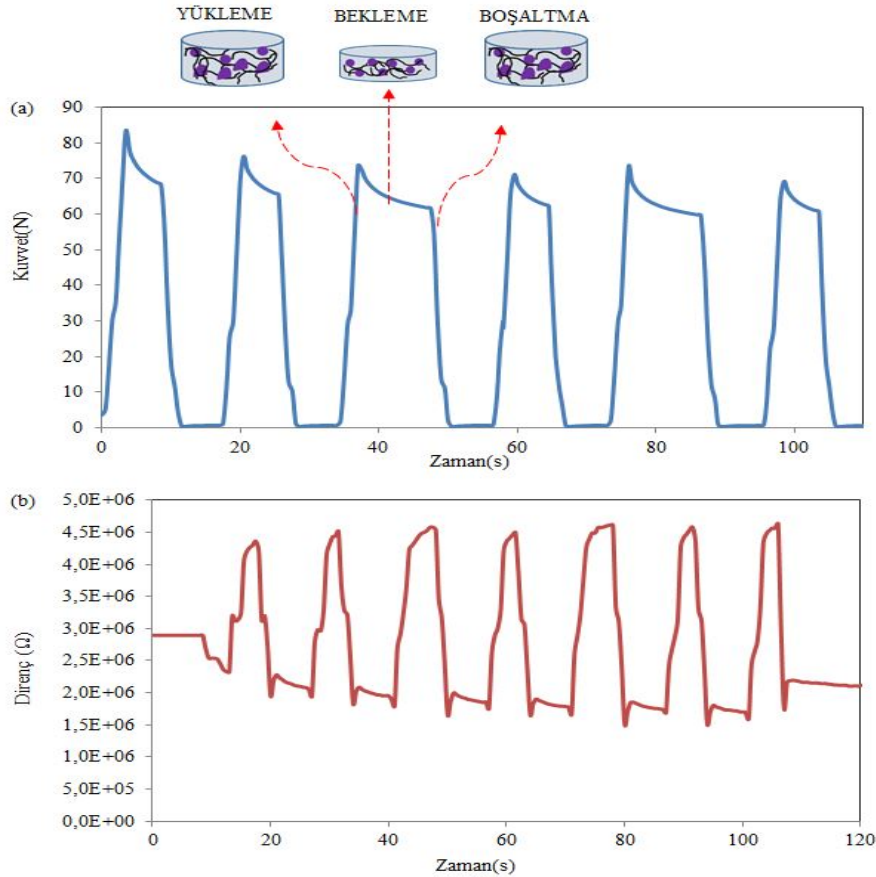
Belirli bir hacim için daha geniş yüzey alanına sahiptirler. Nanodolgu malzemelerinin yüzey alanı/hacim oranı takviye etkisi için önemli bir faktördür. Nanodolgunun kimyasal yapısının ve özelliklerinin etkisini açıklamasını sağlar. Dolgu malzemelerinin büyük partikül boyutları, yüzey alanı / hacim oranının azalmasına neden olur.

Bu nedenle malzemenin dış etkenlere tepkisi azalır. GrF nano katmanlarının ölçüsel olarak büyük boyutu ve yapısı, diğer karbon bazlı dolgu malzemelerine göre daha fazla kusurlara neden olur. Bu orandan dolayı GrF'nin polimer ile etkileşiminde sorun olduğu düşünülmektedir. Nanokompozitin sıkıştırılabilirliği ve dolgunun polimer matris içindeki konsantrasyonu, numunenin iletkenliği için temel faktörlerdir. Grafiklerde görüldüğü gibi yükleme arttıkça direnç azalmıştır. Şekil 12b'de belirtildiği gibi 1 mm sıkıştırılmaya başladığı anda direnç, döngünün sona erdiği anda dirençten daha fazla olduğu görülmektedir. Çevrimsel yüklemeye önce statik durumda ölçülen direnç $2,89E+06$ ohm olup test başladığında $4,61E+06$ ohm'a kadar artmıştır. Yükleme durumunda direnç değerleri benzer davranışlar

göstermiştir. İhmal edilecek oran çok az miktarda artmıştır. Yükleme öncesinde matris ve dolgu herhangi bir deformasyona uğramamıştır. Matris içerisinde dolgular birbirleri üzerinde binmesi, hava boşlukları, farklı şekillerdeki matris yapıları gibi etkenler mevcuttur. Teste başlandığı anda bu etkenler uygulanan dış etkiye bağlı olarak yer değiştirmeye, şekil değiştirmeye zorlanmaktadır. İyapıda gözle görülmeyen deformasyonlar meydana gelebilmektedir. Dolgu malzemeleri kırılabilen ve birbirlerinden ayrılarak matris içerisinde kendilerine yer bulabilmektedir. Ancak döngü sona erdiğinde yük boşaltılması sırasında polimer ile dolgu malzemeleri eski hallerine dönmek için hareket kabiliyetleri artmıştır ve dolgu-matris etkileşimleri arttığı için iletkenlik artarak direnç başlangıç durumuna göre daha küçük değerde elde edilmiştir.

