



XIX. ULUSAL MEKANİK KONGRESİ

24-28 Ağustos 2015, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Trabzon

SICAK SUDA YAŞLANDIRILAN CAM FİBER/EPOKSİ KOMPOZİTLERİN TABAKALARARASI KAYMA DAYANIMINDAKİ DEĞİŞİMLERİN İNCELENMESİ

Kader Sever¹, Zafer Yenier¹, Mehmet Sarıkanat¹, Kutlay Sever², Yoldaş Seki³

¹Ege Üniversitesi, İzmir

²İzmir Katip Çelebi Üniversitesi, İzmir

³Dokuz Eylül Üniversitesi, İzmir

ABSTRACT

In this study, effect of hot water aging on interlaminar shear strength of glass fiber reinforced epoxy composites was investigated. Silane treatments at different concentrations were applied to surface of glass fibers before composite production. Effect of water temperature, holding duration in water of composites and used silane concentration on interlaminar shear strength was determined. 25, 50 and 75 °C as water temperatures and 24, 48 ve 72 hours as holding duration in water were selected. γ -glycidoxypropyltrimethoxysilane (γ -GPS) as a silane coupling agent was used in the fiber surface treatment and the silane coupling agent concentration was varied from 0.1 to 0.5 % (v/v) in aqueous solution. It was determined that the interlaminar shear strengths of the composites decreased with increasing of water temperature and holding duration in water. 0.5 % γ -GPS silane treated glass fiber reinforced epoxy composite showed the best resistance against hot water.

ÖZET

Bu çalışmada, cam fiber takviyeli epoksi kompozitlerin tabakalararası kayma dayanımına sıcak suyun etkisi incelenmiştir. Kompozit üretiminden önce cam fiberlerin yüzeyine farklı derişimlerde silan yüzey işlemi uygulanmıştır. Kompozitlerin kayma dayanımına su sıcaklığının, kompozitlerin suda bekletilme süresinin ve kullanılan silan derişiminin etkisi tespit edilmiştir. Su sıcaklıkları 25, 50 ve 75 °C ve suda bekletilme süresi 24, 48 ve 72 saat olarak seçilmiştir. Fiber yüzey işlemlerinde silan uyumlaştırıcı ajanı olarak γ -glycidoxypropyltrimethoxysilan (γ -GPS) kullanılmıştır ve silan uyumlaştırıcı ajanı derişimi toplam çözeltide %0,1 ile %0,5 arasında değiştirilmiştir. Su sıcaklığı ve kompozitlerin suda bekletilme süresi arttıkça kompozitlerin tabakalararası kayma dayanımının da azaldığı belirlenmiştir. %0,5 γ -GPS silan ile yüzey işlemine tabi tutulmuş cam fiber takviyeli epoksi kompozitler sıcak suya karşı en iyi dayanımı göstermiştir.

GİRİŞ

Fiber takviyeli polimer kompozitlerin yapısal uygulamalarda kullanımları her geçen gün artmaya devam etmektedir. Polimer matrisli kompozitler; spor malzemelerinden otomotiv, denizcilik, hava-uzay endüstrilerine pek çok alanda kullanılmaktadır[1].

Fiber takviyeli polimer kompozitlerin sıcak nemli ortamlarda kullanımında kritik görüş, kompozitin performansında olacak değişimlerdir. Bu malzemeler nem emme davranışları nedeni ile, nemli ortamlarda kaldıklarında özelliklerinde olumsuz etkiler oluşabilmektedir[2]. Genel olarak, polimer kompozitlerin özelliklerini iki mekanizmanın etkilediği bilinmektedir. Bunlar sırası ile matris plastikleştirilmesi ve fiber-matris arayüzeyinin bozulması (kötüleşmesi)dır[2-4].

