



TEKSTİL VE MÜHENDİS
(Journal of Textiles and Engineer)



<http://www.tekstilvemuhendis.org.tr>

Karbon Lif Yüzey Modifikasyonunun Karbon Lif ve Karbon Lif Takviyeli Kompozit Malzemelerin Özelliklerine Etkilerinin İncelenmesi

Effect of Carbon Fiber Surface Modification on Properties of Carbon Fiber and Carbon Fiber Reinforced Composite Materials

Lütfiye ALTAY, Mehmet SARIKANAT
Ege Üniversitesi, Makina Mühendisliği Bölümü, Bornova, İzmir, Türkiye

Online Erişime Açıldığı Tarih (Available online):26 Mart 2019 (26 March 2019)

Bu makaleye atıf yapmak için (To cite this article):

Lütfiye ALTAY, Mehmet SARIKANAT (2019): Karbon Lif Yüzey Modifikasyonunun Karbon Lif ve Karbon Lif Takviyeli Kompozit Malzemelerin Özelliklerine Etkilerinin İncelenmesi, Tekstil ve Mühendis, 26: 113, 25-32.

For online version of the article: <https://doi.org/10.7216/1300759920192611303>

Sorumlu Yazara ait Orcid Numarası (Corresponding Author's Orcid Number) :

<https://orcid.org/0000-0003-1094-2272>



Arastırma Makalesi / Research Article

KARBON LİF YÜZEY MODİFİKASYONUNUN KARBON LİF VE KARBON LİF TAKVİYELİ KOMPOZİT MALZEMELERİN ÖZELLİKLERİNE ETKİLERİNİN İNCELENMESİ

Lütfiye ALTAY

<https://orcid.org/0000-0003-4946-3615>

Mehmet SARIKANAT*

<https://orcid.org/0000-0003-1094-2272>

Ege Üniversitesi, Makina Mühendisliği Bölümü, Bornova, İzmir, Türkiye

Gönderilme Tarihi / Received: 08.01.2019

Kabul Tarihi / Accepted: 19.02.2019

ÖZET: Karbon lif takviyeli kompozit malzemelerin özelliklerini etkileyen en önemli etkenlerden biri karbon lif/polimer arasındaki arayüz bağlanma dayanımıdır. Karbon life uygulanan yüzey modifikasyonları arayüz özelliklerinin iyileşmesinde önemli rol oynamaktadır. Bu çalışmada ilk olarak karbon lifler kimyasal oksidasyon işlemi ve silan modifikasyonundan geçirilerek sonrasında karbon lif takviyeli epoksi tabanlı prepregler üretilmiştir. Daha sonra prepreglerden elde edilen kompozit plakaların özellikleri çeşitli karakterizasyon yöntemleri ile incelenmiştir. Karbon lif yüzeyine uygulanan kimyasal işlem lif yüzeyindeki oksijen içeren fonksiyonel grupları artırarak epoksi ile ek bağlanma bölgeleri oluşturmuştur. Silan modifikasyonu ise lif yüzeyinde koruyucu bir kaplama oluşturarak lifin işlenebilirliğini ve lif/polimer yapışma özelliğini önemli ölçüde arttırmıştır.

Anahtar Kelimeler: Karbon lif, epoksi, prepreg, kompozit malzeme, yüzey işlemi

EFFECT OF CARBON FIBER SURFACE MODIFICATION ON PROPERTIES OF CARBON FIBER AND CARBON FIBER REINFORCED COMPOSITE MATERIALS

ABSTRACT: One of the most important factors affecting the properties of carbon fiber reinforced composite materials is the interface bond strength between the carbon fiber / polymer. Surface treatment and sizing applied to carbon fiber play an important role in improving the interface properties. In this study, carbon fibers are subjected to chemical surface treatment and silane modification before epoxy prepregs are produced. Then, the properties of the composite plates obtained from prepregs were investigated by various characterization methods. The chemical treatment applied to the carbon fiber surface increased the oxygen containing functional groups on the fiber surface to form additional binding sites with epoxy. The silane modification significantly increased the processability of the fibers and fiber/ polymer interface adhesion by forming a protective coating on the fiber surface.

Keywords: carbon fiber, epoxy, prepreg, composite materials, surface treatment

Sorumlu Yazar/Corresponding Author: sarikanat.mehmet@gmail.com

DOI: 10.7216/1300759920192611303, www.tekstilvemuhendis.org.tr

1. GİRİŞ

Son yıllarda karbon lifler üstün mekanik dayanım, düşük yoğunluk, yüksek ısı ve kimyasal kararlılık, yağlayıcı ve aşınma dayanımı gibi özelliklerinden dolayı yüksek performanslı termoset ve termoplastik kompozitlerde takviye elemanı olarak oldukça yaygın kullanılmaktadırlar. Özellikle yüksek mukavemet /ağırlık oranına bağlı olarak araçların veya ekipmanların ağırlığının azaltılmasında karbon lif kullanımı etkilidir. Oto-motiv, uzay, havacılık, spor ekipmanları, deniz taşıtları, rüzgâr türbinleri, turbomakinalar, antistatik ve elektromanyetik koruma malzemeleri için karbon lif takviyeli polimer kompozitlerin tercih edilmesi günden güne artmaktadır [1]. Karbon lif takviyeli kompozit malzemelerin mikro yapısı, genel olarak lif, bağlayıcı matris ve ara yüzey bölgesinden oluşmaktadır. Ara yüzey özellikleri, iki bileşenin kimyasal/morfolojik doğası ve fiziksel/termodinamik uyumuna bağlıdır ve kompozitin genel performansını etkiler. Karbon lif takviyeli kompozitlerin, sertlik, uzunlamasına ve enine dayanım gibi temel mekanik özellikleri, karbon lif yüzeyi ve polimer matrisi arasındaki yapısal olarak zayıf arayüzey yapışması ile sınırlıdır [2].