Bununla birlikte, elektron transferinin belirli bir sınıra sahip olmasının bir nedeni, kuvvete maruz kalan bölgelerde numune üzerinde sıkıştırma ve çekme gerilmesinin büyük miktarda olmamasıdır.

Şekil 12a'da grafen dolgulu malzemede 1 mm sıkıştırması ile oluşan yükleme durumu ve Şekil 12b'de ise bu yükleme durumuna bağlı olarak numune üzerindeki direnç değişimi



Şekil 12. ECM2 nanokompozit malzemesinin 1 mm sıkıştırıldığında (a) Kuvvet-Zaman değişimi (b) Direnç-Zaman değişimi grafiklerinin gösterimi

(The representation of (a) Force-Time change (b) Resistance-Time change graphs when ECM2 nanocomposite material is compressed by 1 mm)

grafığı gösterilmiştir. Numunelerin 1 mm'lik sıkıştırma miktarında, matris içindeki dolgu malzemelerindeki hareketlilik ve iç sürtünme kuvveti daha düşüktür. Oluşan maksimum kuvvet 85,42 N ve direnç değeri de $4,26E+06$ ohm dur. Malzemeye çevrimli yükleme-boşaltma testleri sırasında yapılan direnç ölçümleri numune içerisinde farklı gerilim alanları oluştuğunu göstermektedir. Bu süre zarfında meydana gelen dirençteki değişim, numune içindeki polimerin hareketlerinden ve dolgu malzemeleri ile olan etkileşimi ile ilgilidir.

Yükleme işlemi sonrasında numunenin serbest konuma dönmesi ile matris içerisindeki dolgu malzemeleri serbest duruma geçer ve elektron transfer hızı dengeye gelene kadar azalır. Numune ilk durumuna gelirken matris malzemesi bir yay gibi enerjisini boşaltırken, iletim ağındaki direnç artışına bağlı olarak iletkenlik azalır.

Elastik matris malzemesinin non-lineer yaylanma davranışı, nanokompozit içerisinde oluşan tanımlanamayan hareketlerinin sönümlenmesine yardım eder. Şekil 13'te belirtildiği gibi sönümlenme anında, yük iletimi matris malzemesi üzerinden sağlanırken dolgu malzemeleri gevşer ve aralarındaki iletim ağı zayıflar.

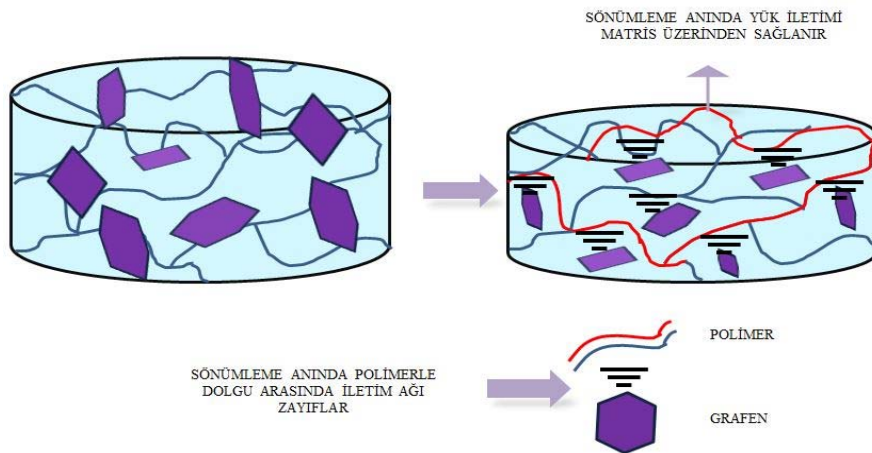
Malzeme içerisindeki iletim ağına kusursuz bir şekilde gerçekleşmesi dolgu malzemesinin matris içerisinde homojen dağılmasının yanında matris ile sağladığı uyum ile ilgilidir. Sıkıştırma miktarını artırmak, bileşikteki dolgu maddesi ile polimer arasındaki etkileşimi arttırmaktadır. Sıkıştırma miktarı arttıkça matris malzeme ile dolgu arasındaki iç ısı artışı ile birlikte dirençte artış göstermektedir. Bu durum elastomer malzemenin yapısı gereği doğal olarak karşılanmaktadır. Sıkıştırma miktarının daha da arttıkça dolgular birbirlerine daha fazla yaklaştıkları ve matris üzerindeki yükün dolguya binmesi ile iletkenlik de artmaya başlamaktadır. Grafenin iki boyutlu geometrik yapısı sayesinde elastomer matris içinde elektron akışı daha