Mekanik, termal ve dielektrik özelliklerin kötüleşmesine neden olan polar su molekülleri ile kolay etkilenen yapıdaki hidroksil grupları ile suyun absorpsiyonu dezavantajlı bir durumdur[5-7]. Nem kompozitin matrisi içerisine difüze olur ve heterojen doğası nedeni ile arayüze yakın alana zarar verir[5,8]. Fiber yüzeyi su ile şiddetli etkilendiğinde, su camdan iyonları filtre edecektir ve arayüzey bölgesinde yaratılan iyonik çözümler osmotik basınç oluşturacaktır[9].

Cam fiberlere uygulanacak uygun bir silan yüzey işlemi ile, kompozitin suya karşı dayanımını artırmak mümkün olabilir. Fiberlere kimyasal bir yüzey işlemi olarak uygulanan silan yüzey işlemi ile cam fiber ve reçine arasında iyi bir yapışma sağlamak mümkündür[10]. Böylece, cam fiber/polimer matris arayüzeyi daha az miktarda suyu bünyesine alacaktır[11-12].

Bu çalışmada, cam fiber takviyeli epoksi kompozitlerin tabakalararası kayma dayanımına su sıcaklığının, kompozitlerin suda bekletilme süresinin ve kullanılan silanın derişiminin etkisi incelenmiştir. Yaşlandırma su sıcaklıkları 25, 50 ve 75 °C ve suda bekletilme süresi 24, 48 ve 72 saat olarak seçilmiştir. Fiber yüzey işlemlerinde silan uyumlaştırıcı ajanı olarak γ -glycidoxypropyltrimethoxysilan (γ -GPS) kullanılmıştır ve silan uyumlaştırıcı ajanı konsantrasyonu toplam çözeltide %0,1 ile %0,5 arasında değiştirilmiştir. Yaşlandırma işlemlerinden sonra kompozit numunelere kısa giriş kayma testleri uygulanmıştır.

DENEYSEL DETAYLAR

Malzemeler

Takviye malzemesi olarak örgü tipi cam elyaf kumaş (E tipi, 300 g/m², Metyx Telateks A.Ş., Türkiye) ve polimer matris olarak modifiye edilmemiş epoksi reçine (R 1040, Resoltech, Fransa) ve sertleştiricisi (R 1048, Resoltech, Fransa) kullanılmıştır. Reçine ve sertleştirici karışım oranı ağırlık olarak % 78:22 dir. Fiber yüzey işlemlerinde epoksi ile uyumlu γ -glycidoxypropyltrimethoxysilan (γ -GPS) kullanılmıştır. Z-6040 ticari isimli bu silan Dow Corning firmasından temin edilmiştir. Sıvı γ -GPS'in çözülmesi sırasında, suyun pH derecesini ayarlamak için asetik asit (CH₃COOH, %100, Riedel-de Haën) kullanılmıştır.

Cam Fiber Yüzey İşlemi

İlk önce, cam fiberlerin yüzeyindeki mevcut sizing ve safsızlıkları ortadan kaldırmak için, cam fiberler 450 °C sıcaklıkta bir fırın içerisine konularak 1,5 saat süresince ısı olarak temizlenmiştir. Daha sonra, farklı silan derişimlerinde çözeltiler ile cam fiberlerin yüzeyi modifiye edilmiştir. γ -GPS işlemlerinde cam fiberler, ısı olarak temizlenmiş cam fiberlerin silan ile yüzey işleminden sonra elde edilmiştir. Yüzey işlemi şu şekilde yapılmıştır: Asetik asit ilavesi ile saf suyun pH'ı 4,5 değerine çekilmiştir. Sonra, sıvı γ -GPS silan pH'ı düşürülmüş bu suya ilave edilerek çözülmesi sağlanmıştır. Manyetik karıştırıcı ile bu çözelti 15 dakika karıştırılmıştır. Asitleştirilmiş su içerisindeki silan miktarı hacimsel olarak % 0,1 ile % 0,5 arasındadır. Cam elyaf kumaşlar hazırlanan bu çözelti içerisinde 1 saat süresince tutulmuş ve

sonra bu çözülden çıkarılarak 105 °C sıcaklığında bir fırın içerisinde konularak 30 dakika süresince kurutulmuştur.