Karbon lifler poliakrilonitril (PAN) ya da zift tabanlı olabilirler ve polar olmayan kristalize grafit bazal düzlemlere sahiplerdir. Üretimleri sırasında yüksek sıcaklıkta karbonizasyon / grafitleşme aşamasının varlığı karbon liflerde kimyasal inertlik ve yüzey pürüzsüzlüğüne bu da matris materyalleriyle daha zayıf yapışmasına neden olmaktadır. Karbon lif ve polimer arasındaki yapışma karbon lif yüzeyi, yüzey yoğunluğu, yüzey morfoloji ve pürüzlülük gibi etkenlere bağlı olmaktadır. Karbon lif ve matris arasındaki arayüzde etkili bir kuvvet aktarımı için güçlü bir lif / matris arayüzey yapışması gerekmektedir. Karbon lif ve polimer matrisi arasındaki arayüzey bağlanma dayanımının artırılması karbon lif takviyeli kompozitlerin ileri kompozitler uygulamalarında potansiyel kullanımları için uzun zamandır varolan önemli bir konudur. Polimerin lif yüzeyine yapışması kullanılan karbon lifin yüzey yapısı ve yüzey kimyası ile kontrol edilebilmektedir. Karbon lif ve polimer arasındaki arayüzey bağı yüzey alanının artırılması veya bileşenler arasındaki kimyasal etkileşimin iyileştirilmesi ile güçlendirilebilir. Karbon lif/polimer arayüzeyinin güçlendirilmesine yönelik yapılan birçok yüzey modifikasyon işlemleri bulunmaktadır. Bu işlemlere örnek olarak kimyasal modifikasyon, plazma, gaz/sıvı faz ve kaplama gibi karbon lifi yüzey işlemleri verilebilmektedir [3-5]. Sellitti, Wu ve arkadaşları karbon lif üzerine fonksiyonel gruplar oluşturmak için karboksilik ve nitrik asit kullanarak karbon liflere yüzey oksidasyonu işlemi uygulamışlardır. Karbon lif yüzeyindeki artan oksijen ve nitrojen oranı karbon fiberlerin toplam yüzey enerjisinin yükselmesine olanak sağlamıştır [6, 7]. Tiwari ve arkadaşları karbon liflere uygulanan asit işleminin süresi üzerine çalışmış ve artan yüzey işlemi sürelerinin matris ve lif arasındaki ıslanma ve kimyasal etkileşimi arttırdığını göstermişlerdir [8].

Jang ve Yang çalışmasında oksijen plazma yüzey işlem süresinin karbon lif yüzey pürüzlülüğüne ve karbon lif ve matris arasındaki mekanik kilitlenmeye etkilerini araştırmıştır. Bu çalışmada, optimum plazma süreleri aşıldığında karbon lif yüzey alanının azaldığı gösterilmiştir[9]. Yang ve arkadaşları epoksi ve karbon lif arasındaki arayüz bağı arttırmaya yönelik karbon fibere

silan modifikasyonu uygulamış ve kompozitlerin çekme, eğilme ve tabakalar arası kayma dayanımı testleri ile mekanik özelliklerde iyileşme olduğunu göstermişlerdir [10].

Karbon liflere uygulanan kimyasal işlem lif yüzeyinde aktif fonksiyonel grupları arttırarak aynı zamanda silan modifikasyon işleminin kalitesini de arttırmaktadır. Silan modifikasyon işleminin asıl avantajı lifleri olası hasarlara karşı koruyarak lif ve matris arasındaki uyumu arttırmaktır [11, 12]. Karbon liflerde silan modifikasyon işlemi yüzey kalitesi sağlamak, kompozit üretimi ve kullanımı sırasında hasarlara karşı korumak için de kullanılan bir yöntemdir.

Bu çalışmanın amacı, ilgili literatürden farklı olarak karbon liflere önce kimyasal yüzey işlemi ve sonrasında silan modifikasyonun yapılması ve bu fonksiyonel yüzeylere sahip karbon lif takviyeli epoksi tabanlı prepreg üretilmesi, oksidasyon işlemi ve silan modifikasyonun karbon lif ve kompozitlerin özelliklerine etkisinin incelenmesidir. Bu amaç doğrultusunda karbon liflere kimyasal işlem uygulanarak aktif yüzeyler elde edilmiş daha sonra silan modifikasyonu gerçekleştirilmiştir. Karbon lif takviyeli epoksi emdirilmiş prepreg ve kompozit plakalar prepreg makinası ve ısıtmalı pres kullanılarak elde edilmiştir. Yüzey işlemi ve silan modifikasyonun karbon lif ve kompozit plakaların özelliklerine olan etkileri X-ışını fotoelektron spektroskopisi (XPS), lif çekme testi, lif sıyırma, kısa kırı kayma, tabakalar arası kırılma tokluğu deneyi ve iosipescu kayma gerilmesi testleri ile detaylı olarak incelenmiştir.

2. MALZEMELER VE YÖNTEMLER

2.1. Malzemeler

Bu çalışmada kullanılan yüzey işlemsiz PAN tabanlı karbon lifler (12K) fitil şeklinde Dow Aksa firmasından temin edilmiştir. Prepreg epoksi sistemi olarak Araldite® LY 1564 SP ve Aradur® XB 3486 (Huntsman, USA) seçilmiştir. Bu çalışmada, ağırlıkça Araldite® LY 1564 SP /Aradur® XB 3486 oranı 100/34 olarak kullanılmıştır. Kimyasal oksidasyon işlemi ve silan modifikasyonu için sırasıyla Amonyum hidrojen karbonat ($(NH_4)_2HCO_3$ (Sigma-Aldrich, USA) ve kullanılmıştır.

2.2. Karbon Lif Yüzey işlemi

Karbon lif yüzeyinde aktif fonksiyonel gruplar oluşturmak için karbon lif üzerine DC güç kaynağı kullanarak kimyasal oksidasyon işlemi uygulanmıştır. Bu işlem sırasında karbon lif ve grafit plaka sırasıyla anot ve katot olarak kullanılmıştır. Yüzey işleminde elektrolit olarak %7,5 $(NH_4)_2HCO_3$ konsantrasyonuna sahip çözelti içerisinde 0,5V DC voltaj uygulanarak 110 saniye boyunca 35 °C'de karbon lifler okside edildikten sonra çıkarılarak distile su ile yıkandıktan sonra 110 °C' de 2 saat süre ile kurutulmuştur. Yüzey işlemi görmüş lifler T-KF olarak adlandırılmıştır.

2.3. Karbon Lif Yüzeyinin Silan Modifikasyonu

Kimyasal oksidasyon yüzey işleminden sonra yüzey işlemli karbon lifler banyo içerisinde silan uyumlaştırıcı ajanı (3-amino-propil trietoksilan) ile kaplanmıştır. 95:5 ağırlık oranında su ile etanol karışımı silan için çözücü olarak kullanılmıştır. Oluşturu-

lan bu çözelti içerisinde karbon lifler daldırılarak 20 dk boyunca banyo içerisinde tutulmuştur. Silan işleminden sonra karbon lifler 80 °C’de 12 saat boyunca kurutulmuştur. Silan modifikasyonu ve yüzey işlemi görmüş karbon lifler S-T-KF olarak adlandırılmıştır.