kolaydır. İletkenliğin artması malzemenin iç yapısındaki elektrik akımı akışını kolaylaştıracağından direnç azalmıştır. Basınç sensörü olarak kullanmayı planladığımız iletken dolgulu nanokompozitte yükleme ve yük dönüşü sırasında malzemenin tepkilerinin hızlı olması dirençteki değerlerin değişimini etkilemiştir. Bu durum, yüksek sıkıştırılabilirlik ve elastik özelliklerinden dolayı dolgu malzemeleri arasında giren matris malzemesinden kaynaklanabilmektedir. Şekil 14a ve Şekil 14b sıkıştırma miktarı arttıkça (2 mm) başlangıçta direnç değeri azalmış, 6 döngü sonunda direnç ilk duruma göre daha fazladır. Başlangıçta dolgu elastomer etkileşimi artmış dolgu malzemeleri elastomer içerisinde hareket ederken e^- transferi gerçekleşmiştir. Bu nedenle iletkenliğin artması direncin düşmesine sebep olmuştur. Döngü sonunda dolguların bir araya gelmesiyle elastomer zincirlerinin hareketi kısıtlanmıştır.

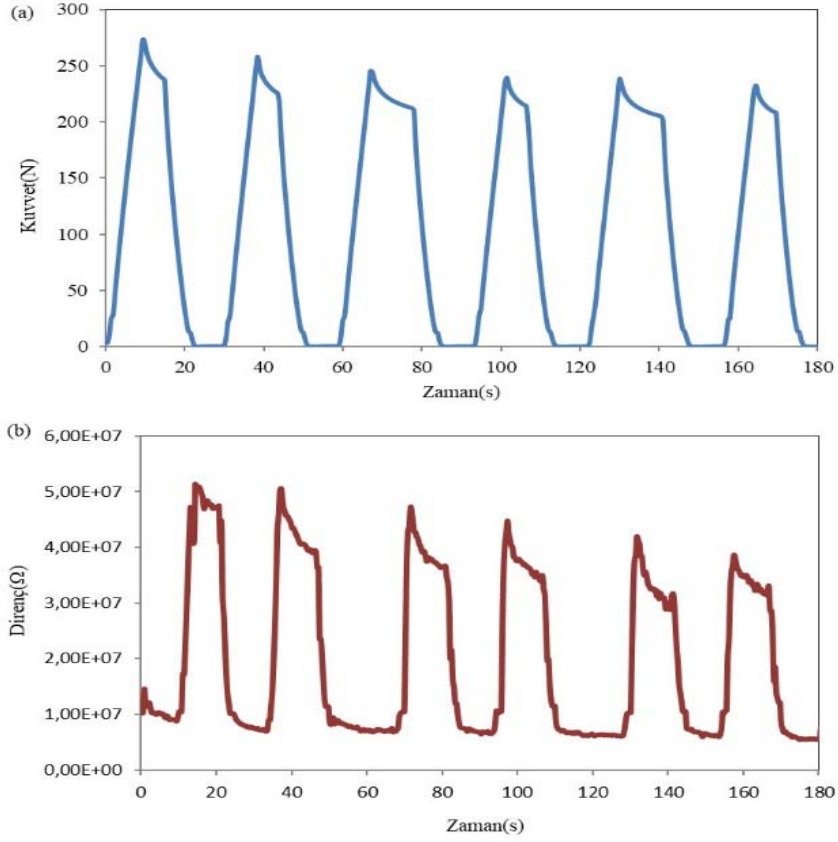
Dolgu-dolgu etkileşimi, elastomer-dolgu etkileşiminden daha fazla olduğu düşünüldüğü için e^- transferinin kısıtlanmasıyla dirençte ihmal edilebilir miktarda artış görülmüştür. Bu artış $0,65E+07$ ohm olarak ölçülmüştür. Nanokompozit malzemeye uygulanan maksimum kuvvet 273 N iken direnç $5,01E+07$ ohm'dur.