Kompozit Üretimi

Kompozit üretim tekniği olarak el yatırma ve presleme metodu birlikte kullanılmıştır. Epoksi reçine ve sertleştirici karışımı cam elyaf kumaş yüzeyine el yatırma tekniği ile uygulanmıştır. Sonra, epoksi emdirilmiş kumaşlar bir kalıp (25 cm x 35 cm) içerisine konulmuş ve kalıba preste 150 dakika boyunca 100 bar basınç (oda sıcaklığında) uygulanmıştır. 3,5 mm kalınlığında kompozit levhalar elde etmek için, her bir levha için 12 tabaka kumaş kullanılmıştır. Yaşlandırma testlerinden önce kompozit malzemeler oda sıcaklığında 2 hafta kür edilmiştir.

Suda Yaşlandırma Deneyi

Kompozit numuneler 25, 50 ve 75 °C sıcaklığında su bulunan tanklar içerisine konulmuştur. Kullanılan su, çeşme suyudur ve deney süresince su sıcaklığı sabit tutulmuştur. Kompozit numuneler suda 24, 48 ve 72 saat bekletilmiştir. Sonra sudan çıkarılıp kurulan numunelere kısa kiriş kayma testleri yapılmıştır.

Kısa Kiriş Kayma Testi

Kısa kiriş kayma testleri, ASTM D-2344 standartına uygun olarak gerçekleştirilmiştir. Testte, Shimadzu AUTOGRAPH AG-G Serisi universal test cihazı kullanılmıştır. Cihazın basma hızı 1,3 mm/dakika'dır ve kullanılan loadcell 5 kN kapasitesindedir. Üç nokta eğme aparatında, yükleme pimi 6,4 mm çapında, iki destek pimi ise 3,2 mm'dir. Destek spanı/numune kalınlığı oranı 5:1'dir. Numunelerin uzunluğu ve genişliği 26,3 ve 6,4 mm'dir. Her numune serisinden beş numune test edilmiş ve ortalaması alınmıştır.

DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA

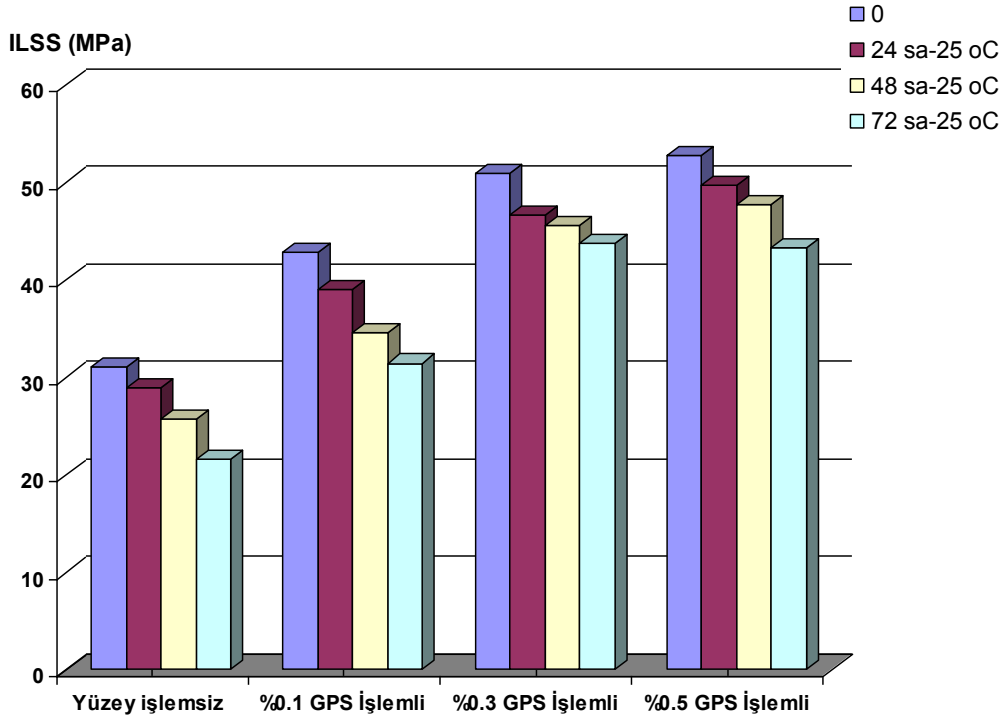
Suda yaşlandırma sonrasında gerçekleştirilen kısa kiriş kayma testleri sonucunda elde edilen tabakalararası kayma mukavemeti (ILSS) değerlerindeki değişimler Tablo 1'de gösterilmiştir.