2.4. Prepreg ve Kompozit Plaka Üretimi

Prepreg kelimesi önceden emdirilmiş anlamına gelmektedir ve bir çeşit kompozit malzeme üretim yöntemidir. Bu yöntemde karbon lifler içinde belli miktarda epoksi bulunan emdirme haznesinin içinden sürekli halde geçirilerek diğer uca tambur üzerindeki teflon film üzerine sarılmaktadır. Tambur sıcaklığı yaklaşık 80 °C’ye kadar ısıtılmakta ve böylece epoksinin jelleşmeye başlaması sağlanmaktadır. 20 dk sonra jelleşmesi sağlanan epoksi emdirilmiş karbon lif tamburdan ayrılarak elde edilen ortalama kalınlığı 1,14 mm olan prepreg’ler kurluşmelerine engel olmak için buzdolabında saklanmıştır.



Şekil 1. Prepreg üretim sistemi

Daha sonra, 8 adet prepreg kalıp içerisinde dizilerek 120°C ve 5 bar basınçta 30 dk boyunca sıcak preste basılarak 3 mm kalınlığında tek yönlü kompozit plakalar elde edilmiştir. Kompozit plakaların lif/matris hacim oranı %60’dır. Bu plakalardan kısa kiriş kayma testi numuneleri çıkarılmıştır. Bu çalışmada kullanılan prepreg üretme makinası, üretilen prepreg ve kompozit plakalar Şekil 1’de gösterilmektedir.

Mod I tabakalar arası kırılma tokluğu deneyi için 8 adet prepreg kullanılmıştır. Ancak prepreg’ler kalıp içerisinde dizilirken çatlak oluşturmak için orta katmana 40 mm boyunda, 25 mm genişliğinde 0,25 mm kalınlığında teflon film yerleştirilmiştir. Daha sonra ısıtmalı preste çatlak oluşturulan kompozit plakalar üretilmiştir.

2.5. Karbon Lif Karakterizasyonu

2.5.1. XPS Analizi

Karbon lif yüzeylerinin kimyasal analizi ESCALAB 250 XPS sistemi (ThermoFisher Scientific, USA) ile gerçekleştirilmiştir. XPS yaklaşık 5,0E10⁻⁹ mbar’da monokromatik Al Ka X-ışını kaynağı (1486,6eV) kullanılarak çalıştırılmıştır. Tüm ölçümler-

de, 150eV ve 30eV geçiş enerjileri, sırasıyla araştırma ve yüksek çözünürlük taramaları için kullanılmıştır. 284,6eV referans piki olarak alınarak C1s spektrumu için yedi parametre eğri uydurma gerçekleştirilmiştir.

2.5.2. Lif Çekme Testi

Yüzey işlemsiz karbon lif, yüzey işlemli karbon lif ve silan modifikasyonlu karbon liflerin çekme dayanımları Shimadzu AUTOGRAPH AG-IS serisi çekme-basma test cihazı kullanılarak test edilmiştir. Bu testte çekme hızı 0,1 mm/dakika olarak alınmıştır. Numuneler her birinin ölçü uzunluğu 50 mm olacak şekilde epoksi yapıştırıcı ile kartona tutturularak hazırlanmış ve her bir numune için en az 10 ölçüm yapılmıştır.

2.5.3. Lif Sıyrma (pull-out) Testi

Lif -matris arayüzünü karakterize etmek için arayüz kayma dayanımı sıyrma testi ile elde edilmiştir. Lif sıyrma testi liflerin epoksi matrisin içerisine oda sıcaklığında 180 dk boyunca daldırılmasından sonra yapılmıştır. Bu testler ASTM STP 452 standardına göre yapılmıştır. Ölçü uzunluğu 10 mm, çekme hızı 0,1 mm/dk olacak şekilde Shimadzu AUTOGRAPH AG-IS serisi çekme -basma test cihazı kullanılmıştır. Her numune için 10 ölçüm yapılarak ortalaması hesaba katılmıştır.

Sıyrma kuvveti p_{max} , çap d , ve matris içine girmiş lif uzunluğu l_f belirlenerek arayüz kayma dayanımı (IFSS) τ_d aşağıdaki denklem ile hesaplanmıştır.

$$\tau_d = \frac{P_{max}}{d\pi l_f} \quad (1)$$

2.6. Karbon Lif Takviyeli Epoksi Kompozit Test

Numunelerinin Karakterizasyonu

2.6.1. Kısa Kiriş Kayma Testi

Karbon lif takviyeli kompozitlerde tabakalararası kayma dayanımını (ILSS) hesaplamak için ASTM D2344 standartına göre kısa kiriş kayma testi yapılmıştır. Shimadzu AUTOGRAPH AG-IS Serisi çekme-basma test cihazı kafa hızı 1,3 mm/dk alınarak kullanılmıştır. Su jeti yöntemi kullanılarak kompozit plakalardan kesilen test numunelerinin boyu ve eni sırasıyla 26,3 mm and 6,4 mm’dir. Plakalar arası kayma dayanımı aşağıdaki şekilde hesaplanmıştır:

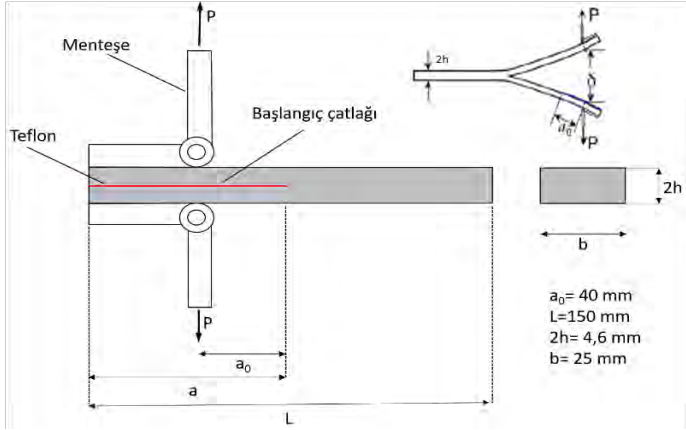
$$ILSS = 0,75 \frac{F_{max}}{wt} \quad (2)$$

Burada $ILSS$, plakalar arası kayma dayanımı değeri, F_{max} hasar yükü, w ve t ise test numunesinin sırasıyla eni ve kalınlığıdır.