PgS, 3 mm sıkıştırıldıktan sonra yük geri dönmeye başladığında direnç değerlerinde dalgalanmalar meydana gelir. Belirli bir alana sahip nanokompozit numunelere uygulanan kuvvet sonucu elde edilen basınç değerleri karşılaştırılmıştır. Nanokompozitlerin farklı sıkıştırma değerlerinde algıladıkları basınç sırasıyla (0,64 bar/2,06 bar ve 6,1 bar) değerlerindedir. Sıkıştırma miktarını arttırmak için uygulanan kuvvete bağlı olarak basınçta doğrusal olarak artmıştır.

Matris içindeki iletken dolgu malzemesinin yüzey alanı, mekanik özellikleri, yüzey alanları/hacim oranları ve dağılım şekli numunenin iletkenliğini dolayısıyla direnç değerlerini etkiler. GrF esaslı nanokompozit malzemenin yapılan



Şekil 13. Sönümlenme anında malzeme içerisinde yük iletiminin gösterilmesi
(Demonstration of the load transmission in the material at the moment of damping)



Şekil 14. ECM2 nanokompozit malzemesinin 2 mm sıkıştırıldığında (a) Kuvvet-Zaman değişimi
(b) Direnç-Zaman değişimi

(The representation of (a) Force-Time change (b) Resistance-Time change graphs when ECM2 nanocomposite material is compressed by 2 mm)

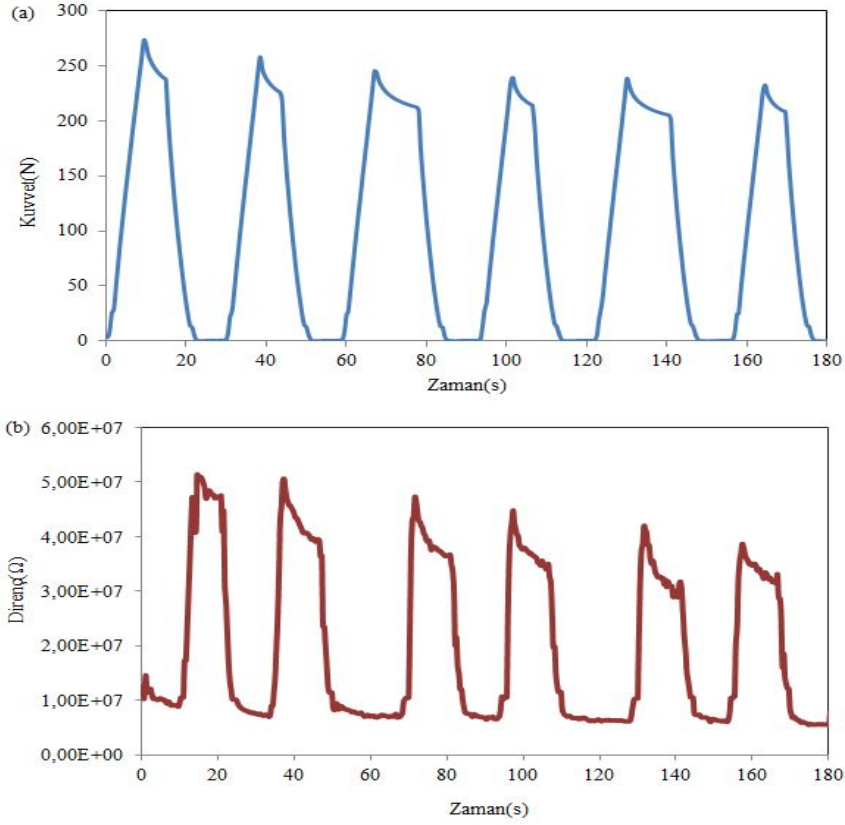
elastomer sensörünün direnci basınç arttıkça azalır ve GrF yapısı sayesinde yüksek sıkıştırma değerlerinde bile sürekli ölçümler elde edilir. Son olarak 3 mm sıkıştırma sonucunda ilk durum ile son durum arasındaki direnç farkı oldukça yüksektir. Bu durum sıkıştırma miktarının artmasıyla iletkenliğin artması direncin azalmasına sebep olmuştur. Şekil 15a ve Şekil 15b polimer malzemeler deformasyona uğradığı için hareketleri kısıtlanmış ve yerleşmelerinden dolayı iletkenlik azalarak direnç artmıştır. Uygulanan maksimum kuvvet 601 N iken direnç 5,29E+06 ohm'dur.