Farklı derişimlerde γ -GPS silan ile yüzey işlemine maruz bırakılan cam fiberlerle takviyelendirilmiş epoksi kompozitlerin 25°C 'de farklı sürelerde hidrotermal yaşlandırmaya bırakılması sonucu kompozitlerin ILSS değerlerindeki değişim Şekil 1'de gösterilmiştir. Isıl temizlenmiş cam fiberlere γ -GPS silan ile yüzey işlemi sonrasında epoksi matrisli kompozitlerin ILSS değerleri artmıştır. %0,1, %0,3 ve %0,5 γ -GPS silan ile yüzey işlemi uygulanmış cam fiber/epoksi kompozitlerin tabakalararası kayma mukavemeti (ILSS) sırasıyla %37,8, %63,8 ve %69,8 artmıştır. Silan bağlama ajanının cam fiber/polimer kompozitlerin fiber-matris yapışmasını silanın polimer matris ile kimyasal olarak reaksiyona girmesi ile geliştirdiği bilinmektedir[13].

Farklı derişimlerde γ -GPS silan ile yüzey işlemine maruz bırakılan cam fiberlerle takviyelendirilmiş epoksi kompozitlerin 72 saat boyunca farklı sıcaklıklarda hidrotermal yaşlandırmaya bırakılması sonucu kompozitlerin ILSS değerlerinde meydana gelen değişim Şekil 2'de gösterilmiştir.

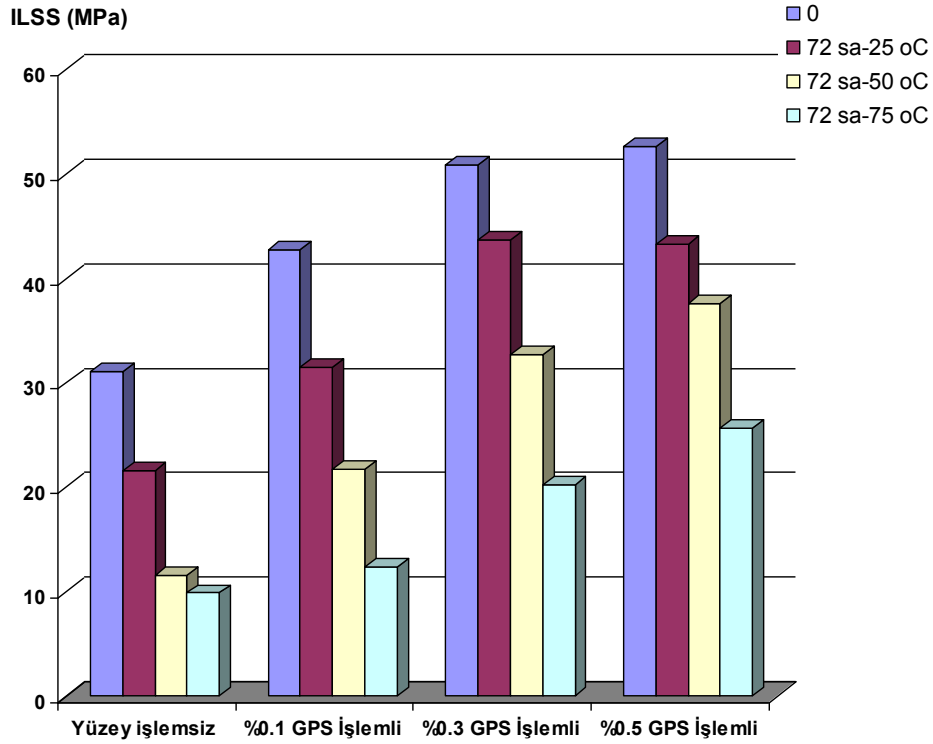
Çizelge 1. Cam fiber/epoksi kompozitlerin yaşlanma sıcaklığı ve zamanına bağlı olarak tabakalararası kayma mukavemetindeki (ILSS) azalışlar (%)