2.6.2. Tabakalararası Kırılma Tokluğu Deneyi (DCB testi)

ASTM D 5528 standardına uygun olarak ayrık kiriş testi ile yüzey işlemi ve silan modifikasyonu uygulanmış tek yönlü lif takviyeli kompozit plakaların Mod I tabakalar arası kırılma tokluğu (G_{Ic}) değerleri Shimadzu AUTOGRAPH AG-IS Serisi çekme-basma test cihazı kullanılarak ölçülmüştür.

Ön çatlak içeren ayrık kiriş test numunelerine iki yüzeyden yapıştırılan menteşeler yardımı ile üniversal çekme test cihazı kullanılarak tabakalar arası bölge Mod I konumunda yüklenmiştir. Ayrıca, çatlak ilerleme miktarının tespit edilmesi için kağıt üzerine cetvel çizilerek numune üzerine uygun şekilde yapıştırılmıştır. Deney numunesi Şekil 2’de gösterilmiştir.



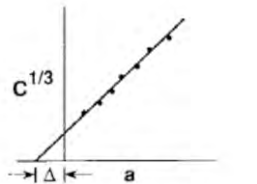
Şekil 2. Ayrık kiriş testi numunesi

Numuneler yapıştırılan menteşelerin ucundan çekme-basma test cihazının çenelerine bağlanarak 0,1 mm/dk’lık bir hızla çekilmiştir. Çekme işlemi devam ederken CCD kamera ile belirli aralıklarla çatlak açılması miktarı (a), kuvvet (P) ve çatlak ucu açılması miktarı (δ) kaydedilmiştir.

Çatlak boyu düzeltme faktörü dikkate alınarak mod I tabakalar arası kırılma tokluğu (G_{IC}):

$$G_{IC} = \frac{3P\delta}{2b(a+\Delta)} \quad (3)$$

eşitliğiyle hesaplanır. Burada, P uygulanan yük, δ çatlak başlangıcındaki yer değiştirme, sırasıyla a , b ve Δ tabakaların ayrılma uzunluğu, test numunesi genişliği ve deneysel veriye bağlı düzeltme faktörüdür [13]. Çatlak boyu düzeltmesi (Δ); kaydedilen her bir çatlak açılması miktarı (a), uygulanan kuvvet (P) ve çatlak ucu açılması miktarına (δ) karşılık gelen C oranının küp kökünün çatlak boyuna bağlı olarak değişim grafiğinin çizilmesi ile hesaplanır. Bu grafik çizildikten sonra bu noktalardan lineer bir doğru geçirilir (Şekil 3). Bu doğrunun çatlak boyu eksenini kestiği noktadan olan uzaklığı çatlak boyu düzeltme faktörünü verir [13].

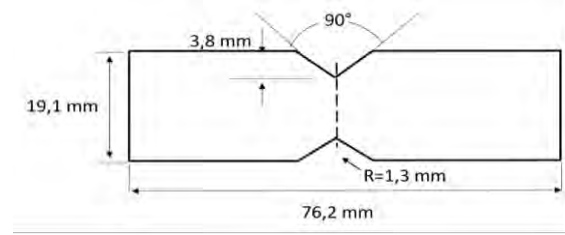


Şekil 3. Çatlak boyu düzeltme faktörünün hesaplanması

2.6.3. Iosipescu Kayma Gerilmesi Testi

Kompozit parçaların kayma dayanımlarını ve kayma modüllerini tespit etmek için iosipescu kayma gerilme testi yapılmaktadır.

Iosipescu numuneleri üzerinde şekilde görüldüğü gibi $\pm 45^\circ$ doğrultularında birim şekil değiştirme ölçerler yapıştırılarak Iosipescu aparatında sıkıştırılarak Shimadzu AUTOGRAPH AG-IS Serisi çekme-basma test cihazı kullanılarak 0,5 mm/dak hız ile bası işlemi uygulanmıştır. Bu deney yapılırken 5kN kapasiteli yük hücresi kullanılmıştır. Bu test sırasında birim şekil değiştirmelerden gelen verileri TML TDS-302 marka veri toplama sistemi yardımı ile 2 kanaldan birim şekil değiştirmeler kaydedilmiştir. Çentiklerin boyutları Şekil 4’te gösterildiği gibidir.



Şekil 4. Iosipescu deney numune boyutları

2.6.4. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi

Kimyasal oksidasyon ve silan modifikasyonu işlemleri görmüş karbon lif takviyeli kompozitlerin morfolojik özelliklerindeki değişim 10 kV voltaj ile çalıştırılan taramalı elektron mikroskobu (ESEM-FEI Quanta 200 FEG) ile incelenmiştir.

3. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

3.1. Karbon Lif Karakterizasyonu

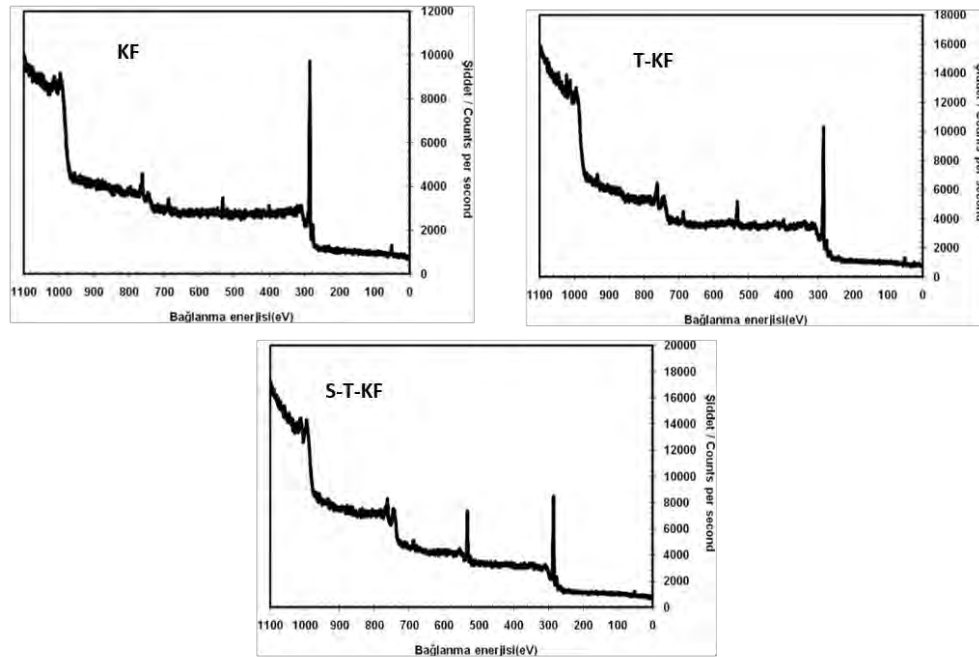
3.1.1. XPS Analizi

XPS analizi sonucunda elde edilen spektrum grafikleri Şekil 5’te, elementel yapılar ise Tablo 1’de verilmiştir. Bu sonuçlar ele alındığında yüzey işlemi yapılan karbon lif ve silan ile yüzey modifikasyon işlemi yapılmış karbon lifin C yüzdeleri düşmekte, O oranları ise artmaktadır. KF numunesinin yüzeyinde C ve O sırasıyla % 94,7 ve %4,8 olarak bulunmuştur. Karbon life yüzey işlemi uygulandıktan sonra (T-KF) yüzeyindeki C oranı %86,2’ye düşerken O oranı ise %10,5 değerine yükselmiştir. Yüzey işlemi uygulanan karbon life silan modifikasyonu yapıldıktan sonra karbon lif (S-T-KF) yüzeyindeki C oranında yaklaşık %9,3’lük düşüş meydana gelirken O oranında ise %99’lük artış meydana gelmiştir. O/C yüzdeleri ele alındığında değişim oranları KF, T-KF ve S-T-KF numuneleri için sırasıyla yaklaşık 0,05, 0,12 ve 0,27 olarak hesaplanmıştır. Buna göre karbon lif yüzeyinde O/C yüzdesinin arttığı görülmektedir. Buna göre karbon lif yüzeyinde O/C yüzdesinin arttığı görülmektedir. Buda yüzeyin hidrofilik karakterinin artığının bir göstergesidir [2].

Tablo 1. Karbon liflerin yüzey kimyasal kompozisyonu

Numune	C(%)	N(%)	O (%)	O/C (%)
KF	94,7	0,5	4,8	0,05
T-KF	86,2	3,3	10,5	0,12
S-T-KF	78,2	0,9	20,9	0,27

Karbon lif yüzeyine kimyasal oksidasyon işlemi ve silan modifikasyonundan sonra karbon lifler yüzeyinde hangi kimyasal fonksiyonel grupların oluştuğunu belirlemek için C1s piklerinin dekonvolüsyon analizleri yapılmıştır. C1s spektrumunun dekonvolüsyonu sonucu elde edilen yüzeydeki fonksiyonel gruplar Tablo 2’de verilmiştir [14, 15].



Şekil 5. Karbon liflerin spektrum grafikleri

Karbon lif yüzey oksidasyon işlemi ve silan modifikasyonunun fonksiyonel gruplar üzerindeki etkileri Tablo 3' te özetlenmiştir. Yüzey işlemi görmemiş karbon liflerin ana grafitik piki (-C-C / -C-H) 284,8 eV'de meydana gelmiştir. KF numunesinde bulunan -C-C / -C-H fonksiyonel bağın bulunma yüzdesi %89,3 olarak hesaplanmıştır. Yüzey işlemi ve silan modifikasyonu yapılan T-KF ve S-T-KF numunelerinde -C-C / -C-H fonksiyonel bağı sırasıyla %70,2 ve %38,4 değerlerine düşerken O içeren -C-OH / -C-OR fonksiyonel bağının bulunma yüzdesi T-KF numunesi için %21,1 S-T-KF numunesi için ise %57,3 olarak bulunmuştur. Bu sonuçlar yüzey işleminin ve silan modifikasyonunun O içeren fonksiyonel grupları arttırdığını göstermektedir. Bu sonuç, karbon lif ve epoksi arasındaki arayüzey yapışmasının iyileşmesine sebep olmaktadır. En çok artış S-T-KF numunesinde meydana gelmiştir. Çünkü, hidroksil grubu silanın güçlü bir kimyasal bağ oluşturması için önemli bir bileşendir [16]. Hidroksil grubunun artması karbon lif yüzeylerin polaritesini ve ıslanabilirliğini arttırdığından epoksi içerisindeki fonksiyonel gruplara daha iyi bağlanmasına sebep olabilir [2, 17, 18].

Tablo 2. Fonksiyonel grupların bağlanma enerji değerleri

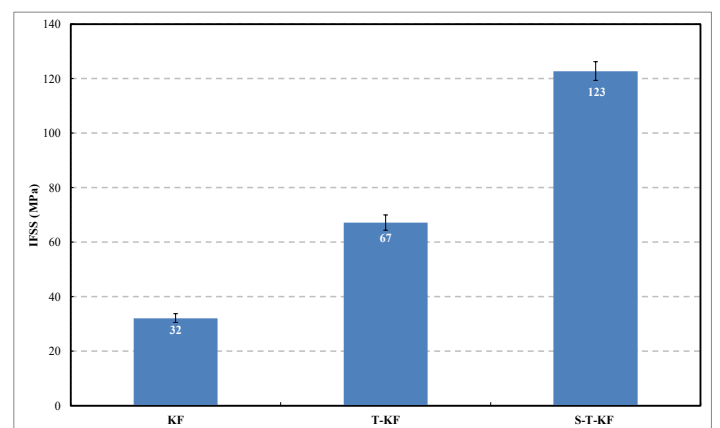
Bağlanma enerjisi (eV)	Fonksiyonel gruplar
284,9	-C-C / -C-H
286,6	-C-OH / -C-OR
287,8	-C=O
288,7	-COOH/ -COOR/ C=N

Tablo 3. Fonksiyonel grupların bulunma yüzdesi

Fonksiyonel Gruplar	KF (%)	T-KF (%)	S-T-KF (%)
-C-C / -C-H	89,3	70,2	38,4
-C-OH / -C-OR	9,9	21,1	57,3
-C=O	0,8	0,0	0,3
-COOH / -COOR/ C=N	0,0	8,7	4,0