Şekil 15 incelendiğinde 3 mm sıkıştırmada elde edilen eğim değeri yüksektir. Malzemenin iç yapısının hareketinden kaynaklı direnç farkı 300 s sonunda daha fazladır. Sıkıştırma miktarı arttıkça bu direnç farkı da artmıştır. Malzemeye uygulanan yükün artmasıyla sıkıştırma miktarı artar ve dolgu malzemeleri birbiri üzerinde hareket ederek malzeme içerisinde dağılmasından kaynaklanmaktadır. Döngü sonunda ölçülen direnç değeri ile test başında ölçülen direnç değeri arasındaki fark 1,52E+06 ohm olarak ölçülmüştür. Şekil 16 da, 1 mm, 2 mm ve 3 mm sıkıştırma sonucunda Kuvvet-Sıkıştırma ile Direnç-Sıkıştırma miktarlarının ortalama değerleri incelenmiştir. Herbir döngüde maksimum kuvvet değerine karşılık gelen direnç değerleri tespit edilerek 6 döngünün ortalama direnç ve kuvvet değerleri

belirlenmiştir. Testlerde 1 mm, 2 mm ve 3 mm sıkıştırma sonucunda elde edilen ortalama direnç değerleri sırasıyla 4,26E+06, 5,01E+07 ve 5,29E+06 ohm dur. 1 mm, 2 mm ve 3 mm sıkıştırma sonucunda elde edilen değerlerde standart sapmanın yaklaşık %9-11 arasında değişkenlik gösterdiği gözlemlenmiştir. Ölçümlerde 2 mm sıkıştırmada direnç değeri artarken 3mm sıkıştırma sonucunda direnç oldukça azalmıştır. 2 mm sıkıştırma sırasında dolgu malzemelerinde kırılmaların başlaması elektron akışının kesilmesine ve direnç değerinin artmasına sebep olmuştur. Kırılan nanoplateletler Şekil 8a ve Şekil 8b'de gösterilmiştir. 3 mm sıkıştırmada ise kırılan GrF dolgu malzemeleri elastomer ile Şekil 8c'de gösterildiği gibi paralel olacak şekilde etkileşimde bulunarak iletken ağ oluşturmuştur. Nanokompozit içerisinde sıkıştırma sonunda elastomer zincirleri üzerinden hareket eden dolgu malzemeleri ile etkileşimin sonucu dolgu ve elastomer arasındaki (elektron) akışı artmasıyla direnç değerleri azalmıştır.

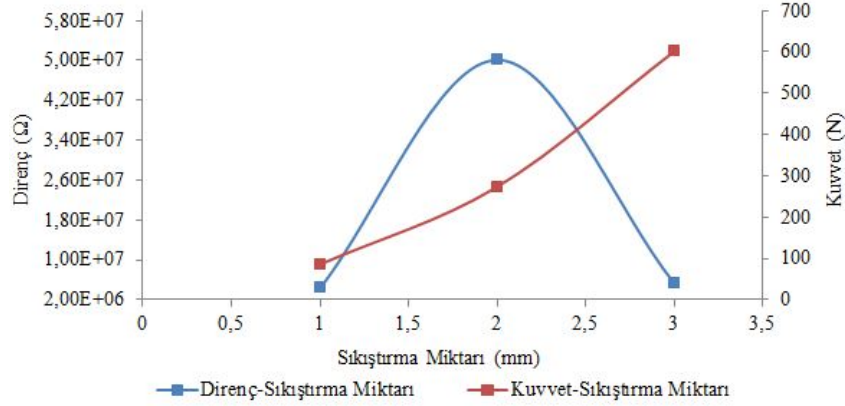
3.3. Hava Süspansiyon Sistemlerinde Uygulanması (Air Suspension Systems Application)

Hazırladığımız GrF dolgulu nanokompozit karışımı ile süspansiyon körüklerinde kullanılan ikinci derecede süspansiyon elemanı olarak kullanılan sönümlenme takozu



Şekil 15. ECM2 nanokompozit malzemesinin 3 mm sıkıştırıldığında (a) Kuvvet-Zaman değişimi (b) Direnç-Zaman değişiminin grafikleri

(The representation of (a) Force-Time change (b) Resistance-Time change graphs when ECM2 nanocomposite material is compressed by 3 mm.)