Yaşlanma Saati-Sıcaklık	Tabakalararası Kayma Mukavemetlerindeki Azalışlar (%)			
	Yüzey İşlemsiz	%0.1 İşlemlı GPS	%0.3 İşlemlı GPS	%0.5 İşlemlı GPS
0-25 °C	100	100	100	100
24 sa-25 °C	-%6.8	-%9	-%8.2	-%5.8
48 sa-25 °C	-%17.3	-%19.2	-%10.4	-%9.6
72 sa-25 °C	-%30.3	-%26.5	-%14.1	-%18
24 sa-50 °C	-%30.8	-%24.1	-%18.7	-%12.1
48 sa-50 °C	-%47.7	-%33.5	-%22.9	-%17.4
72 sa-50 °C	-%62.8	-%49.3	-%35.8	-%28.6
24 sa-75 °C	-%44.8	-%49.6	-%30.3	-%25
48 sa-75 °C	-%60.1	-%58.7	-%43.1	-%40.7
72 sa-75 °C	-%68.3	-%71.1	-%60.3	-%51.3



Şekil 1. 25°C 'de farklı sürelerde hidrotermal yaşlandırmaya bırakılan kompozitlerin ILSS değerlerindeki değişim.

(1)



Şekil 2. 72 saat boyunca farklı sıcaklıklarda hidrotermal yaşlandırmaya maruz bırakılan kompozitlerdeki ILSS değişimi

Yaşlandırma su sıcaklığı ve suda bekletilme süresi arttıkça kompozitlerin tabakalararası kayma mukavemet değerlerinde sürekli bir azalış gözlenmiştir. Genel olarak, sıcak suda yaşlandırma işleminin kompozitlerin fiber/matris arayüzey özelliklerine zarar verdiğini söyleyebiliriz. Kompozitlerin kayma özelliklerinde esasen fiber/matris arayüzeyi ve matris malzemesi baskındır[14]. Kompozitin tabakalararası mukavemetindeki azalmanın sebepleri matris plastikleşmesi ve fiber/matris arayüzey özelliklerinin bozulması (kötüleşmesi) olabilir[2]. Kompozitler yüksek sıcaklıklarda neme maruz bırakıldıklarında, kompozitte tersinir olmayan etkiler oluşabilir. Matris kimyasal olarak bozunabilir (degradation). Kimyasal bozunma çapraşık polimer zincirinin iç boşluklarının artmasına neden olabilir. Bu olay zincir genişlemesini artırır, polimerde mikroçatlaklar oluşturabilir[2]. Eğer malzeme yüksek sıcaklıklarda uzun süre neme maruz bırakılırsa, reçinenin polar grupları ile suyun etkileşimi sonucu tersinir olmayan etkiler oluşabilecektir[15]. Yüksek sıcaklıklarda polimer matriste bozulma düşük sıcaklıklardaki bozulmaya göre daha fazladır[16]. Suyun yalnızca polimer matris ile fiziksel etkileşime girmesi (örneğin plastikleşmesi gibi) ve aynı zamanda fiber-matris arayüzeyine zarar vermesinden dolayı kompozit içerisine emilen nem kompozitin mekanik özelliklerinde istenmeyen etkiler meydana getirebilir[1]. Yaşlanma durumunda, su moleküllerinin emilmesi ile arayüzeyel ayrılmalar, arayüzeyde su dolu boşluklar veya kabarcıklar oluşabilir. Fiber ve matrisin ısıl ve nem genişleme katsayılarındaki farklılıklar da yapışmanın azalmasına ve malzemenin zayıflamasına yol açabilir. Hatta yüksek sıcaklıklarda nem miktarı ve sıcaklık farklılıkları daha yüksek olduğundan, daha ciddi malzeme zayıflaması oluşmaktadır[16-17].