3.1.2. Filament Sıyrma Testi

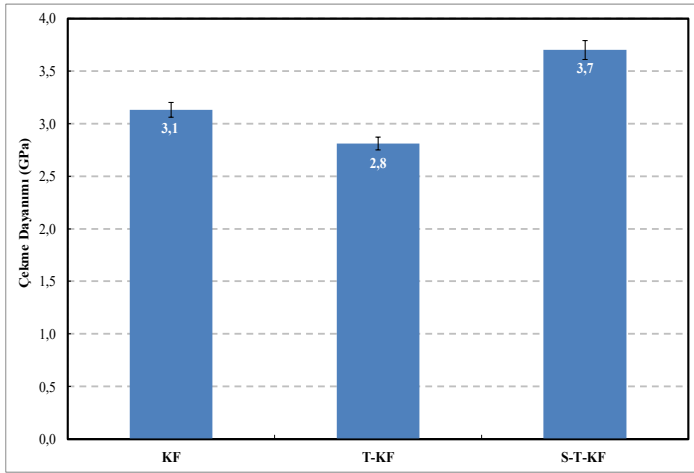
Karbon lif- matris arasındaki arayüzey kayma dayanımını tespit etmek için sıyrma testi ile tek karbon lif filament epoksi içerisinden çıkarılmıştır. Bu deney sonucunda elde edilen arayüzey kayma dayanımı değerleri Şekil 6'da verilmiştir. Şekil 6 incelendiğinde kimyasal oksidasyon yüzey işlemi uygulanmış karbon lif ve üzerine silan modifikasyonu uygulanmış kimyasal oksidasyon yüzey işlemlisi karbon lif ile epoksi arasındaki arayüzey kayma dayanım değerleri yüzey işlemlisiz karbon life göre artış göstermiştir. IFSS değerleri KF için yaklaşık 32 MPa iken T-KF ve S-T-KF için sırasıyla 67 MPa ve 123 MPa değerine yükselmiştir. Bu iyileşmenin sebebi olarak XPS analizi sonucunda belirtildiği üzere O/C oranının artmasıyla birlikte karbon liflerin ıslanabilirliğinin artmasıyla birlikte karbon lif ile epoksi matris arasında arayüzey etkileşiminin iyileştiği söylenebilir [19].



Şekil 6. Yüzey işlemi ve silan modifikasyon işleminin IFSS değerleri üzerine etkisi

3.1.3. Lif Çekme Testi

Karbon lif yüzeyinin kimyasal oksidasyon işlemi ve silan ile modifikasyonu işlemlerinin lifin çekme dayanımı üzerine etkilerini tespit etmek için liflerin dayanımları tespit edilmiş ve elde edilen sonuçlar Şekil 7’de verilmiştir. Şekil 7 incelendiğinde yüzey işlemsiz karbon lif üzerine kimyasal oksidasyon işlemi karbon lifin çekme dayanımı yaklaşık 3,1 MPa’ dan 2,8 MPa değerine düşürmüştür. Lif yüzeyine kimyasal oksitleme işlemi uygulandıktan sonra lif (T-KF) yüzeyinde oluklar ve mikroboşluklar oluşabilir. Bu lif dayanımında düşüşe neden olmaktadır [7]. Kimyasal oksitlenmiş karbon lif yüzeyine silan modifikasyonu yapıldıktan sonra lif dayanımı (S-T-KF) 3,7 MPa olarak bulunmuştur. Bu değer hem KF hemde T-KF’nin çekme dayanım değerlerine göre yüksektir. Bunun sebebi kimyasal oksidasyonla karbon lif yüzeyinde oluşan olukların ve mikroboşlukların silan tabakasıyla kaplanması olarak açıklanabilir [20].

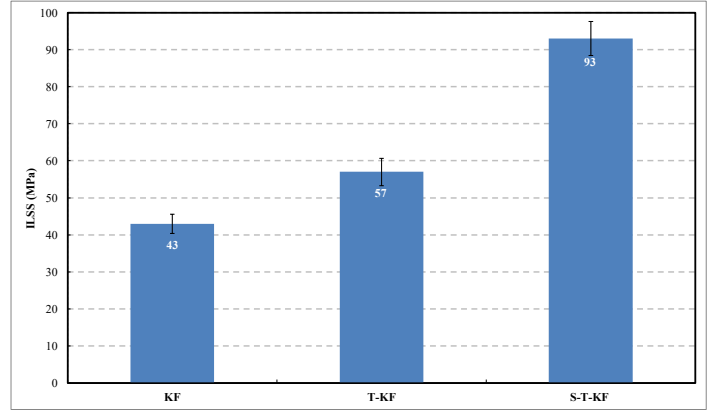


Şekil 7. Yüzey işlemi ve silan modifikasyon işleminin lif çekme dayanımı üzerine etkisi

3.2. Karbon Lif Takviyeli Epoksi Kompozit Numunelerin Karakterizasyonu

3.2.1. Kısa Kiriş Kayma Testi

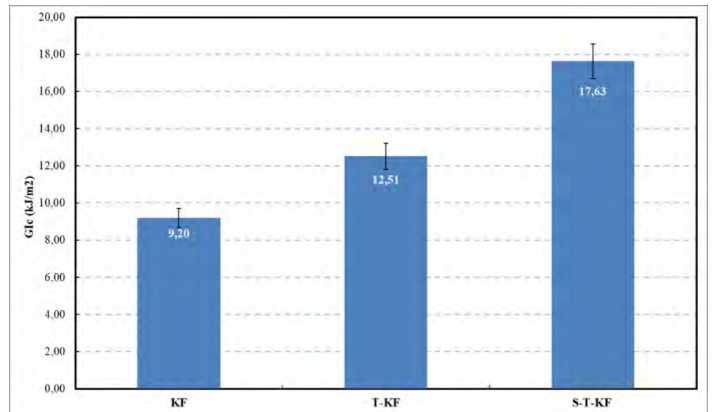
Kompozit malzemelerin ILSS değerlerini tespit etmek için yapılan kısa kiriş kayma testi sonucu elde edilen veriler Şekil 8’de verilmiştir. ILSS değerleri, lif / matris yapışmasının iyileşip iyileşmediğini belirlemek için kullanılan yöntemlerden biridir. Şekil 8’de belirtilen sonuçlara göre kimyasal oksidasyon işlemi uygulanmış karbon lif takviyeli kompozit numunelerin (T-KF) ILSS değerinde KF ile üretilen kompozit numunelere göre yaklaşık %33’lük bir artış sağlanmıştır. Kimyasal oksidasyon sonrası silan modifikasyonu yapılmış karbon lif (S-T-KF) ile üretilen kompozit numunesinin ILSS değeri ise T-KF ve KF takviyeli kompozit numunelerin ILSS değerlerine göre sırasıyla yaklaşık %63 ve %116 yüksek elde edilmiştir. Oksidasyon işlemi ve silan modifikasyonundan sonra ILSS değerlerinin artmasının sebebi karbon lif-epoksi arasında kimyasal etkileşimin ve ıslanabilirliğin iyileşmesi ile açıklanabilir [21].