Şekil 16. Nanokompozit malzemenin Direnç-Sıkıştırma/Kuvvet-Sıkıştırma miktarlarının gösterimi
(Resistance-Compression / Force-Compression amount of composite material)

üretimiştir. Sönümlenme takozu hava körüğü tüm çalışma süresi boyunca aktif değildir. Ancak standart dışı bir tümsek geçişinde hava körüğünün minimum yüksekliğinin altında bir değere gelmesi durumunda devreye girerek oluşan ani yüklemeye kaynaklı darbeleri sönümler. Bu darbelerin kuvvet olarak değeri güvenli tasarım kriterinin üstünde olması durumunda hava körüğünün bileşenlerinin ya da kendisinin zarar görmesi kaçınılmazdır. Ayrıca sönümlenme takozunun zaman bağılı olarak anlık yüklemelere maruz kalma sayısının artması durumunda yol şartlarından ya da sürüş şartlarından

dolayı bir tersliğin olduğu anlaşılabilir. Çalışmamızda kullanılan sönümlenme takozunun Şekil 17de yüklemeye modeli gösterilmiştir. Şekil 18a'da gösterildiği gibi takozun altına nanokompozit malzemeden yapılan mat yerleştirilmiştir. Takoz 1 mm den itibaren 6 mm ye kadar 1 mm arttırarak, 6 mm den 16 mm ye kadar 2 mm arttırarak sıkıştırma işlemi uygulandı. Şekil 18b'de görüldüğü üzere 12 mm sıkıştırma miktarına kadar direnç artışı gözlemlenirken 14-16 mm sıkıştırma sonucunda dirençte ani bir düşüş görülmüştür. Bunun sebebi artan kuvvet ile dolgu

malzemeleri teması sonucu iletkenliğin artmasından kaynaklanır. Sönümlenme takozu ürün montajı gerçekleşmeden önce kalibre edilmiştir. Ardından kurulan test düzeneği ile süspansiyon körüğü içerisine 5 bar hava basıncı verilerek, minimum çalışma yüksekliğinde sönümlenme takozu ile üst metal parçanın teması sağlanmıştır. Sıkıştırma miktarı 4 mm'yi geçmeyecek şekilde ayarlanmıştır. Test süresi 4 dakika olarak belirlenmiştir. Testin başlangıcından itibaren farklı sıkıştırma yüksekliklerinde, farklı sayılarda temas gerçekleştirilmiştir. Birinci dakikada 6 temas, ikinci dakikada 4 temas, üçüncü dakikada 5 temas ve dördüncü dakikada iki temas ve aşırı yük uygulanmıştır. Elde edilen sonuçlar Tablo 4'te gösterilmiştir.



Şekil 17. Hava süspansiyon körüğünün hareketi sırasında direnç değişiminin elde edilmesinin gösterimi
(Representation of the elastomer bumper to be used in the air suspension bellows)

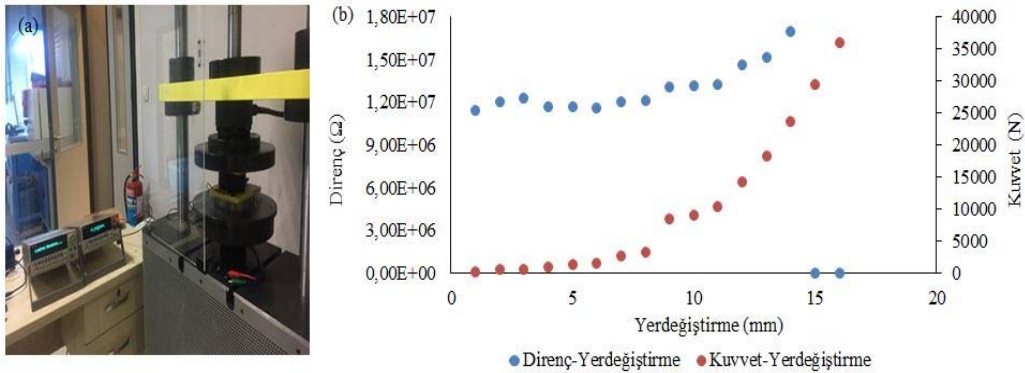
ECM2 nanokompozit numunesine ve takozu aynı miktarda sıkıştırma işlemleri uygulandığında numuneler üzerinde 2 mm sıkıştırmada direnç artışı gözlemlenirken takoz üzerinde 2 mm sıkıştırmada direnç değerlerinde azalma gözlemlenmiştir. Bunun sebebi test numunelerin ve takozun boyutsal ve şekilsel farklılığından kaynaklanmaktadır. Aynı sıkıştırma değerinde birim alana etkiyen kuvvet takozda daha yüksektir. Takoz içerisindeki iletken dolgu partiküllerinin birim alanda daha fazla kuvvete maruz kalması sonucunda partiküller arasındaki mesafe azalarak matris içerisindeki iletken ağ etkileşiminin kuvvetlenmesine bağlı olarak direnç düşmüş ve iletkenlik artmıştır. Tablo 5'de test numuneleri ve takoz'un deplasmana bağlı olarak kuvvet ve elektriksel direnç değişim değerleri verilmiştir. 2 mm sıkıştırma değerinde numunelere 273 N kuvvet uygulanması sonucunda direnç $5,01E+07$ ohm değerine artarken, aynı sıkıştırma değerinde takozu 1050 N uygulanmış ve direnç değeri $1,17E+07$ ohm değerine düşmüştür. Verilen tabloda 1 ve 3 mm sıkıştırma değerlerinde kuvvetin artmasıyla direncin azaldığı görülmektedir.