25°C sıcaklıktaki suda 24 saat yaşlandırma sonrasında kompozitlerin tabakalararası kayma mukavemeti değerleri %5,8 ila %9,0 arasında azalmıştır. Özellikle 25°C sıcaklıktaki suda yaşlandırılan ve %0,3 ve 0,5 γ -GPS silan işlemli cam fiber/epoksi kompozitler suda yaşlanma

süresi arttıkça daha iyi dayanım sergilemişlerdir. Bu kompozitlerin 72 saat yaşlandırılmasından sonra, ILSS değerlerinde azalış sırasıyla %14 ve %18 iken, yüzey işlemsiz cam fiber ve 0,1 γ -GPS silan işlemlili cam fiber takviyeli epoksi kompozitlerde ise mukavemetteki azalış sırasıyla %30,3 ve %26,5'dir. Andreopoulos ve Tarantili yüzey işlemlili görmüş fiberlerin adezif bağlanmayı arttırdığını ve arayüzeyde boşluklara ve gözeneklere izin vermediğini belirtmiştir[2].

50°C sıcaklıktaki suda yaşlandırılan epoksi matrisli kompozitlerin suda bekletilme süresine bağlı olarak mukavemet değerlerinde azalış incelendiğinde, en yüksek ILSS değerine sahip olan 0,5 γ -GPS silan işlemlili cam fiber takviyeli epoksi kompozit en iyi dayanımı sergilemiştir. Bu kompozitin 72 saat yaşlandırılmasından sonra, ILSS değerlerinde azalış %28,6 iken, yüzey işlemsiz cam fiber takviyeli epoksi kompozitlerin mukavemetteki azalış ise %62,8'dir. Eğer kompozitler 75 °C sıcaklıktaki suda 72 saat bekletilirse, yüzey işlemsiz cam fiberler ile takviyelendirilmiş epoksi kompozitlerin ve %0,1 γ -GPS silan işlemlili fiberler ile takviyelendirilmiş epoksi kompozitlerin tabakalararası kayma değerleri sırasıyla, % 68,3 ve %71,1 azalma gözlenmiştir. 75°C-72 saat için, %0,3 ve %0,5 γ -GPS silan işlemlili cam fiber/epoksi kompozitlerin tabakalararası kayma mukavemet değerlerinde azalma ise daha azdır. Bu kompozitlerin mukavemetindeki azalışlar ise sırasıyla %60,3 ve %51,3'tür. Yüzey işlemlili arayüzey özellikleri geliştirdiğinden, yaşlanmanın olumsuz etkisine karşı dayanım özellikle %0,3 ve %0,5 γ -GPS işlemlili fiberler ile takviyelendirilmiş kompozitlerde daha belirgindir.