Şekil 8. Oksidasyon işlemi ve silan modifikasyon işleminin ILSS değerleri üzerine etkisi

3.2.2. Mode I Tabakalar Arası Kırılma Tokluğu Deneyi (DCB test)

DCB testi sonucunda hesaplanan G_{IC} değerleri Şekil 9’da verilmiştir. Şekilden görüldüğü üzere, beklendiği gibi kimyasal oksidasyona uğramış ve silan modifikasyonlu karbon liflerden üretilen G_{IC} değerleri yüzey işlemsiz karbon lifden üretilen numuneye göre artış göstermektedir. KF’den üretilen kompozit numunelerin G_{IC} değeri $9,20 \text{ kJ/m}^2$ iken T-KF’den üretilen kompozit numunede ise $12,51 \text{ kJ/m}^2$ e, S-T-KF’den üretilen kompozit numunede ise $17,63 \text{ kJ/m}^2$ değerine yükselmektedir. Bir başka deyişle tabakalararası yapışma miktarı artmaktadır. Bunun sebebi kimyasal oksidasyon işlemi uygulanan karbon lif ve silan modifikasyonlu karbon lifin XPS analizi sonucunda elde edilen O/C oranının KF’ ye göre artmasıyla birlikte karbon lif-epoksi arasındaki etkileşimin artmasıdır.



Şekil 9. Yüzey işlemi ve silan modifikasyon işleminin G_{IC} değerleri üzerine etkisi

3.2.3. İosipescu Kayma Gerilmesi Testi

Tablo 4’te tek yönlü karbon lif takviyeli epoksi kompozitlerin lif doğrultusunda (MD) ve lif doğrultusuna dik (CD) kayma dayanım ve modülleri verilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde lifin baskın olduğu doğrultuda kayma dayanımları daha yüksek, matrisin baskın olduğu doğrultuda ise daha düşük gözlenmiştir. Deney sonuçlarından görüldüğü üzere karbon lif yüzey işlemi ve

silan modifikasyonu yapılan karbon lifden üretilen plakaların kayma dayanım ve modülü değerlerinde artış görülmektedir. Yüzey işlemsiz karbon lifden üretilen karbon lifin kayma dayanım değerleri MD ve CD doğrultusunda sırasıyla 97,4 ve 65,7 MPa olarak bulunmuştur. Karbon life kimyasal oksidasyon işlemi uygulandıktan sonra üretilen kompozit plakaların MD ve CD doğrultusundaki kayma dayanım değerleri sırasıyla 135,6 ve 85,8 MPa değerlerine yükselmiştir. Kimyasal oksidasyon yüzey işleminden sonra silan modifikasyonu yapılan karbon liflerle üretilen kompozit numunelerin MD ve CD doğrultusundaki kayma dayanım değerlerinde ise T-KF kompozit numunelere göre sırasıyla yaklaşık %28 ve %12'lik bir artış meydana gelmiştir. Bunun sebebi epoksi-karbon lif arasındaki arayüzey yapışmasının artması ve buna bağlı olarak tabakalar arası kayma dayanımının artması ile açıklanabilir. Kayma dayanım değerlerine paralel olarak MD ve CD doğrultusundaki kayma modülü değerleri de oksidasyon yüzey işlemi ve silan yüzey modifikasyonu ile artış göstermektedir.

Tablo 4. Kompozit malzemelerin kayma dayanım ve modül değerleri

KOMPOZİT	KAYMA DAYANIMI (MPa)		KAYMA MODÜLÜ (MPa)	
	MD	CD	MD	CD
KF	97,4	65,7	195,2	64,3
T-KF	135,6	85,8	226,4	82,3
S-T-KF	173,4	96,5	257,8	96,5

3.2.4. SEM Analizi

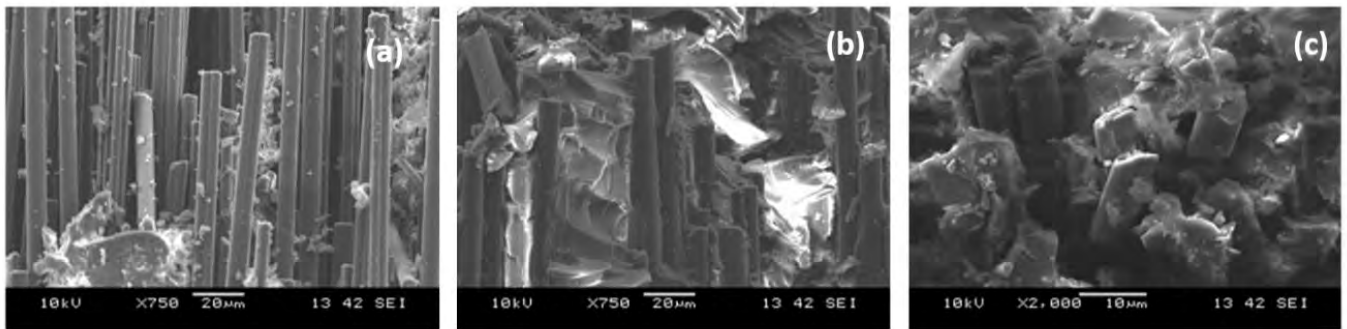
Karbon lif yüzeyine uygulanan kimyasal oksidasyon işlemi ve silan modifikasyonunun kompozit malzemelerin morfolojik özelliklerine etkisi Şekil 10'de gösterilmiştir. Şekil 10 (a)'dan görüleceği gibi işlem uygulanmamış karbon lif takviyeli kompozitlerde epoksi ve karbon lif arayüzey birleşmesi zayıf görünmektedir. Şekil 10 (b) ve (c)'de, T-KF ve S-T-KF takviyeli kompozitlerde, karbon lif ve epoksi arasındaki bağın arttığı ve

liflerin matris tarafından daha iyi örtüldüğü görülmektedir. Ayrıca, karbon liflerin yüzeyinde kimyasal oksidasyona uğradıktan sonra pürüzler ve ince oluklar gözlenmektedir. Oksijen içeren fonksiyonel grupların artması ve dolayısıyla matris ve karbon lif arasındaki islanabilirlik ve yapışmanın güçlenmesi de Şekil 10 (b) ve (c)'de gösterilen kompozit numunelerin lif/matris arayüz SEM görüntüleri ile doğrulanmış olmaktadır.