Tablo 5. Takoz ve ECM2 numunesinin 1 mm, 2 mm ve 3mm sıkıştırılması sonucu elde edilen kuvvet ve direnç değerleri
(Force and resistance values obtained by compressing the bumper and ECM2 sample by 1 mm, 2 mm and 3 mm)

Sıkıştırma Miktarı	Numune		Takoz	
	Kuvvet (N)	Direnç (Ω)	Kuvvet (N)	Direnç (Ω)
1 mm	85,42	$4,26E+06$	563	$1,21E+07$
2 mm	273	$5,01E+07$	1050	$1,17E+07$
3 mm	601	$5,29E+06$	1620	$1,16E+07$

Tablo 4. Takoz sıkıştırma miktarına göre Direnç ve Kuvvet değerlerinin gösterimi
(Representation of Resistance and Force values according to the bumper compression amount)

	Sıkıştırma Miktarı(mm)							
	0,5	1	1,5	2	2,5	3	3,5	4
Okunan Direnç Değeri(Ω)	$1,15 \times 10^7$	$1,21 \times 10^7$	$1,23 \times 10^7$	$1,17 \times 10^7$	$1,18 \times 10^7$	$1,16 \times 10^7$	$1,20 \times 10^7$	$1,21 \times 10^7$
Okunan Kuvvet Değeri(N)	302	563	748	1050	1330	1620	2860	3350



Şekil 18. Takozun hareketi sırasında (a) Test düzeneğinin gösterimi (b) Direnç-Deplasman ve Kuvvet-Deplasman grafiğinin gösterilmesi

(Representation of (a) Test setup (b) Resistance-Displacement and Force-Displacement graph during the movement of the bumper)

4. SONUÇLAR (CONCLUSIONS)

Yüke bağlı direnç değişimini gösteren basınç sensörleri geliştirmek amacıyla, bu çalışmamızda grafen iletken dolgu malzemesi içeren elastomer nanokompozitleri geliştirdik. Elastomer nanokompozitler, farklı proses şartlarında başarıyla hazırlanmış ve mekanik ve elektriksel testlerle incelenmiştir. İnce kesitlerde SEM görüntüleri, dolgu malzemesinin (CB) nanokompozit malzemede iyi bir dağılım gösterdiğini, GrF ile yüksek hassasiyete sahip basınç sensörlerinde kullanılabilceği öngörülmektedir. Nanokompozitler, 3 mm'de sıkıştırıldığında basınç sensörleri için en iyi direnç değerlerini göstermiştir. 3 mm'den daha fazla sıkıştırma miktarlarında matris içerisindeki dolgu malzemelerindeki fazla hareketlilik dolayısıyla aşırı direnç artışı gözlemlenmiştir. Hazırlanan numuneler ve takoz ile yapılan çalışmalar karşılaştırıldığında, 3 mm sıkıştırma sonucunda diğerlerinden daha düşük direnç değerleri elde edildi. Daha fazla sıkıştırma miktarlarına uygun numune tipleri için farklı dolgu tip ve oranlarına dair çalışmalar yapılması gerekmektedir. Bu çalışma, cihaz tasarımı konseptini, uygulamaları için kolay bir üretim yöntemi, sağlık alanındaki kas hareketlerinin incelenmesi, havalı süspansiyon sistemlerinde kullanılacak hassasiyette üretilebileceğini sunmuştur.