SONUÇLAR

Deney sonuçlarından da görülebildiği gibi fiberlerin yüzeyine γ -GPS ile çok düşük derişimlerde bile olsa uygulanan yüzey işlemlili cam fiberle epoksi reçine arasındaki uyumu arttırmış ve bu örnekler yüksek sıcaklıktan tabakalararası kayma mukavemeti bakımından daha az etkilenmişlerdir. Yüzey işlemlili ile fiber ile matris arasında iyi bir yapışma sağlanarak, kompozitin hidrotermal çevrelerde daha uzun süre dayanabilmesi sağlanabilir.

KAYNAKLAR

- [1] T. Yılmaz, T. Sinmazcelik, Effects of hydrothermal aging on glass-fiber/polyetherimide (PEI) composites, *Journal of Materials Science*. 45 (2010) 399-404.
- [2] A.G. Andreopoulos, P.A. Tarantili, Water sorption characteristics of epoxy resin-UHMPE fibers composites, *Journal of Applied Polymer Science*. 70 (1998) 747-755.
- [3] C.E. Browning, The mechanisms of elevated temperature property losses in high performance structural epoxy resin matrix materials after exposures to high humidity environments, *Polymer Engineering and Science*. 18 (1978) 16-24
- [4] C.H. Shen, G.S. Springer, Effects of moisture and temperature on the tensile strength of composite materials, *Journal of Composite Materials*. 11 (1977) 2-16.
- [5] N. Sharma, M. Surenda Kumar, B.C.Ray, Study the effect of hygrothermal ageing on glass/epoxy micro-composites by FTIR-imaging and alternating DSC techniques, *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 27 (15) (2008) 1625-1634.
- [6] N. Eidelman, D. Raghavan, A.M. Forster, E.J. Amis, A. Karim, Combinatorial approach to characterizing epoxy curing, *Macromolecular Rapid Communications*. 25 (2004) 259-263.
- [7] Q. Zheng, R.J. Morgan, Synergistic thermal-moisture damage mechanisms of epoxies and their carbon fiber composites, *Journal of Composite Materials*, 27 (1993) 1465-1478.
- [8] S. M. Lee, *Handbook of Composite Materials*, VCH Publishers, 1993.

- [9] M.R. Piggott, Why interface testing by single-fibre methods can be misleading, *Composites Science and Technology*. 57 (8) (1997) 965-974.
- [10] F.M. Zhao, N. Takeda, Effect of interfacial adhesion and statistical fiber strength on tensile strength of unidirectional glass fiber/epoxy composites part I: experiment results, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. 31 (2000) 1203–1214.
- [11] B.C. Ray, Temperature effect during humid ageing on interfaces of glass and carbon fibers reinforced epoxy composites, *Journal of Colloid and Interface Science*. 298 (2006) 111–117.
- [12] T. Nguyen, E. Byrd, D. Alshed, K. Aouadi, J. Chin, Water at the polymer/substrate interface and its role in the durability of polymer/glass fiber composites, *Durability of Fibre Reinforced Polymer Composites for Construction, 1.st International Conference, Editors: Benmokrane, B. ve Rahman, H., Canada, 1998:s. 451-462.*
- [13] A. Hodzic, J.K. Kim, Z.H. Stachurski, Nano-indentation and nano-scratch of polymer/glass interfaces. II: model of interphases in water aged composite materials, *Polymer*. 42 (2001) 5701-5710.
- [14] L.A. Khan, A. Nesbitt, R. Day, Hygrothermal degradation of 977-2A carbon/epoxy composite laminates cured in autoclave and quickstep, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 41 (2010) 942-953.
- [15] J.M.F. Paiva, M.L. Costa, M.C. Rezende, Evaluation of thermal stability and glass transition temperature of different aeronautical polymeric composites, *Polymer- Plastics Technology and Engineering*. 45(2) (2006) 157–164.
- [16] M. M. Thwe, K. Liao, Durability of bamboo-glass fiber reinforced polymer matrix hybrid composites, *Composites Science and Technology*. 63 (2003) 375–387.
- [17] T. Kelen, *Polymer Degradation*, Van Nostrand Reinhold Company, 1983.