4. SONUÇ

Bu çalışmada karbon lif/epoksi arayüz dayanımını arttırmak için lif yüzeyine oksidasyon işlemi uygulanmıştır. Okside edilmiş karbon lifler silan ile modifikasyona uğradıktan sonra üretilen karbon lif takviyeli epoksi tabanlı prepreglerden tek yönlü kompozit plakalar elde edilmiştir. Yüzey işlemi ve silan modifikasyonunun karbon lif yüzeyine ve karbon lif takviyeli kompozit plakaların özelliklerine etkisi incelenmiş ve aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir.

- Kimyasal modifikasyon işlemi karbon lif yüzeyindeki O oranını %4,8'den %10,5'e yükseltmiştir. Silan modifikasyonu sonrasında da O oranında %99'luk bir artış gözlenmiştir. T-KF ve S-T-KF numuneleri için O içeren -C-OH / -C-OR fonksiyonel bağın bulunma yüzdesindeki sırasıyla elde edilen %21 ve %57,3'lük artış karbon lif epoksi arasındaki yapışmanın daha iyi olduğunu göstermiştir.
- Arayüz kayma dayanım değerleri T-KF ve S-T-KF numuneleri için sırasıyla %109 ve %284 artış göstermiştir.
- Kimyasal oksidasyon işlemi lifin çekme dayanımını 2,8MPa'a düşürürken silan modifikasyonu 3,7 MPa'a yükseltmiştir.
- Yüzey işlemi ve silan modifikasyonu sonrası ILSS değerleri sırasıyla %63 ve %116'lık ve G_{IC} değerleri sırasıyla %36 ve %92'lik artarak lif/epoksi arasında etkileşimin iyileştiğini göstermiştir.
- Tek yönlü karbon lif takviyeli epoksi kompozitlerin lif doğrultusunda ve lif doğrultusuna dik doğrultuda kayma dayanım ve kayma modülü değerleri artış göstermiştir.



Şekil 10. (a) KF, (b) T-KF ve (c) S-T-KF takviyeli kompozit numunelerin SEM görüntüleri

KAYNAKLAR

1. Mallick PK, (2007), *Fiber-reinforced composites: materials, manufacturing, and design*, CRC press.
2. Sharma M, S Gao, E Mäder, H Sharma, LY Wei, J Bijwe, (2014), *Carbon fiber surfaces and composite interphases*, Composites Science and Technology, 102, 35-50.
3. Fujimaki H, F Kodama, R Takabe, K Asano, K Seguchi. Process for the surface treatment of carbon fibers. Google Patents; 1977.
4. Nohara LB, G Petraconi Filho, EL Nohara, MU Kleinke, MC Rezende, (2005), *Evaluation of carbon fiber surface treated by chemical and cold plasma processes*, Materials Research, 8(3), 281-6.
5. Zielke U, K Hüttinger, W Hoffman, (1996), *Surface-oxidized carbon fibers: I. Surface structure and chemistry*, Carbon, 34(8), 983-98.
6. Sellitti C, J Koenig, H Ishida, (1990), *Surface characterization of graphitized carbon fibers by attenuated total reflection Fourier transform infrared spectroscopy*, Carbon, 28(1), 221-8.
7. Wu Z, CU Pittman Jr, SD Gardner, (1995), *Nitric acid oxidation of carbon fibers and the effects of subsequent treatment in refluxing aqueous NaOH*, Carbon, 33(5), 597-605.
8. Tiwari S, J Bijwe, S Panier, (2011), *Tribological studies on polyetherimide composites based on carbon fabric with optimized oxidation treatment*, Wear, 271(9-10), 2252-60.
9. Jang J, H Yang, (2000), *The effect of surface treatment on the performance improvement of carbon fiber/polybenzoxazine composites*, Journal of materials science, 35(9), 2297-303.
10. Yang J, J Xiao, J Zeng, L Bian, C Peng, F Yang, (2013), *Matrix modification with silane coupling agent for carbon fiber reinforced epoxy composites*, Fibers and Polymers, 14(5), 759-66.
11. Yue Z, W Jiang, L Wang, S Gardner, C Pittman Jr, (1999), *Surface characterization of electrochemically oxidized carbon fibers*, Carbon, 37(11), 1785-96.
12. Wu Q, M Li, Y Gu, S Wang, L Yao, Z Zhang, (2016), *Effect of sizing on interfacial adhesion of commercial high strength carbon fiber - reinforced resin composites*, Polymer Composites, 37(1), 254-61.
13. Atas C, Y Akgun, O Dagdelen, BM Icten, M Sarikanat, (2011), *An experimental investigation on the low velocity impact response of composite plates repaired by VARIM and hand lay-up processes*, Composite Structures, 93(3), 1178-86.
14. Sever K, M Sarikanat, Y Seki, G Erkan, ÜH Erdoğan, S Erden, (2012), *Surface treatments of jute fabric: The influence of surface characteristics on jute fabrics and mechanical properties of jute/polyester composites*, Industrial Crops and Products, 35(1), 22-30.
15. Song W, A Gu, G Liang, L Yuan, (2011), *Effect of the surface roughness on interfacial properties of carbon fibers reinforced epoxy resin composites*, Applied Surface Science, 257(9), 4069-74.
16. Han SH, HJ Oh, SS Kim, (2014), *Evaluation of fiber surface treatment on the interfacial behavior of carbon fiber-reinforced polypropylene composites*, Composites Part B-Engineering, 60, 98-105.
17. Kim H-I, W-K Choi, S-J Kang, YS Lee, JH Han, B-J Kim, (2016), *Mechanical interfacial adhesion of carbon fibers-reinforced polarized-polypropylene matrix composites: Effects of silane coupling agents*, Carbon Lett., 17, 79-84.
18. He J, Y Huang, (2007), *Effect of silane - coupling agents on interfacial properties of CF/PI composites*, Journal of Applied Polymer Science, 106(4), 2231-7.
19. An F, C Lu, Y Li, J Guo, X Lu, H Lu, et al., (2012), *Preparation and characterization of carbon nanotube-hybridized carbon fiber to reinforce epoxy composite*, Materials & Design, 33, 197-202.
20. Jiang S, QF Li, YH Zhao, JW Wang, MQ Kang, (2015), *Effect of surface silanization of carbon fiber on mechanical properties of carbon fiber reinforced polyurethane composites*, Composites Science and Technology, 110, 87-94.
21. Ma QS, YZ Gu, M Li, SK Wang, ZG Zhang, (2016), *Effects of surface treating methods of high-strength carbon fibers on interfacial properties of epoxy resin matrix composite*, Applied Surface Science, 379, 199-205.