KAYNAKLAR (REFERENCES)

1. Wu W., Wen X., Wang Z.L., Taxel-Addressable matrix of vertical nanowire piezotronic transistors for active and adaptive tactile imaging, *Science*, 340 (6135), 952–957, 2013.
2. Zang Y., Zhang F., Di C., Zhu D., Advances of flexible pressure sensors toward artificial intelligence and health care applications, *Material Horizons*, 2, 140-156, 2015.
3. Liu W., Huang Y., Peng Y., Walczak M., Wang D., Chen Q., Liu Z., Li L., Stable wearable strain sensors on textiles by direct laser writing of graphene, *ACS Applied Nano Materials*, 3 (1), 283–293, 2020.
4. Tian H., Shu Y., Wang X.F., Mohammad M.A., Bie Z., Xie Q.Y., Li C., Mi W.T., Yang Y., Ren T.L., A Graphene-Based resistive pressure sensor with record-high sensitivity in a wide pressure range, *Scientific Reports*, 5, 8603, 2015.
5. Lv B., Chen X., Liui C., A highly sensitive piezoresistive pressure sensor based on Graphene Oxide/Polypyrrole@Polyurethane Sponge, *Sensors*, 20 (4), 1219, 2020.
6. Zheng W., Wong S.C., Electrical conductivity and dielectric properties of PMMA/expanded Graphite composites, *Composite Technology And Science*, 63 (2), 225-235, 2003.
7. Duan L., Fu S., Deng H., Zhang Q., Wang K., Chen F. and Fu Q., The resistivity–strain behavior of conductive polymer composites: stability and sensitivity, *Journal of Materials Chemistry A*, 2, 17085–17098, 2014.
8. Li J., Fang L., Sun B., Li X., Kang S.H., Recent progress in flexible and stretchable piezoresistive sensors and their applications, *Journal of the Electrochemical Society*, 167 (3), 2020.
9. Mittal G., Dhand V., Rhee K.Y., Park S.J., and Lee W.R., A review on carbon nanotubes and graphene as fillers in reinforced polymer nanocomposites, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 21, 11-25, 2015.
10. Rybinski P., Anyszka R., Imiela M., Sicinski M., Gozdek T., Effect of modified graphene and carbon nanotubes on the thermal properties and flammability of elastomeric materials, *J Therm Anal Calorim*, 127, 2383–2396, 2017.
11. Bhattacharya M., Polymer Nanocomposites—A Comparison between Carbon Nanotubes, Graphene, and Clay as Nanofillers, *Materials*, 9, 262, 2019.
12. Demir Ç., Akgöz B., Erdiñç M.C., Mercan K., Civalek Ö., Free vibration analysis of graphene sheets on elastic matrix, *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, 32 (2), 551-562, 2017.
13. Şentürk A.Ş., Oktem A.S., Konukman A.Ş., Investigation of the effects of nitrogen doping within different sites of Stone-Wales defects on the mechanical properties of graphene by using a molecular dynamics simulation method, *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, 34 (1), 69-78, 2018.
14. Yan C., Wang J., Kang W., Cui M., Wang X., Foo C.Y., Chee K.J., Lee P.S., Highly stretchable piezoresistive, Graphene–nanocellulose nanopaper for strain sensors, *Advanced Materials*, 26 (13), 2022–2027, 2014.
15. Sheng L., Liang Y., Jiang L., Wang Q., Wei T., Qu L., Fan Z., Bubble-Decorated Honeycomb-Like Graphene Film as Ultrahigh Sensitivity Pressure Sensors, *Advanced Functional Materials*, 25 (41), 6545-6551, 2015.
16. Scaffaro R., Maio A., Re G.L., Parisi A. and Busacca A., Advanced piezoresistive sensor achieved by amphiphilic nanointerfaces of graphene oxide and biodegradable polymer blends, *Composite Science and Technology*, 156, 166-176, 2018.
17. Yue Z., Ye X., Liu S., Zhu Y., Jiang H., Wan Z., Lin Y., Jia C., Towards ultra-wide operation range and high sensitivity: Graphene film based pressure sensors for fingertips. *Biosensors and Bioelectronics*, 139, 111296, 2019.
18. Kasım H., Demir B., Investigation of electrical properties of hybrid nanocomposites containing different fillers on pressure sensor applications under different loading, *Journal of Composite Materials*. 55 (17), 2329–2337, 2021.
19. Khan U.A., Li C.Y., Siddiqui N.A., Kim J.K., Vibration damping characteristics of carbon fiber-reinforced composites containing multi walled carbon nanotubes, *Composites Science and Technology*, 1486, 1494-1487, 2011.
20. Shivakumar H., Renukappa N., Shivakumar K., Suresha B., The reinforcing effect of Graphene on the mechanical Pproperties of Carbon-Epoxy Composites. *Open Journal of Composite Materials*, 10, 27-44, 2020.

21. Uğuz A., Penekli U., Determination of mechanical behavior of metal-rubber compound pulley part, finite element analysis and verification with tests, Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University, 35 (4), 2113-2123, 2020.